



**ВАКУУМНАЯ
ТЕХНИКА
И
ТЕХНОЛОГИЯ**

Том 24 №1 2014

Журнал «Вакуумная техника и технология» публикует статьи, освещающие результаты экспериментальных и теоретических работ в области физики вакуума, физико-химических основ электронно-ионных и других вакуумных технологий, получения и измерения низких давлений, течеискания, конструирования элементов и систем вакуумного оборудования, результаты применения вакуумной техники в машино- и приборостроении, электронной, химической, оптической, легкой, пищевой промышленности и др.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Главный редактор	РОЗАНОВ Л.Н.	Россия	195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, д. 29, СПбПУ, ИММиТ
Зам. гл. редактора	ЛИСЕНКОВ А.А.	Россия	199178, г. Санкт-Петербург, В.О., Большой пр. д. 61, ИПМаш РАН

Члены редакционной коллегии:

Елинсон В.М. –	вакуумные биотехнологии
Кеменов В.Н. –	получение вакуума
Кузнецов В.Г. –	технология вакуумного напыления
Кузьмин В.В. –	измерение вакуума
Лисенков А.А. –	электронная техника
Мазуркевич А.М. –	конструирование вакуумных систем
Нестеров С.Б. –	криовакуумные системы
Панфилов Ю. В. –	вакуумные проблемы нанотехнологии
Саксаганский Г.Л. –	электрофизические процессы в вакууме
Углов В.В. –	свойства тонких пленок

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

Технический редактор Павлова В.А.

Для справок :

<http://www.vacuum.ru>

e-mail: vtt@vacuum.ru, lis.vtt@yandex.ru

Вакуумная техника и технология

Том 24 № 1 2014

СОДЕРЖАНИЕ

Организация и проведение 21-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием "Вакуумная техника и технология - 2014"	3
А.И. Иванов, Л.О. Незнамова, И.И. Хамиш Возможности достижения сверхвысокого вакуума в ближней окрестности МКС	8
П.Б. Байков, В.В. Карзин, А.А. Комлев, А.Е. Комлев, А.А. Морозова, В.И. Шаповалов Изменение спектрального коэффициента пропускания пленки оксида вольфрама при инъекции заряда	15
В.Г. Кузнецов, В.П. Пониматкин, Т.А. Курбанов, И.В. Смирнов, А.В. Прокофьев Технология вакуумно-дугового осаждения углеродных материалов и их сорбционные свойства	20
В.В. Лучинин, Е.В. Осачев, А.А. Романов, Э.А. Майоров Атомно-слоевое осаждение - прецизионный метод синтеза тонких пленок	28
Д.К. Кострин, А.А. Ухов Повышение метрологических характеристик спектрометрического оборудования при диагностике ионно-плазменных процессов	34
В.А. Герасимов, Д.К. Кострин, Л.М. Селиванов, А.А. Ухов Повышение точности спектрального метода измерения параметров оптически прозрачных тонких пленок	39
А.А. Шемухин, Е.Н. Муратова, В.А. Мошников, В.В. Лучинин, В.С. Черныш Исследование мембран пористого оксида алюминия с помощью методики резерфордского обратного рассеивания	43
А.А. Лисенков, Е.Д. Прялухин, Н.М. Радциг, И.В. Сабуров, В.В. Смелова Сложные многокомпонентные антиэмиссионные покрытия	48
В.А. Савченко, С.П. Столяров Аналитическое исследование влияния поверхностей пленок на контактное термическое сопротивление разъемных соединений	52

А.С. Киселев, Е.А. Смирнов Методика расчета параметров плазмы лазеров тлеющего разряда	56
В.Т. Барченко, М.Л. Виноградов Анализ потребности предприятий в гелиевых масс-спектрометрических течеискателях	60
Ф.Ф. Комаров, Л.А. Власукова, И.Н. Пархоменко, О.В. Мильчанин, И.А. Романов, С.Ю. Удовиченко, К.В. Мисиюк Фазовые превращения в отожженных нестехиометрических пленках нитрида кремния: диагностика методом комбинационного рассеяния света	63
Л.Н. Розанов, А.Ю. Скрыбнев Комбинированные вакуумметрические преобразователи	67
С.Б. Нестеров Сто книг по вакуумной технике	71
С.Б. Нестеров, Е.В. Беляева Памятные даты в истории развития вакуумной техники на 2014 год	77
<i>Рефераты</i>	80

**ОРГАНИЗАЦИЯ И ПРОВЕДЕНИЕ
21-Й ВСЕРОССИЙСКОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ
КОНФЕРЕНЦИИ С МЕЖДУНАРОДНЫМ УЧАСТИЕМ
«ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИЯ – 2014»**

г. Санкт-Петербург, 17 июня – 19 июня 2014 г.

В период с 17 июня по 19 июня 2014 года на базе Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета «ЛЭТИ» состоялась 21-я Всероссийская научно-техническая конференция с международным участием «Вакуумная техника и технология – 2014».

Организаторами конференции являлись: Российская академия наук, Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербургский государственный политехнический университет и Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина). В организационный комитет входили:

Лисенков А. А. (ИПМаш РАН) - председатель;
Розанов Л. Н. (СПбПУ) - сопредседатель;
Барченко В. Т. (СПбГЭТУ "ЛЭТИ") - ученый секретарь;
Курбанов Т. А. (ООО "Магистраль технологий");
Павлова В. А. (СПбПУ).

Направления работы конференции:

1. Вакуумная техника. Вакуумметрия. Масс-спектрометрия.
2. Вакуумные ионно-плазменные методы обработки поверхности.
3. Наноматериалы и нанотехнологии.
4. Физические процессы на всех стадиях формирования покрытий.
5. Технология и свойства покрытий и пленок и методы их оценки.

Цели конференции:

Представить новые достижения и результаты теоретических и экспериментальных исследований в области физики вакуума и вакуумметрии, масс-спектрометрии и контроля герметичности. Рассмотреть актуальные вопросы получения вакуума, применения элементов вакуумных систем и созданного нового вакуумного оборудования. Осветить вопросы применения вакуумной техники при модифицировании поверхности и формировании тонких пленок и покрытий с помощью ионно-плазменных и пучковых технологий. Оценить перспективы применения ионно-плазменных технологий для синтеза новых материалов, в том числе и для получения наноматериалов. Способ-

ствовать интеграции усилий научных коллективов путем обсуждения новых идей и результатов, а также апробации инновационных практических разработок.

Для достижения указанных целей на конференции осуществлялись следующие мероприятия:

- обмен опытом и проведение творческих дискуссий по проблемам разработки и эксплуатации вакуумного оборудования, новых технологических устройств, технологий, материалов и методов их исследования;
- презентация новых разработок оборудования, комплектующих узлов и деталей, технологий, средств контроля вакуума и элементов автоматизации;
- развитие творческих связей и установление новых контактов между представителями промышленности и науки, производителями и разработчиками средств технического управления процессами, поставщиками и потребителями вакуумного оборудования;
- активизация творческого потенциала молодых ученых в области вакуума и вакуумных технологий.

В работе конференции принимали участие представители различных регионов России, а также Республики Беларусь, Германии и Вьетнама. Общее число участников конференции составило 115 человек, представляющие:

1. Институты академий наук России и Беларуси:

- Институт космических исследований РАН, Москва;
- Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург;
- Институт машиноведения им. А. А. Благонравова, Москва;
- Институт физической химии и электрохимии им. А. Н. Фрумкина РАН, Москва;
- Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых металлов РАН, Черноголовка;
- Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург;
- Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург;
- Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН,

– Институт тепло- и массообмена им. А. В. Лыкова НАН, Минск, Беларусь.

2. Высшие учебные заведения:

– Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина);

– Санкт-Петербургский государственный политехнический университет;

– Санкт-Петербургский государственный педагогический университет им. А. И. Герцена;

– Санкт-Петербургский государственный морской технический университет;

– Московский государственный технический университет Н. Э. Баумана;

– «МАТИ» РГТУ им. К. Э. Циолковского;

– Рязанский государственный радиотехнический университет;

– Тюменский государственный университет;

– Белорусский государственный университет.

3. Научно-исследовательские институты:

– ОАО «НИИ вакуумной техники им. С. А. Векшинского», Москва;

– ОАО «Национальный институт авиационных технологий», Москва;

– ОАО «НПП «Исток» им. А. И. Шокина», Московская область;

– ОАО «НИИЭФА им. Д. В. Ефремова», Санкт-Петербург;

– ФГУП «ВНИИ автоматики им. Н. Л. Духова», Москва;

– ФГУП «ВНИИ метрологии им. Д. И. Менделеева», Санкт-Петербург;

– ФГУП «НИИ командных приборов», Санкт-Петербург;

– ФГУП РЯЦ-ВНИИЭФ, Саров, Нижегородская область;

– ФГУП «НПО им. С.А. Лавочкина», Москва;

– ЦНИИ РТК, Санкт-Петербург;

– ЦНИИ «Электрон», Санкт-Петербург;

– ГНЦ ОАО НПО «ЦНИИТМАШ», Москва;

– Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова.

4. Промышленные предприятия:

– ОАО «Вакууммаш», Казань;

– ОАО «НИИ точного машиностроения», Зеленоград;

– ООО «Лаборатория вакуумных технологий», Московская обл.;

– ОАО «Завод «Измеритель», Санкт-Петербург;

– ООО «Полюс», Санкт-Петербург;

– ООО «Вириал», Санкт-Петербург;

– ООО «МИЛЛАБ», Москва;

– ЗАО «Прогресс», Санкт-Петербург;

– ЗАО «С.Е.Д.-СПб» (Светлана, МГЛ), Санкт-Петербург;

– ЗАО «Светлана-рентген», Санкт-Петербург;

– «ЭЛТОЧПРИБОР», Зеленоград;

– «Oerlikon Leybold Vacuum», Германия.

5. Органы государственного управления:

– председатель профильной комиссии по науке и высшей школе законодательного собрания города Санкт-Петербурга.

В процессе подготовки к конференции было зарегистрировано 102 заявки на выступления, 85 из которых позднее были представлены в виде подготовленных материалов для опубликования.

В ходе работы конференции было заслушано 49 докладов, из которых 13 – пленарных, затрагивающих все указанные направления работы. Среди докладчиков было 18 профессоров, 10 аспирантов и 1 магистрант последнего года обучения.



Рис. 1. Президиум конференции «Вакуумная техника и технология»



Рис. 2. Участники конференции "Вакуумная техника и технология"

На конференции было представлено 29 стендовых докладов.

В работе конференции приняли участие ведущие специалисты в области вакуумной техники, на научных работах и авторитете которых, осуществлялось и осуществляется развитие всей отрасли: д.т.н. Л. Н. Розанов (СПбГПУ); д.т.н. Г. Л. Сакаганский (ОАО «НИИЭФА им. Д. В. Ефремова»); д.т.н. С. Б. Нестеров (ОАО «НИИ вакуумной техники им. С. А. Векшинского»).

Современные тенденции в развитии вакуумной техники и технологии в своем докладе отразил С. Б. Нестеров, отметив при этом, что «...вакуумная техника, криогеника и нанотехнология — три кита, на которых держится мир высоких технологий».

К созданию научной теории проектирования вакуумных систем и изучения сорбционных явлений следует отнести следующие доклады: Л. Н. Розанов «Адсорбционное газовыделение с поверхности элементов вакуумных систем»; Г. Ф. Коренин, С. А. Вашин «Особенности динамики сорбционного равновесия газов отпаянного высоковольтного ЭВП»; Бородин С. О. и др. «Алгоритм гидравлического и теплового расчета криогенных экранов»; В. А. Савченко, С. П. Столяров «Аналитическое определение герметичности разъемных соединений с учетом технологии и качества обработки поверхности»; С. В. Сажнев «О влиянии конструктивных элементов технологических газовых систем на молекулярное загрязнение рабочего газа».

Доклады сотрудников ЦНИИ РТК были посвящены исследованию электроразрядной обстановки вокруг международной космической

станции и созданию научной аппаратуры для регистрации газоплазменного окружения (ведущий конструктор С. С. Кавтрев), а также ими были представлены результаты исследования свойств вакуумной камеры имитации космических воздействий (начальник отдела А. В. Прокофьев).

Новые научные разработки были представлены д.т.н. В. М. Папко (институт космических исследований РАН) «Установка диффузионной сварки алюмокерамических и металлостеклянных корпусов ЭВП» и М. Л. Виноградовым «Гелиевый течеискатель и системы контроля герметичности ОАО «Завод «Измеритель»». Заведующий «Инновационно-производственной лаборатории вакуумных и криогенных систем» СПбГПУ М. П. Ларин показал и доказал преимущества использования вакуумного криотермомозда для лечения злокачественных опухолей.

Особо следует отметить группу докладов по вакуумной тематике сотрудников ФГУП «ВНИИ автоматики им. Н. Л. Духова» С. А. Бушина, Р. Х. Якубова и С. В. Чурина, а также доклад об измерении вакуума И. В. Садковской (ФГУП «ВНИИ метрологии им. Д. И. Менделеева»).

Основной проблемой развития вакуумной техники является наличие и состояние элементной базы, которая в настоящее время, при использовании технологического оборудования со сроком эксплуатации 20 – 30 лет, ориентируется на зарубежных поставщиков. Поэтому на конференцию были приглашены и присутствовали основные отечественные производители вакуумной техники и оборудования: генеральный директор ОАО

«Вакууммаш» Е. Н. Капустин (объединение которое является, фактически, единственной компанией в России и СНГ, выпускающей серийную вакуумную продукцию); генеральный директор ОАО «НИИ точного машиностроения» В. В. Одинокое; генеральный директор «ЭЛТОЧПРИБОР» С. В. Сажнев; генеральный конструктор ООО «Лаборатория вакуумных технологий» Е. В. Берлин.

Стратегию развития Российского центра вакуумного машиностроения, базирующуюся на перевооружении производства, представил Е. Н. Капустин, который кроме этого ответил на все острые вопросы, заданные слушателями и потребителями их продукции. ОАО «Вакууммаш» активно развивает отношения и стратегическое партнёрство с компанией «Oerlikon Leybold Vacuum» (Германия), представитель которой сделал обширный доклад о выпускаемой ими продукции и решаемых научных и исследовательских задачах.

Создание нового оборудования включает в себя решение научной задачи формирования многокомпонентных материалов сложного состава за один технологический цикл. Автоматизированная установка «МВТУ-МАГНА 3М» ОАО «НИИ точного машиностроения» позволяет наносить тонкие пленки различных металлов на подложки методом плазменного напыления в разряде плазмы за один вакуумный цикл, что обеспечивает повышение производительности и достаточно высокую прочность сцепления между основой и адгезионным слоем, а также между отдельными слоями покрытия.

Новое поколение вакуумных технологических комплексов с возможностью использования различного типа плазменных испарителей было представлено докладчиками из ООО «Лаборатория вакуумных технологий» (Е. В. Берлин, В. Ю. Григорьев) и ГНЦ ОАО НПО «ЦНИИТМАШ» (А. В. Даньков).

Вопросы практического использования вакуумного технологического оборудования, предназначенного для получения тонких пленок и покрытий сложного состава, нашли свое широкое отражение в докладах крупных специалистов, известных как в нашей стране, так и за рубежом: д.т.н. С. А. Кукушкин (ИПМаш РАН); д.т.н., лауреат государственной премии РФ в области науки и техники В. Г. Кузнецов (ИПМаш РАН); д.т.н. В. В. Лучинин (СПбГЭТУ «ЛЭТИ»); д.т.н. В. П. Афанасьев (СПбГЭТУ «ЛЭТИ»); д.т.н. А. А. Лозован («МАТИ» – РГТУ им. К.Э. Циолковского); д.т.н. Л. М. Петров (ОАО «Национальный институт авиационных технологий»); д.т.н. А. М. Борисов («МАТИ – РГТУ им. К.Э. Циолковского»); д.т.н. С. Ю. Удовиченко (Тюменский государственный университет).

В работе конференции принимал активное участие ведущий специалист в области вакуумной и плазменной электроники д.т.н., лауреат государственной премии РФ в области науки и техники Ю. А. Быстров (СПбГЭТУ «ЛЭТИ»).

Вопросы роста тонких пленок и наноструктур и включения всех операций в технологический кластер гибкой печатной электроники и фотоники были отражены в докладе В. В. Лучинина.

Оригинальные исследования в области термодинамики и кинетики фазовых переходов первого рода в многокомпонентных системах представил в своем докладе С. А. Кукушкин, изложив новый, оригинальный подход к описанию фазовых переходов первого рода в многокомпонентных и многофазных системах, позволяющий с единых позиций описать все стадии фазовых превращений в различных системах

Доклад о пленках аморфного гидрогенизированного кремния, нашедшего широкое применение в тонкопленочных солнечных модулях большой площади, получаемых на дешевых стеклянных и полимерных подложках представил В. П. Афанасьев, показав, что для эффективной работы такого модуля первостепенную роль играют свойства собственного аморфного *i*-слоя.

Вопросы оптимизации процессов роста тонких пленок при термическом вакуумном напылении компьютерным методом, рассмотрел Чу Чонг Шы (СПбГЭТУ «ЛЭТИ» Россия, Вьетнам).

Особое внимание в докладах было уделено реализации дугового разряда в вакууме и возможностях его применения как для нанесения покрытий (А. А. Лозован, Л. М. Петров, И. Г. Варшавская, Н. М. Радциг, М. М. Хрущов), так и для решения специальных технологических задач (В. Г. Кузнецов).

Особенности магнетронных распылительных систем и принципов осаждения покрытий были отражены в докладах В. И. Шаповалова, А. Е. Комлева, В. Т. Барченко и О. Н. Асташенковой (СПбГЭТУ «ЛЭТИ»), А. С. Каменецких (Институт электрофизики УрО РАН).

На вопросах модифицирования поверхности остановились А. М. Борисов («МАТИ – РГТУ им. К.Э. Циолковского») и А. С. Кондратьева (СПбГПУ).

В докладах В. Ю. Григорьева (ООО «Лаборатория вакуумных технологий»), А. А. Уварова (СПбГПУ) и А. В. Серкова (СПбГЭТУ «ЛЭТИ») были представлены результаты моделирования и исследования процессов реактивного ионно-плазменного травления.

Исследованию свойств формируемых покрытий и особенностям применяемых методов были посвящены доклады В. К. Егорова «Диагнос-

тика планарных наноструктур ионопучковыми аналитическими методами»; Е. М. Лукьянченко «О достоинствах РФА в условиях полного внешнего отражения с использованием волновода-резонатора»; В. П. Пронина «Диагностика элементного состава тонких мультислойных сегнетоэлектрических структур с наноразмерным разрешением в РЭМ, в режиме регистрации отраженных электронов с селекцией по энергиям»; Э. М. Шпилевского (Институт тепло- и массообмена им. А. В. Лыкова, Минск, Беларусь; «Структура и физические свойства металл-фуллереновых тонких пленок»).

В работе конференции были отражены вопросы создания и применения вакуумных приборов, в частности, рентгеновских приборов и устройств д.т.н. Н. Н. Потрахов (СПбГЭТУ «ЛЭТИ»); д.т.н. А. Ю. Грязнов (СПбГЭТУ «ЛЭТИ»).

Все представленные результаты и разработки авторов соответствуют уровню мировых аналогов, а в ряде случаев обгоняют их по своим эксплуатационным характеристикам и технологическим возможностям. Большинство разработок защищено патентами на изобретения.

Все сообщения участников конференции вызвали научный и практический интерес у слушателей. В ходе общих дискуссий были озвучены вопросы, представлены комментарии и высказаны мнения. С удовлетворением следует отметить как высокий профессионализм докладчиков, так и высокую этику общения участников при обмене мнениями и ответами на вопросы.

В рамках конференции были проведены крутые столы, посвященные анализу заслушанных докладов и работе конференции, а также вопросам подготовки студентов и аспирантов. Было отмечено, что в настоящее время молодежь все большее внимание уделяет техническому образованию и после окончания обучения находит работу на предприятиях электронной промышленности.

В порядке подведения итогов участники конференции отметили, что многообразие и количество представленных докладов являются признаком постоянного технического развития отрасли и ответственности участников за судьбу и пути ее развития.

Участники конференции постановили:

«Для сохранения ее базовых элементов и дальнейшего развития в условиях всесторонней информатизации различных сторон инженерного образования необходимо:

1. Признать работу конференции успешной, решившей все поставленные задачи.

2. Сохранить формат данной Всероссийской научно-технической конференции с международ-

ным участием, проводимой в Санкт-Петербурге, остающимся одним из ведущих научных центров России (как по подготовке научных кадров, так и по разработке вакуумного оборудования, технологий, приборов и устройств).

3. Признать, что научно-техническая конференция по вакуумной технике является эффективным звеном, связывающим взаимодействие и интеграцию интеллектуальных усилий промышленных предприятий, образовательных и академических учреждений, находящихся в различных регионах России, ее ближнего и дальнего зарубежья.

4. Материалы конференции (77 статей) опубликованы в журнале «Вакуумная техника и технология» (2014. Т. 23, №1. 207 с.), решающего важные задачи профессионального сообщества и являющегося открытой трибуной обмена опытом в области вакуумной техники и смежных областей.

5. Считать целесообразным продолжить практику проведения конференции «Вакуумная техника и технология», обратив внимание на актуализацию тематики в плане отражения наиболее перспективных направлений:

– формирование тонких пленок и многослойных структур при низких температурах и давлениях;

– методы диагностики и контроля покрытий.

Участники конференции считают своим долгом выразить благодарность:

– руководству Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета «ЛЭТИ», оказавшему организационную поддержку в подготовке и проведении конференции;

– членам оргкомитета за большую работу по ее организации и пожелать им дальнейших творческих успехов.

Решение подготовлено рабочей группой по поручению участников конференции и оргкомитета и обсуждено на этапе закрытия конференции 19 июня 2014 года».

Конференция проводилась при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований в рамках проекта № 14-02-06027.

Литература

1. Вакуумная техника и технология // 2014. Т. 23. №1. 206 с.

Оргкомитет 21-ой Всероссийской научно-технической конференции с международным участием "Вакуумная техника и технология - 2014".

ВОЗМОЖНОСТИ ДОСТИЖЕНИЯ СВЕРХВЫСОКОГО ВАКУУМА В БЛИЖНЕЙ ОКРЕСТНОСТИ МКС

А. И. Иванов¹, Л. О. Незнамова¹, И. И. Хамиц²

¹ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт машиностроения»

²Ракетно-космическая корпорация «Энергия» им. С. П. Королева

В условиях орбитального полета при использовании защитного экрана, ориентированного перпендикулярно набегающему потоку остаточной атмосферы, в спутном следе последнего может быть создана рабочая зона с разрежением порядка 10^{-14} Торр. Сверхвысокий вакуум за экраном образуется за счет оттеснения молекул, атомов и ионов набегающего потока, имеющих среднюю тепловую скорость от 100 до 1000 м/сек значительно меньшую первой космической скорости и, следовательно, недостаточную для заполнения области аэродинамического следа за экраном. Столь высокий вакуум дает возможность реализации перспективной технологии получения многослойных полупроводниковых наноструктур (гетероструктур или сверхрешеток) — процесса молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) в особо чистых, недостижимых на Земле условиях. Получение сверхвысокого вакуума вблизи моноблочных орбитальных спутников не имеет принципиальных трудностей, однако для крупноразмерных космических станций необходимо выполнение дополнительных требований и условий, ограничивающих возможности достижения таких уровней разрежения в ближней окрестности станции. В статье выполнен анализ возможности получения и достижимых параметров сверхвысокого вакуума на МКС с использованием конического защитного экрана, позволяющего экранировать рабочую зону установки МЛЭ не только от набегающего потока, но и прямых потоков собственной внешней атмосферы станции (СВА).

К середине 1980-х годов XX века в мире началось промышленное освоение технологии получения многослойных наноструктур — молекулярно-лучевой эпитаксией, что потребовало создания промышленных установок сверхвысокого вакуума для получения остаточного давления на уровне 10^{-12} — 10^{-10} Торр. Такие установки не лишены ряда принципиальных недостатков. Основным из них является наличие стенок в вакуумной камере и ограниченная быстрота откачки через вакуумпроводы. В связи с возникновением так называемого «эффекта памяти» (осаждение на стенках камеры химических компонентов, использованных во время проведенного процесса МЛЭ, с их переносом в рабочий объем камеры в последующих процессах), в наземных установках не удается достичь нужных уровней чистоты атомных слоев получаемых гетероструктур. По этим же причинам в земных условиях практически недостижим уровень разрежения лучше, чем 10^{-10} Торр непосредственно во время проведения технологического процесса, протекающего с дополнительным газовыделением от нагретых элементов конструкции установки.

В свете сказанного возникла идея использовать сверхвысокий вакуум, получаемый на наиболее освоенных низких орбитах космического пространства, как технологическую среду для процесса МЛЭ [3].

Исследования околоземного пространства позволили определить атмосферное давление на различных высотах от поверхности Земли. В частности при высотах от 100 км до 2000 км атмосферное давление меняется от $2 \cdot 10^{-4}$ до 10^{-11} Торр, что соответствует концентрациям молекулярных и атомарных частиц от $4 \cdot 10^{17}$ до $2 \cdot 10^5 \text{ см}^{-3}$ [1].

Понятно, что по уровню разрежения, составу и концентрации газовых частиц верхней атмосферы для сверхвысоковакуумных технологий (при разрежении от 10^{-11} до 10^{-12} Торр) наиболее подходят условия полета на высотах от 2000 км и выше. Однако на низких околоземных орбитах высотой 200 — 400 км возможно искусственно создать зону сверхвысокого вакуума до 10^{-14} Торр, практически недостижимого в земных условиях. Такая зона образуется, если в область за кормовой частью движущегося по орбите КА поместить плоский защитный экран, ориентированный перпендикулярно набегающему потоку крайне разреженного воздуха верхних слоев атмосферы (рис. 1) [3]. Стабильная зона высокого вакуума в аэродинамическом следе за экраном образуется, когда парциальное давление потока собственного газовыделения от поверхности экрана в область следа также не превышает 10^{-14} Торр. При диаметре экрана около 3 м размеры зоны достаточны для размещения в ней опытно-промышленной установки молекулярно-лучевой эпитаксии [4].

При уровнях разрежения 10^{-10} до 10^{-14} Торр, длина свободного пути молекул и атомов остаточных газов достигает десятки и сотни километров и при использовании плоского защитного экрана обеспечивается бесконечная быстрота откачки, когда практически все остаточные газы будут безвозвратно удаляться в открытое космическое пространство.

В этом случае будут созданы наилучшие условия для реализации процесса МЛЭ с возможностью получать многослойные гетероэпитаксиальные структуры из большого числа компонентов, и поэтому использование сверхвысокого вакуума, полученного на низкоорбитальных космических аппаратах, может рассматриваться, как дополнение к наземным высоковакуумным технологиям для отдельных наиболее сложных материалов.

Перспективность этого направления работ в околоземном космическом пространстве определяется следующими преимуществами [4, 5]:

- * сверхвысокий вакуум ($10^{-14} \dots 10^{-12}$ Торр) и практически полное отсутствие кислорода и углеродосодержащих компонентов в технологической зоне за защитным экраном;

- * близкая к предельно возможной быстрота откачки примесных компонентов, создает уникальную возможность сверхбыстрой смены химического состава молекулярных пучков в зоне роста на поверхности подложки;

- * возможность сочетания в одной установке нескольких технологий получения пленок из молекулярных пучков и потоков с резко различающимися диапазонами рабочих давлений химических компонентов в зоне роста;

- * практически полное отсутствие стенок рабочей камеры и возможность существенного уменьшения общей поверхности элементов технологической оснастки в зоне эпитаксиального роста;

- * возможность значительного увеличения расстояния от подложки до источника молекулярного пучка; этот фактор является основным параметром, определяющим равномерность распределения слоев по площади подложек, и играет особую роль при увеличении их диаметра.

Результаты исследований могут использоваться в следующих областях: гетероструктурная СВЧ-электроника — СВЧ и высокоскоростные вычислительные системы на основе полупроводниковых соединений типа арсенид галлия, теллурид кадмия, фосфид индия и др.; радиационно-стойкие солнечные элементы с каскадным преобразованием и защитным покрытием от воздействия атомарного кислорода (космические аппараты (ФЭП солнечных батарей); фотоприемные матрицы — индивидуальные, мобильные и

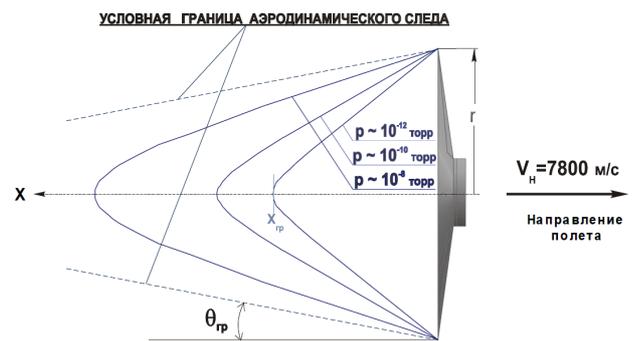


Рис. 1. Разрежение набегающего потока за поперечно обтекаемым экраном при полетах на низких орбитах в атмосфере Земли. $H = 350$ км ($r \sim 1,5$ м)

стационарные приборы ночного видения, полупроводниковые лазеры; оптоэлектронные приборы — устройства индикации, оптические датчики, оптическая связь и т. д.

С учетом открывающихся перспектив технология молекулярно-лучевой эпитаксии в космосе следует рассмотреть возможности достижения сверхвысокого вакуума вблизи крупноразмерных орбитальных КА и космических станций типа МКС, эксплуатируемых на низких околоземных орбитах высотой от 350 до 450 км и обладающих достаточными ресурсами для проведения процессов МЛЭ.

Создание зон сверхвысокого вакуума вблизи таких орбитальных комплексов, имеющих сложную конфигурацию расположения модулей, солнечных батарей и других элементов конструкции, в отличие от свободнолетающего ориентированного экрана или в составе моноблочных КА более затруднительно. Ситуация осложняется наличием реактивных двигателей для поддержания ориентации и коррекции орбиты, неполной герметичностью модулей комплекса, захватом набегающего потока на внешних поверхностях модулей и других элементов комплекса с последующим газовыделением с этих поверхностей в окружающее пространство. Все это создает собственную внешнюю атмосферу (СВА) вокруг орбитального комплекса, причем основная часть потоков вещества в ближайшей окрестности находится в той же координатной системе, что и сам орбитальный комплекс.

Проведенные ещё на орбитальном комплексе «Мир» исследования СВА подтвердили зависимость её параметров от конфигурации, длительности и условий эксплуатации станции (например, переходов «день-ночь»), наличия возмущающих факторов СВА (выбросов из систем жизнеобеспечения, проведения динамических

операций — стыковок космических кораблей, коррекции орбиты и т.п.) [2]. Так, фоновая остаточная плотность СВА комплекса «Мир» на начальном этапе эксплуатации соответствовала в среднем $4 \cdot 10^{-5}$ Торр, спустя 2 года эксплуатации — 10^{-7} Торр, а спустя 4 года достигла своего минимального значения от 10^{-8} до $5 \cdot 10^{-9}$ Торр. При стыковке транспортного корабля типа «Союз» наблюдалось кратковременное повышение давления СВА до 10^{-5} Торр. При проведении сложных динамических операций, связанных с разворотами орбитального комплекса, наблюдалось повышение фонового уровня давления приблизительно на порядок от фонового значения. Аналогичные уровни разрежения и их динамику по-видимому можно ожидать и в ближней окрестности МКС, однако значительно большие размеры станции по сравнению с ОС «Мир» вероятней всего приведут к некоторому ухудшению параметров вакуума вблизи МКС.

В этой связи использование плоского экрана, способного отсечь все потоки СВА и, одновременно, набегающий поток, для создания зоны сверхглубокого вакуума, возможно только в кильватерной зоне комплекса и на достаточном удалении. Принципиально такая задача реализуема, однако, в случае МКС служебный модуль, находящийся в кильватере станции, имеет стыковочное устройство для причаливания кораблей «Союз» и «Прогресс» и наличие в этой области защитного экрана диаметром около 3-х метров может затруднить сближение кораблей и станции. Кроме того, при этой операции возможны значительные загрязнения поверхности экрана от газовых струй реактивных двигателей кораблей, и весьма вероятно, что потребуются выполнение периодического термического обезгаживания поверхности экрана нагревом до $300 \dots 400^\circ\text{C}$, что

практически невозможно для большой конструкции. Еще одним из недостатков такого решения является необходимость использования разворачиваемой конструкции защитного экрана большого диаметра, который при этом должен сохранять свою сплошность.

Таким образом, размещение плоского защитного экрана в кильватерной зоне МКС, приводит к существенным техническим проблемам. В этой связи представляет интерес рассмотреть вариант использования в качестве защитного экрана усеченного конуса с закрытым нижним основанием, пожертвовав одним из преимуществ плоского экрана, а именно бесконечной скоростью откачки [6]. При этом, исходя из опыта реализации технологии МЛЭ в наземных условиях, уровень вакуума $10^{-11} \dots 10^{-10}$ Торр в рабочем объеме конического экрана будет вполне приемлемым для отработки оборудования и процесса МЛЭ в космосе, а скорость откачки конического экрана может существенно превосходить существующие наземные откачные системы.

Для оценки давления за коническим экраном рассмотрим изменение скорости откачки короткого конического вакуумпровода в зависимости от его геометрических параметров [7]. Как известно, проводимость через отверстия вакуумпроводов в молекулярном режиме G_0 не зависит от давления и по своей величине на единицу площади входного отверстия F_0 совпадает с объемом V_0 , занимаемым потоком газа, падающим за единицу времени на единичную площадь и определяется формулой:

$$G_0 = V_0 F_0 = 3.64(T / M)_{0.5} F_0,$$

где M — молекулярная масса откачиваемого газа; F_0 и T — площадь и температура в сечении меньшего основания конуса.

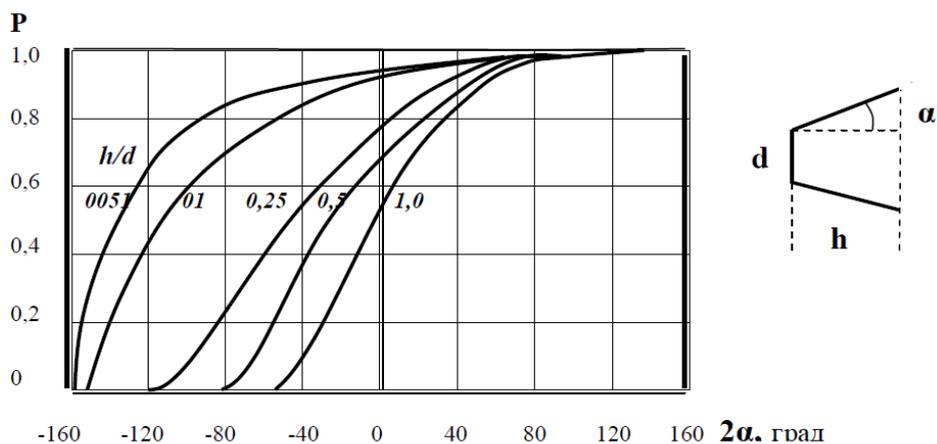


Рис. 2. Коэффициент проводимости короткого конического трубопровода в зависимости от угла раскрытия конуса 2α для различных отношений h/d

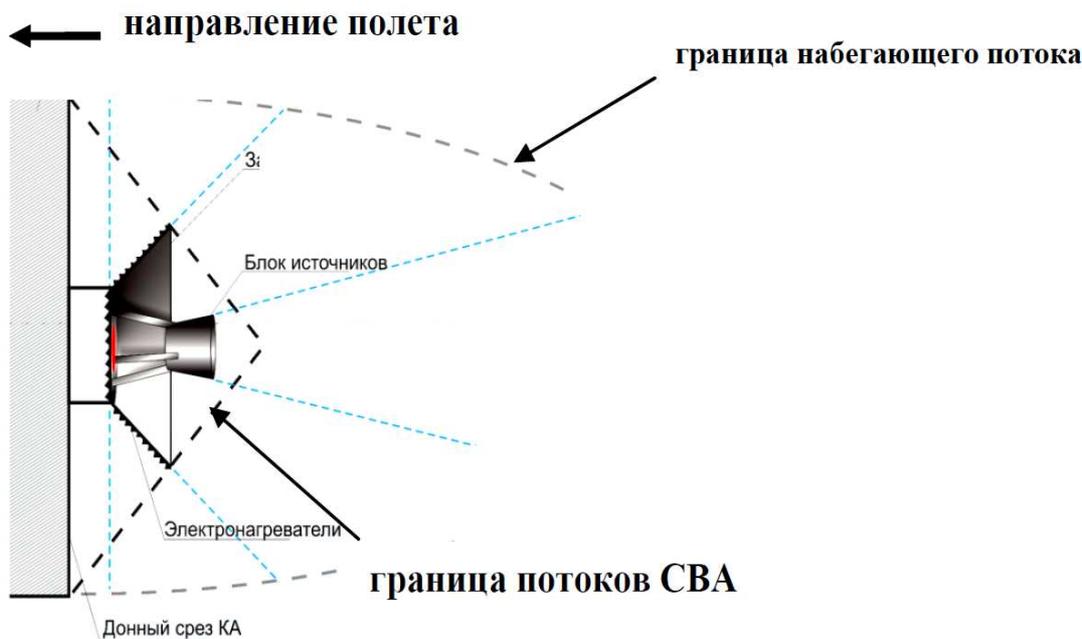


Рис. 3. Размещение конического экрана в кильватерной зоне КА [6]

Выходной поток определяется безразмерным коэффициентом проводимости P , который зависит от геометрических параметров вакуумпровода. Для конической формы такими параметрами являются угол раскрытия конуса и отношение высоты усеченного конуса h к диаметру меньшего основания d . Зависимость коэффициента проводимости короткого конического трубопровода от угла раскрытия конуса 2α для различных отношений, рассчитанная для случая чисто диффузионного отражения потоков вещества от стенок конуса, показана на рис. 2.

В частности можно заметить, что если $h/d=1$, то для углов раскрытия конуса $+40^\circ - P \sim 0.8$; $+80^\circ - P \sim 0.98$; $+100^\circ - P \sim 0.99$. Таким образом, для положительных углов раскрытия конуса проводимость конического защитного экрана

$G_k = PG_0$ возрастает при увеличении 2α и диаметра меньшего, а соответственно, и большего основания конуса. Для углов раскрытия выше 80° P перестает зависеть от отношений и стремится к единице с увеличением угла раскрытия. Быстрота откачки при этом стремится к бесконечности. Из приведенных зависимостей следует, что при углах раскрытия выше 80° конструкция защитного экрана может обеспечивать непрерывную откачку порядка 99 % и выше потоков вещества от меньшего основания и внутренних стенок усеченного конуса. Иными словами, в равновесных условиях в коническом вакуумпроводе с углом раскрытия $\sim 80^\circ$ давление прямого потока в на-

правлении большего основания конуса на 2 порядка меньше давления обратного потока в направлении меньшего основания.

С другой стороны, необходимо учесть осредненные параметры СВА вблизи МКС, которые при отсутствии динамических операций составляют: остаточное давление $10^{-6} \dots 10^{-8}$ Торр; концентрация нейтральных частиц $3 \cdot 10^{10} - 3 \cdot 10^8 \text{ см}^{-3}$; тепловая скорость движения нейтральных частиц $10^2 - 10^3 \text{ м/с}$; длина свободного пути нейтральных частиц $50 - 5000 \text{ м}$; количество столкновений частиц в 1 см^3 $6 \cdot 10^6 - 6 \cdot 10^4 \text{ сек}^{-1}$; плотность потока, вызванного столкновениями частиц $10^6 - 10^4 \text{ см}^2/\text{с}$.

При указанных параметрах, СВА представляет собой потоки разреженного вещества от внешних поверхностей станции в открытое космическое пространство с весьма малым количеством столкновений атомов и молекул между собой. Можно заметить, что плотность обратных потоков атомов, связанных со столкновением частиц соответствуют давлению от 10^{-10} Торр (при давлении СВА 10^{-6} Торр) до 10^{-12} Торр (при давлении СВА 10^{-8} Торр). Указанное обстоятельство определяет предельные значения давления в коническом защитном экране, которое не может быть меньше вышеуказанных значений плотности обратных потоков СВА.

Для защиты от СВА необходимо ориентировать конический защитный экран так, чтобы, дно и боковые стенки экрана исключали попадание атомов и молекул прямых потоков от поверхнос-

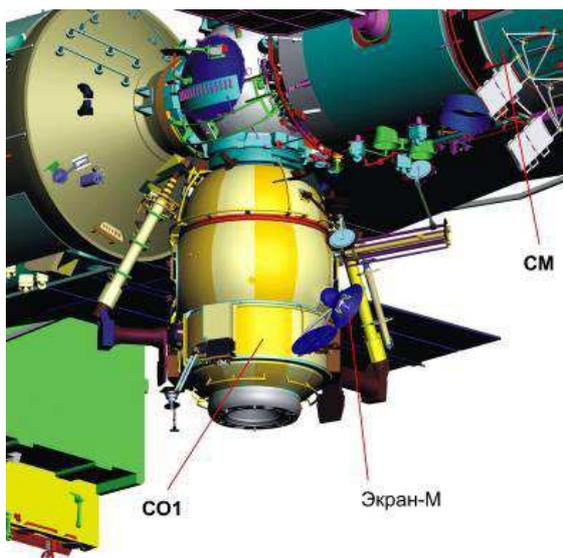


Рис. 4. Размещение и ориентация экрана на модуле «Пирс» РС МКС

ти МКС во внутренний объем конуса, а также одновременно и от набегающего потока (рис. 3). Легко видеть, что для выбора ориентации экрана наилучшим является решение, когда плоскость большего открытого основания конуса, продолженная во все стороны, не пересекает поверхностей и элементов конструкции МКС и, в то же время, внешняя сторона оболочки конуса направлена навстречу набегающему потоку. При этом давление внутри конического экрана будет определяться только потоками от внутренних поверхностей конуса и незначительной части обратных потоков со стороны СВА и набегающего потока, связанных со столкновениями атомов между собой.

Для показанной конфигурации донный срез КА выполняет также функции защитного экрана для экранирования набегающего потока.

При размещении защитного экрана на РС МКС выполнение требования ориентации экрана, полностью исключающее попадание прямых потоков СВА во внутреннюю рабочую зону экрана, возможно только вблизи донного среза служебного модуля МКС. На других модулях РС МКС выполнение этого требования практически невозможно. Как пример, на рис. 4 показано размещение и ориентация экрана на модуле «Пирс» РС МКС. На рис. 5 схематично показана конструкция конического защитного экрана с установкой МЛЭ, смонтированной во внутренней рабочей зоне экрана, и защитной крышкой, используемой при хранении и между сеансами технологических процессов. Модуль «Пирс», как и в случае, показанном на рис.3, экранирует набегающий поток. Диаметр



Рис. 5. Конструкция конического экрана с установкой МЛЭ

большого основания экрана 700 мм, меньшего — 200 мм, угол раскрытия конуса 80°.

На рис. 6 показано поле зрения на конструкции МКС из внутренней области усеченного конического экрана, размещенного на модуле «Пирс». При этом малый круг на рисунке соответствует донному срезу конуса, большой круг определяется углом раскрытия конуса, в данном случае равному 80 град. Попадание элементов конструкции внутрь большого круга означает, что на часть внутренних боковых стенок экрана будут воздействовать прямые потоки СВА от этих элементов. Соответственно для малого круга это будет означать попадание прямых потоков СВА на часть донного среза экрана.

Для показанного случая видно, что примерно на половину площади внутренних стенок конуса (рис. 6) попадают прямые потоки СВА от солнечных батарей (СБ) американского сегмента (АС), служебного и многоцелевого лабораторного модулей. Кроме того, даже на малое закрытое основание конуса частично попадают потоки от СБ АС. В свете изложенного, вариант размещения экрана на модуле «Пирс» не является вполне подходящим в плане обеспечения требуемых условий вакуумирования поскольку часть прямых потоков СВА будет попадать в рабочую зону установки МЛЭ.

Лучшие условия будут обеспечиваться при размещении экрана на Служебном модуле (СМ) (рис. 7). Однако и в этом случае полностью исключить воздействие прямых потоков СВА от зон ометания солнечных батарей (СБ) американского

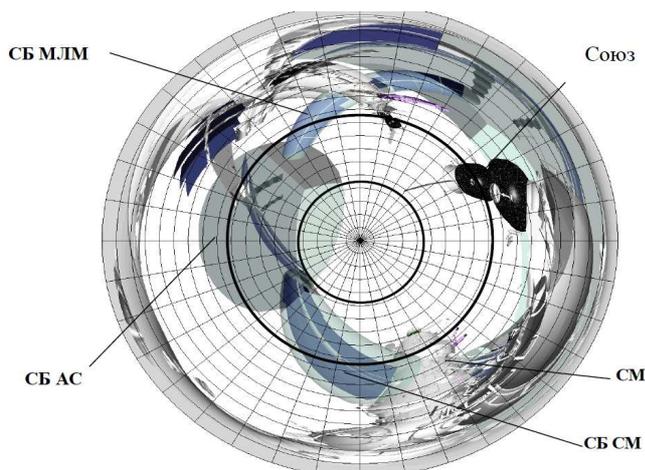


Рис. 6. Поле зрения при размещении экрана на модуле «Пирс» (цена одного деления 10°)

сегмента (АС) на внутренние стенки конического экрана не удастся (рис. 8).

Тем не менее, возможно минимизировать воздействие прямых потоков СВА от СБ американского сегмента выбором времени проведения процесса МЛЭ, когда батареи повернуты в сторону от продолженной плоскости большего основания конуса.

Оценка степени влияния адсорбции потоков СВА на внутренние поверхности оболочки конуса и десорбции атомов и молекул с этих поверхностей в рабочую зону установки МЛЭ внутри конуса, сделанная из предположения диффузного характера отражения атомов и молекул от внутренних стенок конуса, показывает, что часть их будет попадать в рабочую зону внутри конуса. Однако, в соответствии с вышеприведенными расчетами для коротких конических вакуумпро-

водов (рис. 2), порядка 99 % атомов и молекул будет покидать пределы внутреннего объема конуса. В случае, если прямые потоки вещества попадают только на края внутренних стенок конусного экрана, близкие к большему основанию конуса, можно ожидать, что давление потока вещества в рабочей зоне установки МЛЭ, направленного в сторону малого основания конуса будет примерно на два порядка ниже, чем давление потоков СВА вне этой зоны, т. е. до 10^{-10} Торр. Указанный уровень разрежения соизмерим с параметрами вакуума в наземных установках, и, в сочетании с весьма высокой быстротой откачки через короткий конический вакуумпровод, является более чем приемлемым для проведения процесса МЛЭ в космосе.

Для достижения предельных уровней вакуумирования в рабочей зоне установки МЛЭ до 10^{-11} Торр необходимо полностью исключить возможность попадания прямых потоков СВА на внутренние поверхности конического экрана, а сам экран размещать в зонах с давлением СВА близких к уровню 10^{-8} Торр. Как это видно на показанных рис. 7 и 8, при смещении места установки экрана в сторону стыковочного узла СМ вполне возможно добиться практически полного отсутствия прямых потоков СВА внутрь конического экрана. Кроме того, целесообразно обеспечить возможность предварительного прогрева экрана электронагревателями и солнечным излучением для дополнительной очистки его поверхности перед проведением процесса МЛЭ [6].

Таким образом, несмотря на сложную конфигурацию МКС, возможно выбрать место размещения и ориентацию конического защитного экрана, позволяющие реализовать процесс МЛЭ в космосе. Однако, для организации опытно-промышленного производства полупроводниковых

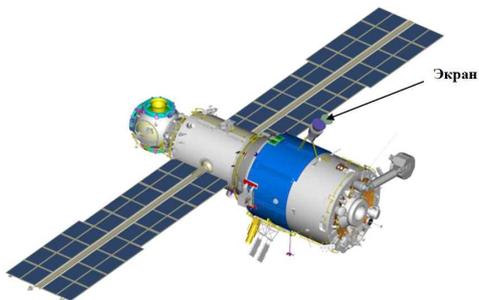


Рис. 7. Размещение и ориентация экрана на служебном модуле

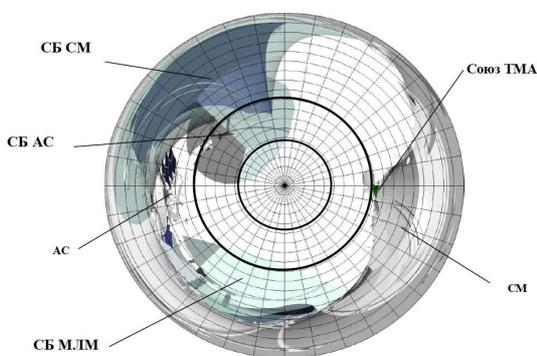


Рис. 8. Поле зрения при размещении экрана на служебном модуле (цена одного деления 10°)

наноструктур потребуется создание специализированного КА, который сможет эксплуатироваться на орбите в режиме периодического чередования циклов автономного полета на собственной рабочей орбите с циклами возвращения к МКС для обслуживания космонавтами [8].

Литература

1. Нусинов М. Д. Воздействие и моделирование космического вакуума — М.: Машиностроение, 1982.
2. Исследование плотности и состава верхней атмосферы / В. Д. Котенев, Л. О. Незнамова, В. П. Пылев и др. // Вакуумная техника и технология. 2009. Т.19. №3. С.123 — 132.
3. Melfi L. T., Outlaw R. A., Hueser J. E., Brock F. J. // J Vac Sci Technol. 1976; 13:698

4. Перспективы реализации вакуумных технологий в условиях орбитального полета / В. И. Бержатый, Л. Л. Зворыкин, А. И. Иванов и др. // Автоматическая сварка. 1999. №10 (559). С. 108 — 116.

5. Полупроводниковые вакуумные технологии в космическом пространстве: история, состояние, перспективы / О. П. Пчеляков, В. В. Блинов, А. И. Никифоров и др. / Поверхность, рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2004. №6. С. 67 — 74.

6. Патент РФ RU 2196087. Устройство для получения сверхглубокого вакуума в космосе / А. И. Иванов, А. В. Калмыков, Д. В. Сибирцев и др. 2001.

7. Саксаганский Г. А. Молекулярные потоки в сложных вакуумных структурах. — М.: Атомиздат, 1980.

8. Вакуумные лаборатории на околоземной орбите / К. С. Ёлкин, А. И. Иванов, В. И. Миронов и др. // Интеграл. № 6 (62). 2011. С. 4 — 7.

ИЗМЕНЕНИЕ СПЕКТРАЛЬНОГО КОЭФФИЦИЕНТА ПРОПУСКАНИЯ ПЛЕНКИ ОКСИДА ВОЛЬФРАМА ПРИ ИНЖЕКЦИИ ЗАРЯДА

П. Б. Байков, В. В. Карзин, А. А. Комлев, А. Е. Комлев, А. А. Морозова, В. И. Шаповалов

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ»,
197376, Российская Федерация, Санкт-Петербург, ул. Проф. Попова, д. 5,
vishapovalov@mail.ru

Методом реактивного магнетронного распыления на постоянном токе в среде $\text{Ar} + \text{O}_2$ получены пленки оксида вольфрама. Исследовано влияние двойной инъекции электронов и протонов на оптические спектры пропускания образцов. Выявлены особенности изменения показателей преломления и поглощения пленок.

В мире ведутся обширные исследования пленок оксида вольфрама (WO_3). Возможность управлять их оптической плотностью путем инъекции или экстракции ионов малого размера (H^+ , Li^+ , K^+) [1] позволила создать: «умные» энергетически эффективные стекла, изменяющие прозрачность при воздействии электрического поля [2], [3]; неэмиссионные индикаторные устройства [4]; зеркала с управляемым коэффициентом отражения [5], в частности, антибликовые автомобильные зеркала заднего вида [6]. Изучается применение пленок WO_3 в технике резистивной энергонезависимой памяти с произвольным доступом [7], в качестве оптических модуляторов [8] и других устройств.

Изменение оптической плотности при инъекции связано с появлением в пленке центров окраски [9] и происходит в результате межвалентного переноса электронов. Пленка окрашивается в синий цвет, поэтому эффект назван электрохромизмом. Оптический спектр поглощения пленок WO_3 в окрашенном состоянии содержит полосу поглощения в ближнем ИК диапазоне, которая существенно изменяет их спектр пропускания. При экстракции зарядов пленки обесцвечиваются и их спектры восстанавливаются [10]. До сих пор остается невыясненным вопрос об изменении оптических констант пленки при окрашивании.

В данной работе исследован электрохромизм пленок оксида вольфрама с целью выявления особенностей изменения их показателей преломления и поглощения.

Для проведения экспериментов были изготовлены образцы, в которых пленки WO_3 осаждены на кварцевое стекло (SiO_2) с предварительно нанесенным проводящим слоем In-Sn-O (ITO) толщиной 50 нм. Осаждение выполнено методом реактивного магнетронного распыления на постоянном токе в

среде $\text{Ar} + \text{O}_2$. Вакуумная камера объемом $8 \times 10^{-3} \text{ м}^3$ оснащена плоским магнетроном с мишенью диаметром 60 мм из вольфрама. Была изготовлена партия образцов $\text{WO}_3/\text{ITO}/\text{SiO}_2$. Пленки имели толщину 460 нм, которая вычислена по оптическому спектру пропускания образцов [11].

Исследования выполнены в электрохромном устройстве (ЭХУ), в котором роль нижнего электрода выполняла пленка ITO. Источником ионов и ионным проводником в ЭХУ служила капля раствора $1 \text{ M H}_2\text{SO}_4$. Противоелектрод был изготовлен из графита. Для измерения спектров пропускания образцов в диапазоне 400 – 1000 нм использован спектрометр ISM3600 (разработка СПбГЭТУ «ЛЭТИ»), имеющий спектральное разрешение не более 2.0 нм и абсолютную ошибку измерения длины волны не более ± 0.5 нм. Источником излучения служила галогеновая лампа.

Как было отмечено выше, после экстракции зарядов пленка возвращается в исходное состояние, которая она имела после осаждения. Поэтому далее в подстрочном обозначении различных величин для этого состояния будем использовать индекс «b» (bleached – обесцвеченный). Для окрашенных (colored) пленок используем индекс «с».

На рис. 1 для примера приведены экспериментальные спектры одного из образцов, измеренные после инъекции в пленку определенного заряда. Результаты получились типичными для изучаемого эффекта и неоднократно опубликованы в статьях разных авторов [1]. Из рис. 1 видно, что при увеличении инжантированного заряда в спектрах наблюдаются возрастающие изменения.

Качественно в спектрах на рис. 1 можно отметить две особенности. Одна из них и составляет суть электрохромизма, при котором существенно уменьшается коэффициент пропускания пленок в красной области и ближнем ИК диапа-

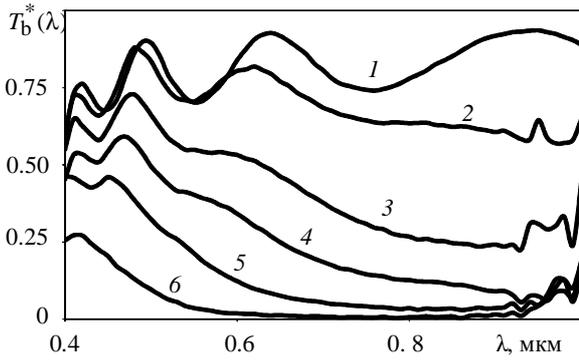


Рис. 1. Экспериментальные спектры образца $WO_3/ITO/SiO_2$. Плотность инжектированного заряда Q_{inj} (мКлС/см²): 1- 0; 2- 6.2; 3-19.4; 4 - 23.6; 5 - 48.6; 6 - 89.2

зоне, поэтому пленка окрашивается в синий цвет. Другая состоит в том, что спектры незначительно сдвигаются в коротковолновую область. Для более детального изучения этих результатов обратимся к элементам теории взаимодействия электромагнитной волны с образцом «пленка-подложка» [11], [12].

Аналитическая форма спектрального коэффициента пропускания образца имеет вид

$$T(\lambda) = \frac{K}{L + M \cos \beta}, \quad (1)$$

где K , L и M – параметры, определенные в виде

$$\begin{aligned} K &= 16n_{fb}^2 n_2^2, \quad L = a \operatorname{ch} \alpha + b \operatorname{sh} \alpha, \\ a &= (1 + n_{fb}^2)(n_{fb}^2 + n_2^2)(n_2^2 + 1) + 8n_{fb}^2 n_2^2, \\ b &= 2n_{fb}[1(n_{fb}^2 + n_2^2)(n_2^2 + 1) + 2n_2^2(1 + n_{fb}^2)], \\ M &= (1 - n_{fb}^2)(n_{fb}^2 - n_2^2)(n_2^2 + 1), \\ \alpha &= \frac{4\pi k_{fb}}{\lambda} L_f, \quad \beta = \frac{4\pi n_{fb}}{\lambda} L_f, \end{aligned} \quad (2)$$

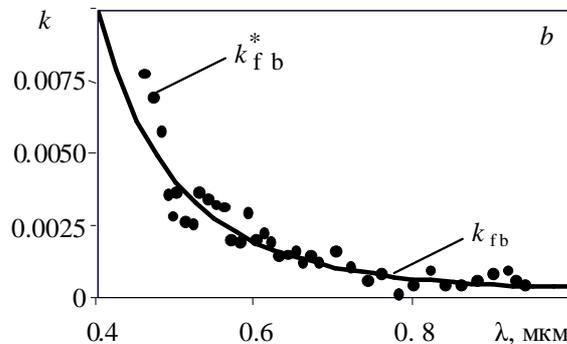
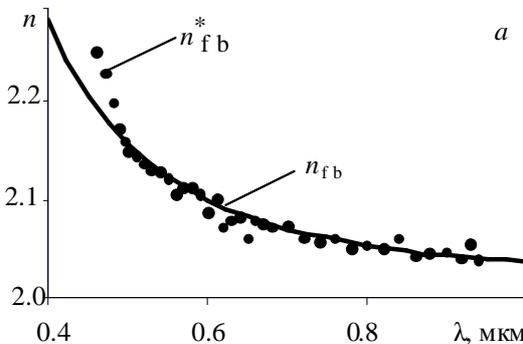


Рис. 2. Дисперсия показателей преломления (а) и поглощения (б) пленки WO_3 после осаждения (точки - результаты вычислений по экспериментальным спектру, сплошные линии - аппроксимация с помощью МНК)

где n_2 – показатель преломления подложки; n_{fb} и k_{fb} – действительный показатель преломления и показатель поглощения пленки, соответственно, зависящие от λ , т.е. обладающие дисперсией; L_f – толщина пленки. Выражения (1) и (2) справедливы для образца, находящегося в воздушной среде.

При заданных оптических параметрах пленки и подложки с помощью (1) и (2) можно построить аналитический спектр коэффициента пропускания образца $T_b(\lambda)$. С другой стороны выражения (1) и (2) дают возможность определить по экспериментальному спектру $T_b^*(\lambda)$ дисперсию результирующего показателя преломления плёнки, который в общем случае является комплексным:

$$\tilde{n}_{fb}(\lambda) = n_{fb}(\lambda) - ik_{fb}(\lambda), \quad (3)$$

Компоненты результирующего показателя (3) $n_{fb}^*(\lambda_i)$ и $k_{fb}^*(\lambda_i)$, вычисленные по спектру $T_b^*(\lambda)$ в ряде точек $\lambda_i, i = 1, 2, \dots, N$, часто аппроксимируют нелинейными выражениями [12]:

$$n_{fb}(\lambda) = \frac{a_n}{\lambda^{b_n}} + n_{f0}, \quad (4)$$

$$k_{fb}(\lambda) = \frac{a_k}{\lambda^{b_k}} + k_{f0}, \quad (5)$$

где $a_n, b_n, n_{f0}, a_k, b_k, k_{f0}$ – параметры, которые вычисляют методом наименьших квадратов (МНК) по значениям $n_{fb}^*(\lambda_i)$ и $k_{fb}^*(\lambda_i), i = 1, 2, \dots, N$. Используем выражения (1) – (5) для анализа результатов эксперимента.

Для упрощения задачи допустим, что, во-первых, окрашенная пленка имеет только одну полосу поглощения, во-вторых, показатель преломления $n_{fb}(\lambda)$ при окрашивании сохраняется неизменным и описывается выражением (4).

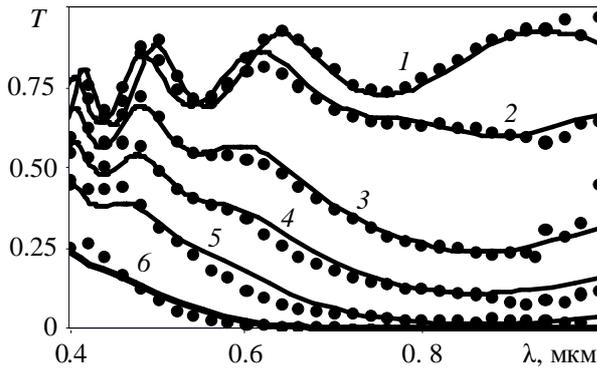


Рис. 3. Спектры образца $\text{WO}_3/\text{ITO}/\text{SiO}_2$ (точки - экспериментальные спектры $T_b^*(\lambda)$, сплошные линии $T_b^*(\lambda)$ построены по выражению (1)). Плотность инжектированного заряда Q_{inj} ($\text{мКл}/\text{см}^2$): 1 - 0; 2 - 6.2; 3 - 19.4; 4 - 23.6; 5 - 48.6; 6 - 89.2

Изменение показателя поглощения при окрашивании учтем аддитивно:

$$k_{fc}(\lambda) = k_{fb}(\lambda) + A_k \Delta_k(\lambda), \quad (6)$$

где $k_{fc}(\lambda)$ – дисперсия показателя поглощения окрашенной пленки; A_k – эмпирическая константа, описывающая степень изменения показателя поглощения; $\Delta_k(\lambda)$ – статистическое распределение, задающее уширение спектральной линии, возникшей в результате окрашивания. В данной работе в качестве $\Delta_k(\lambda)$ использовано распределение Лоренца, которое обычно применяют для описания теплового уширения спектральной линии [13]:

$$P(E) = \frac{\Gamma}{2\pi} \frac{1}{(E - E_0)^2 + \frac{\Gamma^2}{4}}, \quad (7)$$

где $P(E)$ – энергетический спектр квантово-механической системы; Γ – ширина распада; E_0 – энергия стационарного состояния.

Запишем выражение для $\Delta_k(\lambda)$, используя (7) и известное соотношение между энергией кванта E в электрон-вольтах и длиной волны λ в микрометрах ($E = 1.242/\lambda$):

$$\Delta_k(\lambda) = \frac{\Delta\lambda}{2.484\pi\lambda_0^2 \left[\left(\frac{1}{\lambda} - \frac{1}{\lambda_0} \right)^2 + \frac{\Delta\lambda^2}{4\lambda_0^4} \right]}, \quad (8)$$

где $\Delta\lambda$ – величина уширения спектральной линии; λ_0 – положение максимума полосы поглощения.

Таблица. Параметры окрашенной пленки

Q_{inj} , $\text{мКл}/\text{см}^2$	6.2	19.4	23.9	48.6	89.2
A_k , мкм^{-1}	0.05	0.23	0.45	0.75	1.5
$\Delta\lambda$, мкм	0.37	0.53	0.66	0.68	0.75
n_{f0}	2.02	1.94	1.88	1.75	1.50

Для определения изменения оптической константы $k_{fc}(\lambda)$ в виде (6) первоначально были установлены дисперсии оптических констант (4) и (5) обесцвеченной пленки. Вычисления выполнены по спектру пропускания $T_b^*(\lambda)$ (см. рис. 1, кривая 1). Значения компонентов $n_{fb}^*(\lambda_i)$ и $k_{fb}^*(\lambda_i)$ результирующего показателя (3) в ряде точек $i = 1, 2, \dots, N$, показаны на рис. 2 точками.

Аппроксимация экспериментальных точек, выполненная с помощью МНК, привела к следующим формулам:

$$n_{fb}(\lambda) = \frac{1.85 \cdot 10^{-2}}{\lambda^{2.91}} + 2.04, \quad (9)$$

$$k_{fb}(\lambda) = \frac{1.93 \cdot 10^{-4}}{\lambda^{4.3}} + 0.00021, \quad (10)$$

Сплошные линии на рис. 2,а и 2,б построены по выражениям (9) и (10), соответственно.

На рис. 3 сплошной линией при $Q_{inj} = 0$ показан спектр $T_b(\lambda)$, построенный по выражениям (1) и (2) с использованием (9) и (10). Следует отметить близость между экспериментальным $T_b^*(\lambda)$ и аналитическим $T_b(\lambda)$ спектрами, что свидетельствует о корректности проводимых вычислений.

Далее с помощью (6) с учетом (8) и (10) при $\lambda_0 = 910$ нм были подобраны такие значения A_k и

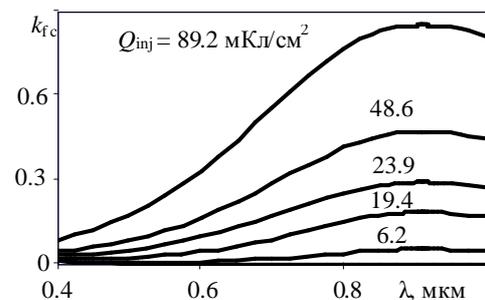


Рис. 4. Дисперсия показателя поглощения окрашенной пленки

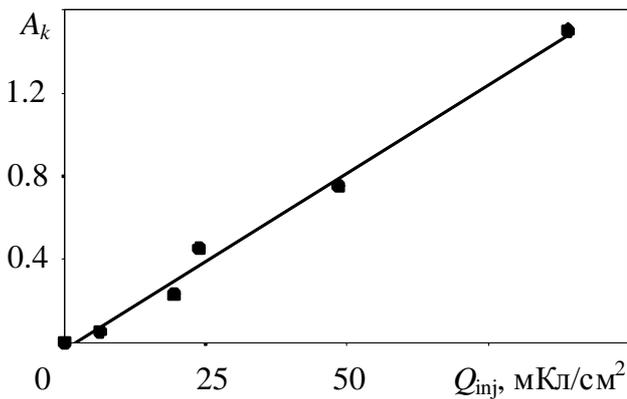


Рис. 5. Константа, описывающая степень изменения показателя поглощения пленки

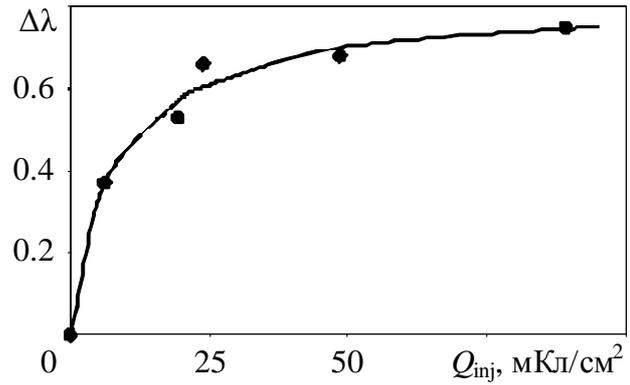


Рис. 6. Величина уширения спектральной линии

$\Delta\lambda$, которые позволили с помощью выражений (1), (2) и (9) построить аналитические спектры $T_c(\lambda)$, адекватные экспериментальным $T_c^*(\lambda)$ (см. рис. 3, спектры 2–6, сплошные линии и точки, соответственно). Результаты сведены в табл.

В ходе вычислений оказалось, что сдвиг спектров, отмеченный выше, требует изменения в выражении (9) и величины $n_{f0} = 2.04$. В последней строке табл. приведены эти изменения.

На рис. 4 отображены дисперсии показателя поглощения пленки в окрашенном состоянии, соответствующие спектрам на рис. 3. Кривые на рис 4 построены по формуле (6) с учетом (8) и (10).

Результаты расчетов из табл. представлены графически точками на рис. 5–7. С высокой степенью достоверности зависимости на рис. 5 и 7 описывают полиномы первого порядка (определено с помощью МНК):

$$A_k = 0.017Q_{inj} - 0.034, \quad (11)$$

$$n_{f0} = -0.0061Q_{inj} + 2.041, \quad (12)$$

Зависимость $\Delta\lambda = f(Q_{inj})$ на рис. 6 является нелинейной и имеет насыщение:

$$\Delta\lambda = 0.77(1 - \exp[-0.209Q_{inj}^{0.63}]), \quad (13)$$

Зависимости (11) – (13) показаны на рис. 5–7 сплошными линиями.

Таким образом, установлено, что в результате двойной инжекции зарядов оптические константы пленок оксида вольфрама претерпевают изменения. Увеличение показателя поглощения пропорционально величине инжектированного заряда Q_{inj} . Величина уширения спектральной линии $\Delta\lambda_k(\lambda)$, воз-

никшей в результате окрашивания, зависит от Q_{inj} нелинейно и имеет насыщение.

Исследования проводятся при поддержке РФФИ (грант 12-03-00731-а).

Summary

Tungsten oxide films were prepared by DC reactive magnetron sputtering in O_2/Ar atmosphere. Effect of proton-electron double injection on optical transmission spectra of samples was studied. Distinctive features of changes in film refractive and absorption index were revealed.

Литература

- Шаповалов В. И. Пленки оксида вольфрама: технология, свойства, применение. СПб. Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2014. 134 с.
- Approximation of the absorption coefficient of a film under chromogenic effect/Shapovalov V. I., Komlev A. E., Komlev A. A. et al. // Techn. Phys. Lett. 2014. V. 40, No. 6. P. 482–484
- Modeling of optical and energy performance of tungsten-oxide-based electrochromic windows including their intermediate states/S. Lim, J. Isidorsson, L. Sun et al. // Sol. Energy Mater. Sol. Cells 2013. V. 108. P. 129-135.

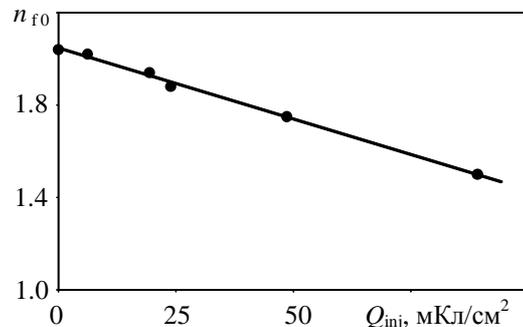


Рис. 7. Постоянная в выражении (9)

4. Flexible WO₃ based electrochromic displays using proton conducting solid electrolytes/*M. Vasilopoulou, A. Botsialas, P. M. Argitis et al.* // *Phys. Stat. Sol. C.* 2008. V. 5. P. 3868 – 3871.
5. Electrochromic switchable mirror glass fabricated using adhesive electrolyte layer/*K. Tajima, H. Hotta, Y. Yamada et al.*//*Appl. Phys. Lett.* 2012. V. 101. P. 251907 (3 p).
6. Energy-saving transparent heat mirrors based on tungsten oxide – gold WO₃/Au/WO₃ multilayer structures / *M. Al-Kuhaili, A. Al-Aswad, S. Durrani et al.* // *Solar Ener.* 2012. V. 86. P. 3183-3189.
7. Visualization of the conductive channel in a planar resistance switching device based on electrochromic materials/*D. S. Shang, L. Shi, J.-R. Sun et al.*//*J. Appl. Phys.* 2012. V. 111. P. 053504 (7 pages).
8. *Joraid, A. A.* Comparison of electrochromic amorphous and crystalline electron beam deposited WO₃ thin films/*A. A. Joraid*//*Appl. Phys.* 2009. V. 9. P. 73 – 79.
9. *Giannouli M., Leftheriotis G.* The effect of precursor aging on the morphology and electrochromic performance of electrodeposited tungsten oxide films // *Sol. Energy Mater. Sol. Cells.* 2011. V. 95. P. 1932 – 1939.
10. Tuning of crystal phase structure in hydrated WO₃ nanoparticles under wet chemical conditions and studies on their photochromic properties/*Songara S., Gupta V., Patra M.K. et al.*//*J. Phys. Chem. Solid.* 2012. V. 73. P. 851 – 857.
11. *Шаповалов В. И., Морозова А. А., Лапшин А. Е.* Определение оптических констант тонких диэлектрических пленок по спектральному коэффициенту пропускания // *Физика и химия стекла*, 2014. Т. 40, № 3. С. 447 – 453.
12. *Babybin A. A. Shapovalov V. I.* Substrate effect on the optical reflectance and trans-mittance of thin-film structures // *Inter. J. Opt.* 2010. V. 2010. Article ID 137572, 18 pages, doi:10.1155/2010/137572.
13. *Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М.* Квантовая механика (нерелятивистская теория). Издание 4-е. М.: Наука, 1989. 768 с.

ТЕХНОЛОГИЯ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО ОСАЖДЕНИЯ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ИХ СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА

В.Г. Кузнецов¹, В.П. Пониматкин², Т.А. Курбанов³, И.В. Смирнов⁴, А.В. Прокофьев⁵

¹ФГБУН Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург, Россия,

²ООО «ФАКТОРИЯ ЛС», Санкт-Петербург, Россия

³ООО «Магистраль Технологий», Санкт-Петербург, Россия

⁴ОАО «Радиевый институт им. В. Г. Хлопина», Санкт-Петербург, Россия

⁵ЦНИИ Робототехники и технической кибернетики, Санкт-Петербург, Россия

kvg-ipme@yandex.ru

Приводятся результаты исследований сорбционных свойств новых фильтрующих материалов, производство которых основано на использовании современных технологий. Показано, что хорошие перспективы в этом направлении связаны с плазменно-стимулированными углеродными материалами и композитными составами на их основе. Получение углеродных композиций основано на разложении углеводородов под действием плазмы вакуумно-дугового разряда.

Надежное обеспечение населения качественной питьевой водой является одной из приоритетных проблем современности, как в нашей стране, так и за рубежом. В нашей стране действует долгосрочная федеральная целевая программа (ФЦП) «Чистая вода на 2011-2017 годы». В современных условиях особую актуальность приобретают вопросы разработки современных фильтрующих материалов и технологий очистки питьевой воды от различных микропримесей, в том числе и от радионуклидов. В связи с тенденциями интенсификации использования воды подземных горизонтов в питьевом водоснабжении населения при одновременном увеличении загрязнения воды поверхностных источников проблемы снабжения населения качественной питьевой водой со временем будут только обостряться. Учитывая, что общее количество источников питьевого водоснабжения населения в нашей стране превышает 110 тыс., в перспективе потребуются меры по нормализации показателей радиационной безопасности больших объемов воды для питьевого водоснабжения населения. Проблема радиационной безопасности наиболее остро стоит в тех регионах, где питьевое водоснабжение населения осуществляется природной водой подземных горизонтов, для которой обычно характерно повышенное содержание отдельных природных радионуклидов (ПРН), которое определяет дозы облучения населения за счет потребления питьевой воды [1 – 6]. Кроме ²²²Rn для большей части подземных природных вод в нашей стране наиболее характерным является по-

вышенное содержание природного изотопа радия – ²²⁶Ra, реже – ²²⁸Ra, ²²⁴Ra, а в единичных случаях – ²¹⁰Pb, ²¹⁰Po [7]. Именно поэтому в большинстве случаев требования нормативных документов [8 – 10] по нормализации показателей радиационной безопасности питьевой воды сводятся к необходимости снижения содержания в ней природного радионуклида ²²⁶Ra. Присутствие техногенных радионуклидов в значимых концентрациях в источниках питьевой воды наблюдается в редких случаях на территориях, загрязненных в результате крупных радиационных аварий. За счет глобальных выпадений ¹³⁷Cs и ⁹⁰S могут присутствовать в следовых концентрациях в поверхностных источниках водоснабжения. Однако авария на японской АЭС «Фукусима-1» показала, что в таких ситуациях возможно загрязнение питьевой воды техногенными радионуклидами в значимых концентрациях.

Создание эффективных сорбирующих материалов широкого спектра действия с использованием доступного сырья представляется одним из наиболее перспективных путей решения проблемы очистки воды.

В настоящей работе исследованы сорбционные свойства принципиально новых сорбционных материалов комплексного типа, созданных с помощью новой технологии плазменно-стимулированного разложения углеводородов (например, ацетилена) под действием низкотемпературной плазмы, когда в зону осаждения поступает поток возбужденного и ионизированного низкотемпературной плазмой углеродосодержащего газа.

При этом в качестве низкотемпературной плазмы используется плазма вакуумно-дугового разряда, горящего в парах графитового катода.

Разработана технология получения фильтрационно-сорбционных материалов, условно названных ПСУМ и КАРБОВЕР. ПСУМ представляет собой углеродный порошок, а КАРБОВЕР – тот же состав ПСУМ, нанесенный на вермикюлит. Суть плазменной стимуляции процесса осаждения сорбционного материала из газовой фазы состоит в том, что плазма создает на поверхности подложки условия, эквивалентные очень высокой температуре, а также ускоряет процессы химического взаимодействия компонентов газовой смеси на поверхности подложки. Это позволяет устранить основные недостатки традиционного газофазного метода – снизить температуру осаждения, понизить энергоемкость процесса, снизить расход газа, повысить скорости осаждения, снизить себестоимость покрытий. Элементарные стадии процесса – образование зародышей на поверхности и их рост. В процессе роста атомы углерода из газовой фазы взаимодействуют с углеродом зародышей, образуя плотную массу. В силу высокой «энергетики» процесса плазменной стимуляции удается получать соединения из не взаимодействующих в нормальных условиях газовых компонентов.

Структура сорбента зависит от природы углеводорода. Следует отметить, например, существенное различие процесса образования сорбента из метана и ацетилена. Для метана энергия активации образования зародышей (317,2 кДж/моль) значительно больше энергии активации роста кристаллитов (226,8 кДж/моль), в результате чего средние размеры кристаллитов с повышением температуры быстро уменьшаются. Для ацетилена эти энергии (143,4 и 132,6 кДж/моль) незначительно различаются, что соответствует

малой зависимости средних размеров кристаллитов от температуры.

Зависимость среднего размера кристаллита для метана и ацетилена в интервале температур 600 – 1300 °С выражается формулами (1) и (2) соответственно:

$$L_a = 7,7 \cdot 10^{-8} \exp(45200/RT), \quad (1)$$

$$L_a = 29 \cdot 10^{-8} \exp(5450/RT), \quad (2)$$

где L_a – средний размер кристаллита, см; T – температура, К; R – универсальная газовая постоянная – 8,31 Дж/(моль·К).

Для формирования сорбционного материала ПСУМ в качестве углеродосодержащего газа использовался ацетилен.

Специфика графита такова, что конденсат, в зависимости от условий его получения, может различаться по структуре и свойствам. При термической обработке в графите происходит увеличение расстояния между слоями.

Электронно-микроскопические исследования конденсата (ПСУМ) позволили установить, что материал представляет собой смесь нанотрубок, графита и пироуглерода.

На рис. 1 представлена фотография микроструктуры нанотрубок (×90000), полученная на просвечивающем электронном микроскопе JEM-100CX, и соответствующая им микродифракционная электронограмма, снятая с нескольких нанотрубок, поэтому кольцо (002) представлено в виде дужек. Отсюда межслоевое расстояние нанотрубок $d_{002} = 0,3354$ нм, что соответствует кристаллическому графиту. Диаметр нанотрубок находился в пределах от 10 нм до 100 нм. Кроме того, на рис. 1 помимо нанотрубок видны отдельные полиэдрические частицы размером 70 нм и меньше.



Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение нанотрубки (JEM-100CX)



Рис. 2. Фотография микроструктуры полиэдрических частиц (JEM-100CX)



Рис. 3. Электронно-микроскопическое изображение пироуглерода (JEM-100CX)

На рис. 2 представлена фотография микроструктуры полиэдрических микродисперсных частиц (x90000) и соответствующая им микродифракционная электронограмма. Межслоевое расстояние полиэдрических частиц $d_{002} = 0,344...0,346$ нм. Диаметр частиц лежит в пределах от 10 до 40 нм.

Количественные оценки показали, что в общем объеме исследуемого материала содержится приблизительно 20 % нанотрубок, остальное — мелкодисперсные полиэдрические частицы углерода с турбостратной структурой.

На рис. 3. представлена фотография структуры частицы (x18000) и микродифракционная

электронограмма, снятая с более светлой частицы в середине фото. Материал представляет собой частицы и агрегаты частиц диаметром от 0,1 мкм до 2,0 мкм. Межслоевое расстояние у снятой частицы $d_{002} = 0,346$ нм, что может соответствовать структуре пироуглерода, обнаруженного и на сканирующем электронном микроскопе.

На рис. 4 представлено электронно-микроскопическое изображение структуры вермикулита (сверху слева — изображение области вермикулита без покрытия, внизу — спектр по элементам, сверху справа — атомарное и весовое распределение элементов).

На рис. 5 представлено электронно-микроскопическое изображение области вермикулита с углеродным покрытием (сверху слева), внизу — спектр по элементам, сверху справа — атомарное и весовое распределение элементов.

Анализ изображений вермикулита до и после нанесения покрытия показал, что покрытие наносится равномерно, причем поверхность композиции становится более развитой. Элементный анализ покрытия подтверждает, что оно состоит из углерода, соответствующего составу ПСУМ. Никаких новых элементов по сравнению с исходным образцом, кроме углерода, не обнаружено.

Для экспериментальных исследований сорбционных свойств фильтрующих материалов разработана модель фильтрующей установки, в которой в качестве корпуса для загрузки фильтрующего состав используется вертикальная стек-

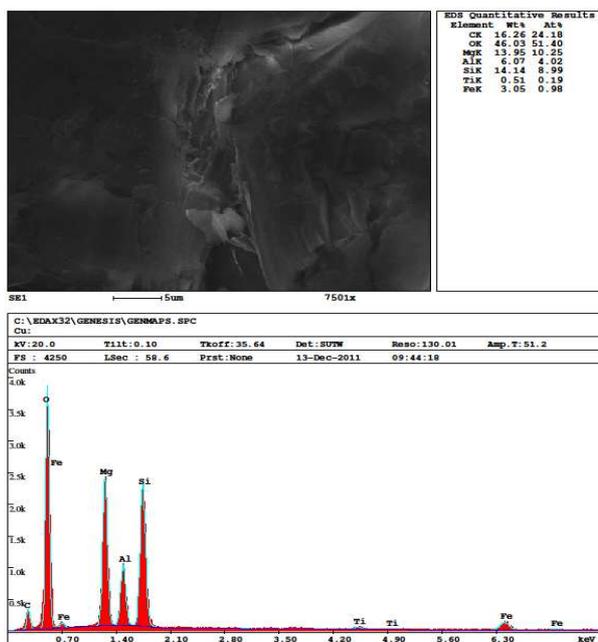


Рис. 4. Электронно-микроскопическое изображение структуры вермикулита

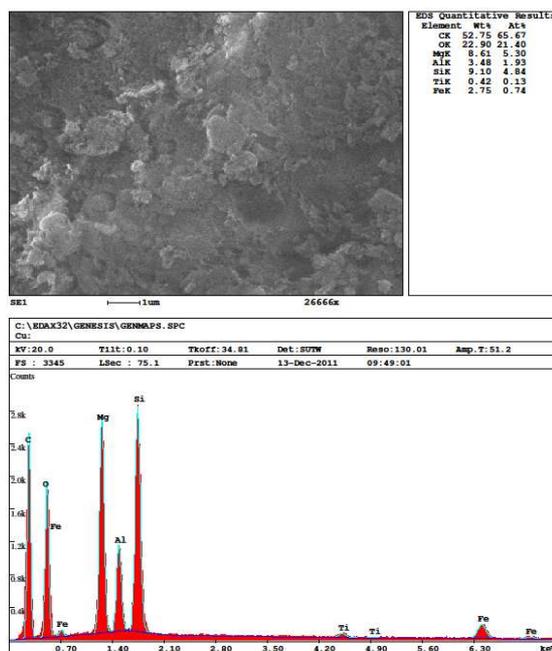


Рис. 5. Электронно-микроскопическое изображение области вермикулита с углеродным (ПСУМ) покрытием

лянная колонка объемом около 0,2 дм³. В качестве модельной жидкости использовалась дистиллированная или природная вода из артезианских скважин с различным содержанием природных радионуклидов. Модельная жидкость подается в колонку снизу вверх, а скорость ее фильтрации регулируется краниками и изменением по высоте взаимного положения емкости с модельной жидкостью и фильтрующей установки.

Важнейшими характеристиками фильтрующих материалов, используемых в системах водоподготовки, являются их сорбционная активность и емкость, а также прочность сорбционных связей. Величина сорбционной активности определяет эффективность осаждения радионуклидов при фильтрации воды, а ее емкость — максимальную активность, которая может быть осаждена в единице массы или объема фильтрующего материала. Прочность сорбционных связей важна в плане технологии очистки воды: если она высока, то фильтрующий материал может использоваться однократно. При слабых связях осевших радионуклидов материал можно промыть чистой водой, и он может использоваться для осаждения радионуклидов повторно.

Сорбционная активность фильтрующих материалов определялась как отношение удельной активности радионуклида в исходной модельной жидкости до ее фильтрации и в отфильтрованной среде после фильтрации заданного объема жидкости. Сорбционная емкость материалов определялась как максимальная активность радионуклида, которая может быть адсорбирована зернами фильтрующего материала. Определение сорбционной емкости фильтрующей загрузки по отношению к выбранным ПРН проводилось при дополнительном условии, чтобы эффективная удельная активность ПРН в фильтрующем материале не превышала 1500 Бк/кг. Смысл этого условия заключается в том, чтобы в процессе очистки воды не происходило образование производственных отходов с повышенным содержанием ПРН, обращение с которыми требует определен-

ной регламентации по обеспечению радиационной безопасности населения.

Оценка прочности сорбционных связей проводилась по результатам выноса радионуклидов при обратной фильтрации дистиллированной воды через насыщенный фильтрующий материал.

Поскольку сорбционные свойства фильтрующих материалов определяются, кроме прочего, условиями (температура процесса фильтрации и перепад давления жидкости на входе и выходе из колонки) и режимом фильтрации (линейной скоростью фильтрации и высотой столба фильтрующего материала, которые в конечном итоге определяют время контакта жидкости с его зернами), все экспериментальные исследования были проведены при комнатной температуре и постоянном расходе модельной жидкости. Удельная активность ²²⁶Ra в воде до и после ее фильтрации в материале ПСУМ определялась в соответствии с методикой выполнения измерений, аттестованной в установленном порядке ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» [11].

Для контроля баланса активности в экспериментальных исследованиях о загрузке фильтрующего материала в экспериментальную установку определялась удельная активность ПРН и ¹³⁷Cs в материале, а также его масса (табл. 1).

Для более корректного определения сорбционных характеристик фильтрующих материалов в экспериментальных исследованиях модельная жидкость (дистиллированная или природная вода) обогащалась отдельными природными радионуклидами. Использование воды без обогащения радионуклидами потребует фильтрации через материал многих десятков и сотен литров модельной жидкости и, соответственно, больших временных затрат. Кроме того, при низком содержании радионуклидов заметно возрастает погрешность определения их удельной активности, что в конечном итоге сказывается на качестве определения сорбционных свойств материалов. Для обогащения модельной жидкости ²²⁶Ra использовался образцовый раствор радия, а природ-

Таблица 1. Содержание ПРН и ¹³⁷Cs в фильтрующих материалах и их компонентах

Фильтрующая загрузка	Масса загрузки, г	Удельная активность радионуклидов, Бк/кг			
		²²⁶ Ra	²³² Th	⁴⁰ K	¹³⁷ Cs
ПСУМ	39,1 ± 0,4	< 5	< 5	< 40	< 2 [*]
КАРБОВЕР	36,3 ± 0,4	19 ± 5	< 5	140 ± 40	< 2 [*]
Вспученный вермикулит	34,6 ± 0,5	16 ± 7	14 ± 7	140 ± 40	-

^{*}) Нижний предел обнаружения ¹³⁷Cs в соответствии с методикой выполнения измерений. Реально такая величина означает, что ¹³⁷Cs в материале отсутствует.

ные радионуклиды ^{210}Po и ^{210}Pb получались по специальной технологии из воздуха с высоким содержанием ^{222}Rn .

Отметим, что при моделировании процессов фильтрации жидкостей через твердые и сыпучие материалы важно исключить так называемый пристеночный эффект, при котором значительная часть потока жидкости проходит вблизи стенки фильтрующей колонки, минуя основной объем адсорбента. Как показали результаты исследований с использованием окрашенной жидкости, которая пропусклась через экспериментальную установку, этот эффект в наших исследованиях был незначительным.

Экспериментальные исследования по оценке сорбционных характеристик новых фильтрующих материалов проведены для основных гигиенически значимых природных радионуклидов, которые наиболее распространены в подземных природных водах Северо-Западного региона страны, ^{226}Ra , ^{210}Pb , ^{210}Po и ^{238}U . В отдельных исследованиях оценивались также сорбционные свойства фильтрующих материалов по отношению к техногенным радионуклидам ^{137}Cs , ^{90}Sr и ^{131}I .

Наиболее подробно в данной работе изучены процессы сорбции фильтрующими материалами природного радионуклида ^{226}Ra . Показано, что при фильтрации через ПСУМ дистиллированной воды с растворенным в ней радионуклидом ^{226}Ra происходит практически полное осаждение радионуклида на поверхности зерен материала: при удельной активности радионуклида в воде до фильтрации $34,5 \pm 5,2$ Бк/кг, удельная активность ^{226}Ra в отфильтрованной воде составила $0,120 \pm 0,034$ Бк/кг. Анализ полученных данных показал, что сорбционная активность ПСУМ при фильтрации через него природного радионуклида ^{226}Ra в дистиллированной воде составляет около 290 с доверительным значением показателя в интервале 195...380. Оценка нижней границы сорбционной емкости данного сорбента составила не менее 1800 Бк/кг. Эта величина получена именно как нижняя граница оценки показателя по результатам однократной фильтрации 5 л дистиллированной воды с растворенным радионуклидом ^{226}Ra .

Однако исследования сорбционных свойств фильтрующего материала ПСУМ показали, что при применении его в чистом виде в силу исключительно тонкой дисперсности материала фильтрация воды через него идет крайне медленно. Сравнение полученных данных по насыпной плотности для ПСУМ ($0,75 - 0,80$ г/см³) с имеющимися в распоряжении данными по графену ($0,01 - 0,03$ г/см³), тауниту (от $0,03 - 0,05$ до $0,4 - 0,6$ г/см³)

и активированному углю ($0,49 - 0,51$ г/см³) показывают, что исследуемый материал является наиболее плотным из сравниваемых аналогов. Выполненные исследования по оценке удельной площади поверхности ПСУМ показали, что она находится на уровне 40 м²/г.

Поэтому все дальнейшие исследования проводились с использованием композитного фильтрующего материала КАРБОВЕР на основе вспученного вермикулита и состава ПСУМ. Размеры зерен материала КАРБОВЕР составляют около 1-3 мм, так что фильтрация жидкости через него происходит достаточно эффективно.

Исследования сорбционных свойств вспученного вермикулита в чистом виде показали, что его сорбционная активность составляет около 3,0 с доверительным значением показателя в интервале 2,0...4,6, что несколько выше, чем для обычных фильтрующих материалов природного происхождения. Вероятно, это связано с высокой удельной площадью поверхности зерен вспученного вермикулита, которые образуются при специальной обработке природного вермикулита. В пользу этого свидетельствует исключительно низкая плотность вспученного вермикулита, которая составляет около $0,130$ г/см³, в то время как плотность природного вермикулита равна $2,4...2,7$ г/см³.

Учитывая это, можно было ожидать, что сорбционные свойства композитного материала КАРБОВЕР будут заметно отличаться в лучшую сторону по сравнению с характеристиками вспученного вермикулита в чистом виде. Для оценки численных значений сорбционных свойств материала КАРБОВЕР проведена серия экспериментальных исследований по следующей схеме: модельная жидкость с постоянным содержанием радионуклидов пропусклась через фильтрующую установку и, после пропускания определенного ее объема через фильтрующий материал, отбирались пробы объемом 0,2 л для определения удельной активности радионуклидов. При этом суммарный объем отфильтрованной жидкости до отбора данной пробы определяется как сумма объемов воды, прошедшей через фильтр до ее отбора, включая и объем отобранной пробы. Результаты одной из таких серий исследований приведены в табл. 2.

Как следует из данных табл. 2, по мере увеличения объема дистиллированной воды, пропущенной через материал, его сорбционная активность по отношению к ^{226}Ra постепенно снижается. Однако снижение сорбционной активности материала происходит достаточно медленно. Нетрудно видеть, что сорбционная активность материала КАРБОВЕР примерно в 1,5

Таблица 2. Изменение удельной активности ^{226}Ra (УА ^{226}Ra) в дистиллированной воде в процессе фильтрации через материал КАРБОВЕР

Суммарный объем отфильтрованной дистиллированной воды с растворенным ^{226}Ra до отбора пробы на анализ, л	УА ^{226}Ra , Бк/кг
0,0	$21,34 \pm 4,27$
1,2	$4,81 \pm 0,96$
3,4	$7,65 \pm 1,53$
6,6	$8,08 \pm 1,62$
9,3	$8,95 \pm 1,79$

Таблица 3. Удельная активность ^{226}Ra в дистиллированной воде после промывки

Суммарный объем отфильтрованной дистиллированной воды до отбора пробы на анализ, л	УА ^{226}Ra , Бк/кг
0,2	$1,82 \pm 0,36$
2,4	$0,15 \pm 0,03$
5,4	$0,12 \pm 0,02$

раза выше, чем для вспученного вермикулита. Анализ полученных данных позволил также оценить сорбционную емкость материала КАРБОВЕР, которая составила около 3500 Бк/кг.

При обратной промывке дистиллированной водой материала КАРБОВЕР после его насыщения ^{226}Ra оказалось, что вынос ^{226}Ra с промывной водой из объема фильтрующего материала практически не наблюдается (табл. 3). Суммарная активность ^{226}Ra , которая перешла в промывные воды при пропускании 5,4 л дистиллированной воды, составила всего около 1,1 Бк, в то время как накопленная активность ^{226}Ra в объеме материала КАРБОВЕР в экспериментальной установке составляла более 125 Бк.

В реальных условиях природные подземные воды имеют обычно достаточно высокую минерализацию и содержат взвешенные и растворенные минеральные компоненты в форме различных химических соединений. Поэтому процессы сорбции природных радионуклидов при фильтрации через материал КАРБОВЕР реальных природных вод и растворов этих радионуклидов в дистиллированной воде серьезно отличаются. В первую очередь, это связано с тем, что механизмы сорбции растворенных в природной воде ми-

неральных компонент и природных радионуклидов могут быть конкурирующими. Учитывая это, нами проведены экспериментальные исследования сорбционных характеристик материала КАРБОВЕР с использованием реальной природной воды из артезианской скважины, которая дополнительно была обогащена природными радионуклидами ^{210}Pb и ^{210}Po (табл. 4).

Сравнение данных табл. 2 и 4 показывает, что сорбционная активность фильтрующего материала КАРБОВЕР при фильтрации природной воды оказывается несколько ниже, чем при фильтрации дистиллированной воды, тем не менее, она по-прежнему является достаточно высокой. Интересно также, что сорбционная активность материала КАРБОВЕР по отношению к ^{210}Pb и ^{210}Po оказалась примерно такой же, как и к ^{226}Ra . Причем и динамика снижения сорбционной активности материала КАРБОВЕР по отношению к этим природным радионуклидам остается практически одинаковой, несколько отличаясь в лучшую сторону для ^{210}Pb .

Исключительно интересными, на наш взгляд, оказались результаты специальной серии экспериментальных исследований, в которой через материал КАРБОВЕР фильтровалась вода из

Таблица 4. Изменение удельной активности радионуклидов в природной воде в процессе фильтрации ее через материал КАРБОВЕР

Суммарный объем отфильтрованной воды до отбора пробы на анализ, л	УА радионуклидов, Бк/кг		
	^{226}Ra	^{210}Po	^{210}Pb
0,0	$6,73 \pm 1,27$	$3,01 \pm 0,60$	$2,56 \pm 0,51$
3,0	$2,61 \pm 0,52$	$1,33 \pm 0,27$	$0,86 \pm 0,19$
10,0	$3,61 \pm 0,72$	$1,74 \pm 0,35$	$1,12 \pm 0,22$
19,0	$4,58 \pm 0,92$	$1,66 \pm 0,33$	$0,80 \pm 0,16$

Таблица 5. Изменение удельной активности радионуклидов в природной воде, обогащенной ^{238}U , ^{226}Ra , ^{210}Pb и ^{210}Po , при фильтрации через материал КАРБОВЕР

Суммарный объем отфильтрованной воды до отбора пробы на анализ, л	УА радионуклидов, Бк/кг			
	^{238}U	^{226}Ra	^{210}Po	^{210}Pb
0,0	0,82±0,16	4,85±0,97	3,20±0,64	6,98±1,39
5,0	0,10±0,05	2,73±0,55	1,36±0,27	4,59±0,59
15,0	0,31±0,08	3,39±0,68	2,29±0,46	7,07±1,41

артезианской скважины с достаточно высокой минерализацией (около 0,9 г/л), обогащенная всеми основными гигиенически значимыми природными радионуклидами ^{238}U , ^{226}Ra , ^{210}Pb и ^{210}Po (табл. 5).

Как следует из анализа данных табл. 5, динамика снижения сорбционной активности материала КАРБОВЕР по отношению к ^{226}Ra и ^{210}Po в пределах погрешности измерений практически одинакова и очень близко повторяет данные табл. 4. Однако сорбционная активность материала по отношению к ^{210}Pb оказалась несколько ниже, чем по отношению к ^{210}Po , для которого она остается достаточно высокой. Как и в случае фильтрации дистиллированной воды, обогащенной ^{210}Pb , материал КАРБОВЕР довольно быстро насыщается этим радионуклидом и далее перестает его осаждавать. Так, после фильтрации 15 л воды с содержанием ^{210}Pb на уровне около 7 Бк/кг, этот радионуклид практически перестает осаждаться.

Что касается природного радионуклида ^{238}U , то как сорбционная активность, так и сорбционная емкость материала КАРБОВЕР по отношению к этому радионуклиду оказались достаточно высокими. На начальном этапе фильтрации высокоминерализованной природной воды наблюдается практически полное удаление ^{238}U из нее. По мере насыщения сорбционная активность материала КАРБОВЕР постепенно снижается, тем не менее, она остается достаточно высокой даже после фильтрации 0,5 м³ природной воды в расчете на 1 кг фильтрующего материала.

Следует отметить, что проблемы с качеством воды источников питьевого водоснабжения населения, связанные с повышенным содержанием ^{238}U , в нашей стране встречаются довольно редко. Во-первых, это связано с довольно высоким значением уровня вмешательства для этого радионуклида в питьевой воде (3 Бк/кг), во-вто-

рых, в большинстве случаев этот радионуклид находится в слаборастворимой форме и довольно прочно удерживается в твердой фазе вмещающих пород.

Анализ результатов экспериментальных исследований позволил получить оценку сорбционных свойств материала КАРБОВЕР по отношению к основным гигиенически значимым природным радионуклидам, которые чаще всего присутствуют в природных подземных водах (табл. 6). Для большей наглядности сорбционная активность фильтрующего материала КАРБОВЕР в табл. 6 определена по формуле:

$$CA = (1 - UA_{\text{ПОСЛЕ}} / UA_{\text{ДО}}) * 100\%$$

в которой $UA_{\text{до}}$ и $UA_{\text{после}}$ – удельная активность радионуклида в природной воде до и после фильтрации через экспериментальную установку с фильтрующим материалом КАРБОВЕР.

Отметим, что в экспериментальных исследованиях сорбционных свойств материала КАРБОВЕР нами не анализировались процессы осаждения других изотопов кроме ^{238}U и ^{226}Ra , которые обычно присутствуют в природных водах. Очевидно, что фильтрующие свойства материала КАРБОВЕР, полученные для ^{238}U и ^{226}Ra , в полной мере могут быть распространены и на другие их изотопы в силу их полной химической аналогии.

Выполненные исследования и анализ полученных данных показали, что фильтрующий материал ПСУМ в чистом виде характеризуется высокой сорбционной активностью по отношению к природному радионуклиду ^{226}Ra в воде. При фильтрации дистиллированной воды с растворенным в ней ^{226}Ra через данный материал наблюдается снижение удельной активности радионуклида в воде не менее чем в 100 раз. Очевидно,

Таблица 6. Сорбционные свойства материала КАРБОВЕР по отношению к отдельным природным радионуклидам при фильтрации природной воды

Сорбционная характеристика	Природные радионуклиды			
	^{226}Ra	^{238}U	^{210}Po	^{210}Pb
Сорбционная активность, %	68	88	58	66
Сорбционная емкость, Бк/кг	3500	> 700	800	900

что это же можно отнести к природным радионуклидам ^{224}Ra и ^{228}Ra , которые в химическом отношении являются полными аналогами радионуклида ^{226}Ra .

Композитный фильтрующий материал КАРБОВЕР также обладает высокой сорбционной активностью по отношению к основным наиболее распространенным в подземных водах природным радионуклидам ^{226}Ra , ^{224}Ra , ^{228}Ra , ^{238}U , ^{235}U , ^{210}Pb и ^{210}Po , которая обеспечивает снижение их удельной активности в отфильтрованной воде до 80 %.

Учитывая одновременно достаточно высокую сорбционную емкость по отношению к указанным природным радионуклидам, фильтрующие материалы КАРБОВЕР с различным массовым содержанием ПСУМ могут использоваться для эффективной очистки питьевой воды от указанных природных радионуклидов. При этом увеличение массового содержания ПСУМ в составе фильтрующего материала КАРБОВЕР при одновременном увеличении удельной площади его поверхности на единицу массы материала позволит заметно улучшить также и его сорбционные характеристики.

По сравнению с традиционными фильтрующими материалами природного происхождения материал КАРБОВЕР обладает одним интересным отличием, которое может положительно повлиять на перспективы его использования для очистки питьевой воды от природных радионуклидов — его плотность составляет около $0,130 \text{ г/см}^3$. Это свойство материалов КАРБОВЕР в перспективе может сыграть весьма положительную роль при обращении с отходами, которые образуются в процессе очистки питьевой воды.

Хотя данные о сорбционных свойствах фильтрующих материалов КАРБОВЕР получены в лабораторных условиях, нам представляется, что эти данные открывают хорошие перспективы применения новых фильтрующих материалов, созданных на основе ПСУМ, для очистки питьевой воды от природных и техногенных радионуклидов при очистке больших потоков природной воды.

Summary

The results of studies of the sorption properties of new filter materials, the production of which is based on the use of modern technologies. It is shown that good prospects in this direction are related to

plasma-enhanced carbon composite materials and structures based on them. Production of carbon compositions based on the decomposition of hydrocarbons under the action of plasma of vacuum-arc discharge.

Литература

1. Дозы ионизирующего облучения населения Российской Федерации в 1999 году. Справочник / Под ред. П. В. Рамзаева // СПб.: СПбНИИРГ, 2001. 29 с.
2. Барковский А. Н., Барышков Н. К., Кормановская Т. А и др. Справочник «Дозы облучения населения Российской Федерации в 2004 году» // СПб, 2006. 62 с.
3. Botezatu E. Contribution of the dietary ingestion to the natural radiation exposure of Romanian population. J. Hyg. Public Health. 1994. № 44 (1-2). P. 19 – 21.
4. Bradley E.J. Contract Report. National radionuclides in environmental media. NRPB-M439. 1993. 54 p.
5. Muth H., Rajewsky B., Hantke H. J. et al. The normal radium content and the $^{226}\text{Ra}/\text{Ca}$ ratio of various food, drinking water and different organs and tissues of the human body // Health Phys. 1960. № 2. P. 239 – 245.
6. Источники и эффекты ионизирующего излучения. Отчет НКДАР ООН 2000 года Генеральной Ассамблее с научными приложениями. Том 1: Источники (часть 1) // Пер. с англ., под ред. Акад. РАН Л.А. Ильина и проф. С. П. Ярмоненко — М.: РАДЭКОН, 2002. 308 с.
7. Гончарова Ю. Н., Басалаева Л. Н., Кагука М. В. и др. Оценка доз облучения населения различных регионов Российской Федерации природными и техногенными радионуклидами за счет потребления питьевой воды // Радиационная гигиена, 2010. Т. 3, № 2. С. 39 – 45.
8. Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009). СанПиН 2.6.1.2523-09. Зарегистрированы Министерством юстиции Российской Федерации 14.08.2009, регистрационный № 14534.
9. Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ – 99/2010). СП 2.6.1.2612-10. Зарегистрированы Министерством юстиции Российской Федерации 11.08.2010, регистрационный № 18115.
10. Гигиенические требования по ограничению облучения населения за счет природных источников ионизирующего излучения. СанПиН 2.6.1.2800-10. Зарегистрированы Министерством юстиции Российской Федерации 27.01.2011, регистрационный № 19527.
11. Шутов В. Н., Стамат И. П., Швыдко Н. С. и др. Суммарная удельная альфа- и бета-активность и удельная активность радионуклидов в воде. Методика выполнения измерений. — СПб, 2007. Свидетельство об аттестации № 1212,07 от 26.10.2007.

АТОМНО-СЛОЕВОЕ ОСАЖДЕНИЕ – ПРЕЦИЗИОННЫЙ МЕТОД СИНТЕЗА ТОНКИХ ПЛЕНОК

В. В. Лучинин¹, Е. В. Осачев¹, А. А. Романов¹, Э. А. Майоров²

¹Россия, Санкт-Петербургский Государственный Электротехнический Университет «ЛЭТИ», cmid_leti@mail.ru;

²Финляндия, Эспоо, Beneq Oy, edgar.maiorov@beneq.com

Представлен краткий обзор возможностей метода Atomic layer deposition (ALD). К его достоинствам следует отнести уникально прецизионный контроль толщины пленки получаемого материала, однородность на большой площади подложки (которая ограничивается, по сути, размером реактора). Также с помощью ALD успешно наносятся покрытия на 3D-изделия, порошковые материалы, пористые материалы (причем пленка однородно покрывает стенки пор на всей глубине). Еще одно важное направление – проведение плазменных процессов. Благодаря этому удается во многих случаях улучшить качество получаемых пленок, а также существенно снизить температуру процесса. К недостаткам метода стоит отнести малые скорости роста получаемого материала. Например, для оксида алюминия скорость роста составляет порядка 100 нм в час. Эта величина может изменяться в обе стороны в зависимости от конфигурации камеры, температуры процесса, а также получаемого материала.

ВВЕДЕНИЕ

Современные методы микро- и нанoeлектроники позволяют получать пленки различных материалов толщиной несколько десятков нанометров. Однако наиболее распространенные технологии (осаждение из газовой фазы, распыление материала в вакууме и т. д.) не позволяют прецизионно контролировать толщину получаемого материала на всей поверхности подложки. Кроме того, при нанесении материала на поверхности с развитым рельефом, пористые и объемные образцы сложной формы, будет наблюдаться эффект экранирования.

В этом свете широкие возможности открывает уникально прецизионный метод получения тонких пленок Atomic layer deposition (ALD), основанный на последовательных химических реакциях между поверхностью твердого тела и газовой фазой. Возможности метода ALD для синтеза широкого круга материалов, включающих в себя диэлектрики, полупроводники и металлы, делают его привлекательным для решения многих задач микроэлектроники, оптоэлектроники, катализа, микромеханики, солнечной энергетики, записи информации, электролюминесценции и др.

Например, для замещения оксида кремния в следующем поколении приборов на основе МДП структур потребуются диэлектрики с малой эквивалентной электрической толщиной по сравнению с оксидом кремния, с более высокой диэлектрической проницаемостью («high – K» подзатворные диэлектрики), равномерностью

толщины и сплошностью на подложках большой площади и низкими токами утечки. Для решения этой задачи нужна прецизионная технология, такая как ALD, для получения диэлектриков с предельно точным контролем толщины и равномерности слоев, возможности получения многослойных, композиционных пленок различного химического состава в едином цикле роста. Другой задачей, которая решается с помощью метода ALD является переход на медную металлизацию СБИС. Этим методом успешно получают как барьерные, проводящие слои из нитридов переходных металлов, так и сами слои металлизации.

Еще одной задачей, представляющей интерес для современных СБИС, является получение тонких пленок диэлектриков с низкой диэлектрической проницаемостью («low – K» диэлектрики) для межслойной изоляции в многоуровневых ИС. Эта задача также может быть успешно решена с помощью метода ALD.

В данной статье представлен обзор возможностей метода ALD, а также некоторые результаты исследований свойств тонких пленок диэлектриков, полученных методом ALD – оксидов титана и алюминия.

ОСНОВЫ ALD-ПРОЦЕССА

ALD-процесс можно определить как метод получения тонких пленок, основанный на последовательных самоограниченных реакциях между поверхностью твердого тела и газовой фазой. Первые работы, посвященные данному методу,

были опубликованы в конце 1960-х годов. Тогда же были сформулированы все основные принципы метода ALD, которые состоят в следующем:

* Воспроизводимый синтез - химическая сборка твердых веществ заданного сложного состава и регулярного химического строения, основанный на использовании необратимых в условиях синтеза реакций функциональных групп на поверхности твердого тела с молекулами низкомолекулярного вещества, причем последние не должны реагировать между собой. Это исключает возможность протекания параллельных трудноконтролируемых реакций в газовой или жидкой фазах вне поверхности твердого тела.

* Химическая сборка данного вещества осуществляется путем многократного чередования двух или нескольких реакций, которые в определенной заданной последовательности проводятся на поверхности твердого тела. В результате каждой из этих реакций к поверхности должен присоединиться лишь один монослой новых функциональных групп, химический состав и строение которых определяется природой молекул используемого на данной стадии низкомолекулярного вещества. Последние, реагируя с функциональными группами твердого вещества, образуют с нижележащим слоем химические связи и тем самым входят в состав твердого тела в виде одного монослоя новых структурных единиц. Эти структурные единицы, являющиеся частью молекулы низкомолекулярного вещества, должны содержать активные атомы или группы атомов, которые были бы способны химически присоединять в ходе следующей необратимой реакции с другим низкомолекулярным веществом соответствующие новые функциональные группы, также способные реагировать на следующей стадии синтеза, причем каждая последующая реакция осуществляется лишь после полного завершения предыдущей. На каждой стадии такого процесса образуются соответствующие структурные единицы, из которых постепенно складывается синтезируемое твердое тело.

* Пригодность поверхности твердого тела для химической сборки вещества из данных «строительных» единиц определяется некоторым их структурным соответствием. Главным образом, это относится к наличию на поверхности достаточного количества функциональных групп необходимой химической природы. Концентрация и характер взаимного расположения этих функциональных групп на поверхности как исходного твердого тела, так и на поверхности образующегося в ходе слоя нового вещества предопределяет роль поверхности в качестве матрицы на каждой

стадии молекулярного наслаивания, а также обуславливают возможность возникновения поперечных связей между присоединившимися атомами для образования трехмерной решетки синтезируемого твердого тела.

* Осуществляя необходимое число циклов реакций, можно синтезировать слой вещества заданной толщины с точностью до нанометра.

* Используя на разных стадиях различные низкомолекулярные соединения, можно наносить на поверхность один или несколько монослоев структурных единиц одного рода в заданной последовательности с монослоями структурных единиц другой химической природы, что обеспечивает расположение по заданной программе химически связанных между собой слоев различных атомов. Это достигается посредством процесса необратимой попеременной хемосорбции, т.е. многократной химической реакции поверхности твердого тела с теми или иными газообразными реагентами. Поверхность в этом процессе обрабатывается потоком, несущим молекулы реагента, одни атомы которого достраивают остов данного твердого тела, а другие, образуя новую поверхность, играют на ней роль функциональных групп, способных присоединять к себе атомы и молекулы, достраивающие остов.

Из этих основных положений вытекают практически важные следствия:

* Осуществляя необходимое число циклов реакций ALD, можно синтезировать слой вещества заданной толщины с точностью до одного монослоя.

* Используя на разных стадиях ALD различные низкомолекулярные соединения, можно наносить на поверхность один или несколько монослоев структурных единиц одного рода в заданной последовательности с монослоями структурных единиц другой химической природы. Это обеспечивает расположение по заданной программе химически связанных между собой слоев различных атомов.

Анализ принципов метода ALD и полученные в настоящее время экспериментальные данные показывают, что методом ALD возможно осуществлять поатомную химическую сборку поверхностных нано-, микро-, и макроструктур путем многократного чередования химических реакций по заданной программе. На рисунке 1 рассмотрена схема образования пленки оксида алюминия Al_2O_3 с использованием триметилалюминия и воды ($Al(CH_3)_3/H_2O$). Этот процесс хорошо изучен и небезосновательно считается идеальным ALD процессом - рост пленки идет за счет самоограниченных реакций, прекурсор, содержащий алюминий, обладает высокой реакцион-

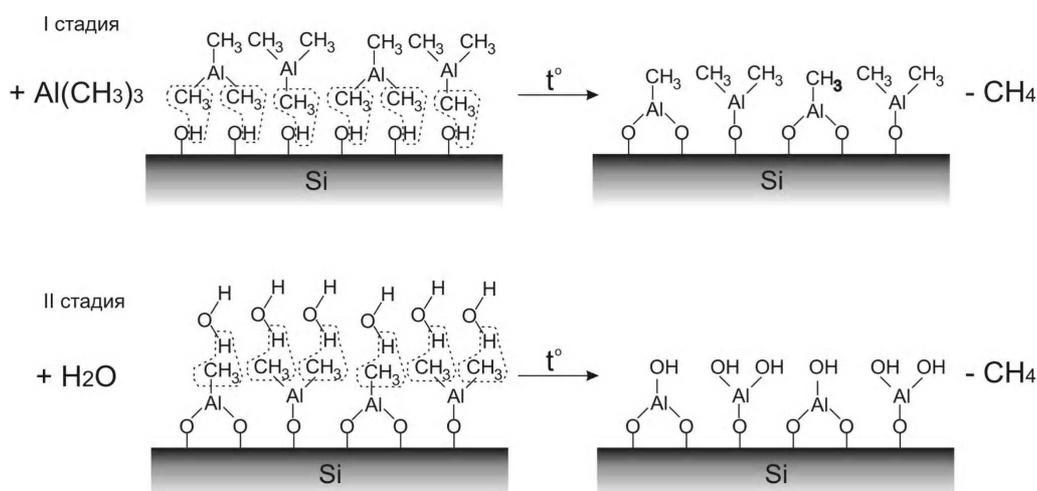
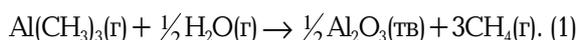


Рис. 1. Схема образования пленки Al₂O₃

ной способностью, продукт реакции (метан) достаточно инертен.

Образование монослоя Al₂O₃ проходит по следующему механизму:



Обычно весь процесс рассматривается в виде двух упрощенных последовательных «полу-реакций». На первом этапе (стадия 1) молекулы Al(CH₃)₃ вступают при нагревании в реакцию с OH-группами:



На поверхности образуется реакционноспособная функциональная группа, вступающая в новые взаимодействия с молекулами воды (стадия 2):



В результате гидролиза на поверхности подложки вновь создается монослой гидроксильных групп, который связан с образовавшимся монослоем элементарного оксида. Реакции (2) – (3) представляют собой один цикл ALD процесса. Многократным повторением циклов и осуществляется синтез слоев заданного вещества и заданной толщины.

ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ СИНТЕЗА ТОНКИХ ПЛЕНОК TFS 200

В 2013 году в Санкт-Петербургском Государственном Электротехническом Университете «ЛЭТИ» совместно с финской компанией Venep Oy была создана научно-исследовательская лаборатория "ALD AppLab". Синтез тонких пленок методом ALD осуществлялся на установке TFS 200. Внешний вид установки показан на рис. 2.

Хотя она предназначена в основном для работы со стандартными двухсотмиллиметровыми подложками, система TFS 200 тем не менее позволяет покрывать подложки меньшего диаметра, небольшие партии подложек, 3D – изделия, а также порошковые частицы. Кроме стандартных камер под подложки или 3D – изделия имеется камера для низкотемпературных плазменных процессов и покрытия порошковых частиц. Внутренняя конструкция реакционных камер рассчитана таким образом, что в ALD процессе вещество прекурсора распределяется по объему камеры и поверхностям находящимся внутри подложек по рассчитанной, максимально эффективной траектории, что позволяет контролировать нанесение и экономить материалы.

Одновременно возможно подключать большое количество прекурсоров к системе: до восьми газообразных, четырех жидкостных и четырех твердых. Поскольку ALD процесс подразумевает работу только с газовой фазой, то те вещества, которые при комнатной температуре имеют давление паров, недостаточное для ALD процесса, помещаются в подогреваемый контейнер для твердых прекурсоров. Установка TFS 200 позволяет использовать до четырех подогреваемых источников с температурой до + 300 °С либо двух – с температурой до + 500 °С. Последовательный контролируемый нагрев всех зон на линии подачи подогреваемого источника, с постепенным нарастанием температуры от места испарения прекурсора к реакционной камере предотвращает конденсацию вещества во внутренних трубках оборудования. Что касается жидкостных прекурсоров, то во избежание конденсации их внутри системы реализовано охлаждение контей-

неров с жидкими прекурсорами. Таким образом, по мере движения паров прекурсора от контейнера к реакционной камере его температура увеличивается, и, как в случае с твердыми прекурсорами, полностью исключается конденсация веществ на стенках трубок.

Одновременное использование разных прекурсоров позволяет наносить пленки различного состава, а также легированные пленки и наноламинаты.

В некоторых случаях использование высоких температур в ALD процессе ограничивается определенными факторами. Например, при нанесении тонкопленочного покрытия на пластиковые подложки высокая температура процесса может привести к размягчению и расплавлению подложки. Некоторые органические прекурсоры также чувствительны к высокой температуре и разлагаются при обычной температуре ALD процесса: + 200...300 °С. Для этих случаев предусмотрена опция плазменного процесса (Plasma Enhanced Atomic Layer Deposition, PEALD). Использование плазмы повышает реакционную способность одного из участвующих в процессе прекурсоров и позволяет существенно снизить температуру нанесения – до + 90 °С и менее. Также в ряде случаев опция плазмы снижает время ALD цикла и увеличивает скорость роста пленки. В установке TFS 200 используется емкостно – связанная плазма, генерируемая электродом диаметром 200 мм, то есть равным диаметру под-

ложки. Это обеспечивает равномерность концентрации образующихся свободных радикалов по всей поверхности электрода и подложки, а значит, и равномерный рост пленки. Процесс нанесения тонкопленочных покрытий полностью автоматизирован и осуществляется с помощью программируемого логического контроллера фирмы Siemens. Контроллер одновременно управляет несколькими десятками клапанов, считывает показания множества датчиков температуры и давления отдельных зон системы. Управление системой осуществляется при помощи портативного компьютера, работающего в операционной системе Windows 7.

ОСОБЕННОСТИ ТОНКИХ ПЛЕНОК, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ALD

Свойства пленок, полученных ALD – методом, исследовались методами эллипсометрии и электронной микроскопии. На рис. 3 показан результат измерения толщины пленки Al_2O_3 в пяти точках на стомиллиметровой пластине монокристаллического кремния.

Пленка оксида алюминия была получена по стандартному рецепту с использованием триэтилалюминия и воды ($Al(CH_3)_3 / H_2O$). Количество циклов составило 590, что соответствует заданной толщине примерно 70 нм. В качестве газа – носителя использовался азот высокой степени чистоты (99,999 %). Время процесса составило 40 минут. Процесс проводился при температуре



Рис. 2. Внешний вид установки TFS 200

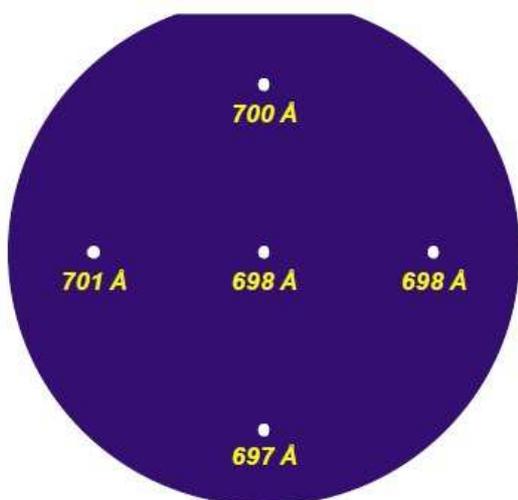


Рис. 3. Результат измерения толщины пленки Al_2O_3

200 °С. Результаты измерения толщины слоя оксида алюминия демонстрируют основные преимущества ALD технологии - высокая воспроизводимость экспериментов, прецизионный контроль толщины и равномерность покрытия на большой площади. В нашем случае изменение толщины составило величину 0,4 нм, что эквивалентно 0,57 % при толщине слоя 70 нм. При этом показатель преломления составляет величину порядка 1,6 и близок к справочным данным, что говорит о хорошем качестве пленки на всей площади кремниевой пластины.

Установка TFS 200 укомплектована опцией проведения процессов в плазме. В нашей лаборатории были успешно получены оксиды алюминия и титана (рис. 4) при пониженной температуре 100 °С (против 200 °С в стандартном ALD процессе). Измерения толщины слоя в различных точках показали, что равномерность покрытия ухудшается при снижении температуры. В нашем случае эта величина превышала 10 %. Можно предположить, что температура процесса недостаточна для того, чтобы обеспечить десорбцию молекул. Тем не менее показатели преломления соответствуют справочным значениям (1,6 и 2,4 для оксидов алюминия и титана соответственно).

Установка TFS 200 позволяет программировать процесс таким образом, чтобы получать более сложные структуры — произвольно чередующиеся слои разных материалов заданной толщины.

На рис. 5 показано изображение такой «сэндвич — структуры», полученной в нашей лаборатории. ALD процесс проводился при температуре 200 °С. Сама структура представляет собой по четыре чередующихся слоя оксидов алюминия и

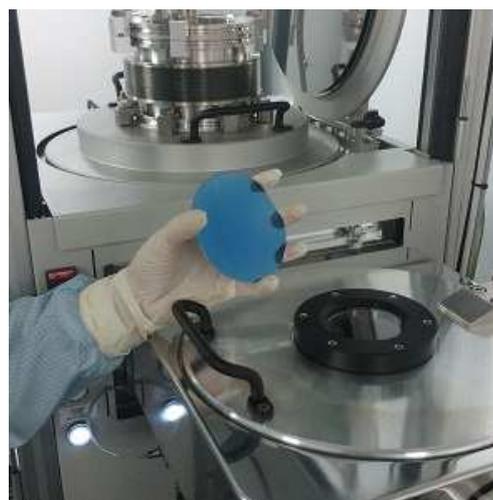


Рис. 4. Пленка TiO_2 толщиной 60 нм, полученная при температуре 100 °С

титана с заданной толщиной 15 — 20 нм. На изображении видны четкие переходы между слоями. Толщины и показатели преломления хорошо соответствуют предсказанным значениям.

Еще одно перспективное направление — покрытие синтезированной методом ALD пленкой пористого материала с высоким аспектным отношением (отношение глубины пор к их диаметру более 10:1). В отличие от методов, основанных на физической адсорбции, пленка покрывает стенки поры на всей глубине равномерно. Более того, изменяя параметры процесса, можно покрывать поры на определенную глубину. Таким образом будет иметь место частичная модификация исходного пористого слоя - его оптических и электрофизических свойств. Подобные эксперименты успешно проводятся в нашей лаборатории. На рис. 6 показано изображение пористого слоя оксида кремния, частично покрытого пленкой оксида титана. В результате наномодификации пористого слоя можно управлять показателем преломления по всей глубине пористого слоя (показатель преломления уменьшается с 2,4 до 1,3 по глубине поры).

ВЫВОДЫ

В данной статье дан краткий обзор возможностей метода Atomic layer deposition. К его достоинствам можно отнести уникально прецизионный контроль толщины пленки получаемого материала, высокую конформность и однородность на большой площади подложки (которая ограничивается, по сути, размером реактора). Также с помощью ALD успешно наносятся покрытия на 3D — изделия, порошковые материалы, пористые материалы (причем пленка однородно покрывает стенки пор на всей глубине). Еще одно

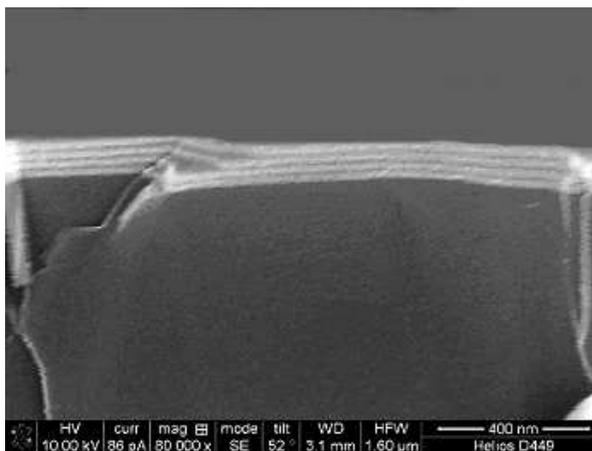


Рис. 5. «Сэндвич-структура» из слоев оксидов титана и алюминия

важное направление — проведение плазменных процессов. Благодаря этому удается во многих случаях улучшить качество получаемых пленок, а также существенно снизить температуру процесса. К недостаткам метода стоит отнести малые скорости роста получаемого материала. Например, для оксида алюминия скорость роста составляет порядка 100 нм в час. Эта величина может изменяться в обе стороны в зависимости от конфигурации камеры, температуры процесса, а также получаемого материала.

Summary

This work aims to give a brief overview of the opportunities an Atomic layer deposition (ALD) - a unique precision control of the film thickness, uniformity over a large area of the substrate, coating porous materials and low temperature conducting plasma processes.

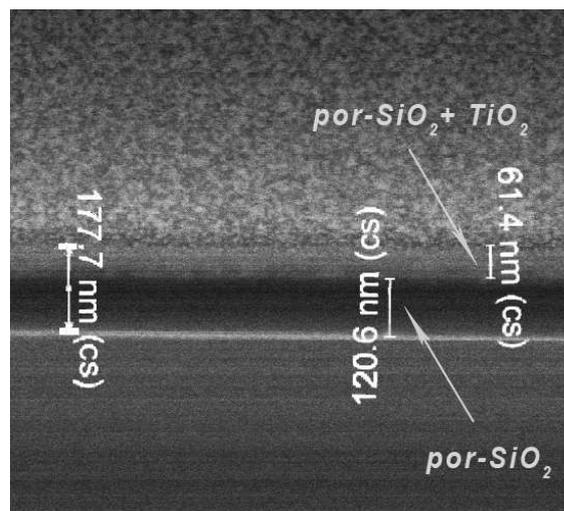


Рис. 6. Пленка TiO₂, инкапсулированная в пористый слой SiO₂

Литература

1. Дрозд В. Е., Романов А. А., Боголажский В. А. и др. Атомно-молекулярная химическая сборка неорганических нанослоевых композиций на основе оксида алюминия // Биотехносфера. 2011. № 1–2 (13–14). С. 26–31.
2. Майоров Э. А. Реализация нанотехнологии атомно-слоевого осаждения на оборудовании компании Venec: от лаборатории к промышленности // Компоненты и технологии. 2013. № 10. С. 48–53.
3. Puurunen R.L. Surface chemistry of atomic layer deposition: A case study for the trimethylaluminum/water process // Journal of applied physics 97, 121301 (2005).
4. Steven M. G. Atomic Layer Deposition: An Overview // Chem. Rev. 2010, 110, 111–131.
5. Heil S. Plasma-Assisted Atomic Layer Deposition of Metal Oxides and Nitrides//Eindhoven: echnische Universiteit Eindhoven, 2007. - Proefschrift.

ПОВЫШЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ ПРИ ДИАГНОСТИКЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПРОЦЕССОВ

Д. К. Кострин, А. А. Ухов

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, Российская Федерация

Рассмотрены методы повышения метрологических характеристик спектрометрического оборудования. Рассчитаны требования, предъявляемые к системе стабилизации температуры фотоприемника прибора. Показаны возможности повышения информативности получаемых спектров с помощью программной фильтрации шумов. Продемонстрирована возможность устранения эффекта интерференции в поверхностной диэлектрической пленки фотоприемника.

Спектрометрическое оборудование позволяет контролировать ионно-плазменные процессы травления и осаждения материалов [1], в которых удаляемое или осаждаемое вещество находится в распыленной фазе и, испытывая соударения с электронами, частично переходит в возбужденное состояние. Обратный переход частиц из возбужденного состояния в основное сопровождается испусканием излучения, которое несет информацию о плотности возбужденных состояний атомов и молекул распыленного вещества и других компонентов газовой среды, а также косвенно позволяет судить о параметрах процесса.

Методы оптической спектрометрии позволяют прямо или косвенно контролировать качество газовой среды, скорость и появление конечной точки при травлении пленок в плазмохимических установках, степень ионизации плазмы, температуру нейтральных частиц и электронов.

Наиболее востребованными спектрометрическими приборами являются относительно недорогие портативные устройства, построенные с применением фотоприемников с зарядовой связью (ФПЗС) [2]. Обычно для контроля ионно-плазменных процессов достаточно оптического разрешения прибора в 1.0...1.5 нм, при этом желателен широкий оптический диапазон — обычно от 200 до 1100 нм, в основном определяемый спектральной характеристикой современных ФПЗС.

Для ФПЗС характерно наличие шумов различной природы, вызывающее нежелательные флуктуации уровня около истинного значения полезного сигнала. Все процессы внутри ФПЗС связаны с генерацией и переносом зарядов и только на последней ступени передачи сигнала заряды преобразуются в выходное напряжение [3]. Таким образом, вытекает требование стабилизации температуры ФПЗС в тех случаях, когда

он используется как фотоприемник спектрометра. Без стабилизации температуры кристалла спектрометр с ФПЗС может производить лишь измерения длины волны, но не может использоваться для сравнительного измерения интенсивности линий в различных участках спектра.

Если спектральные интенсивности велики, то нет необходимости в замораживании кристалла ФПЗС. Достаточно стабилизировать его температуру на уровне, не вызывающем возникновения конденсации водяного пара. Таким образом, требуемое абсолютное значение температуры ФПЗС и точность ее стабилизации непосредственно вытекают из требований амплитудного разрешения оптического сигнала и воспроизводимости спектральной характеристики. Требованиям, предъявляемым к системе, является необходимость учета темнового тока в ФПЗС. Для этого необходимо получить темновой фрагмент за тот же период и при такой же температуре, с какой будет производиться съемка объекта. Высокая точность воспроизведения параметров съемки во многих случаях позволяет использовать однажды полученный темновой фрагмент многократно, так как рождение термоэлектронов в каждом пикселе определяется технологией его изготовления и должно с хорошей точностью воспроизводиться при одинаковой температуре и одинаковой продолжительности экспозиции.

Для выполнения данного условия необходимо чтобы дисперсия тепловых шумов ФПЗС была во много раз меньше дисперсии фотонного шума:

$$\frac{n_0 - n_1}{n_0} = 1 - 2 \left(\frac{T_0 - T_1}{\alpha} \right) < \delta_n, \quad (1)$$

где n_0 и n_1 — количество темновых электронов при

температуре T_0 и температуре охлаждения T_1 ; $\alpha = 6...9^\circ\text{C}$; δ_n – точность поддержания числа темновых электронов. Преобразовав выражение (1), получим:

$$\delta_m = \frac{T_0 - T_1}{T_0} < \frac{\alpha \log_2(1 - \delta_n)}{T_0},$$

где δ_m – точность с какой должна поддерживаться температура для обеспечения получения числа темновых электронов с заданной точностью; T_0 – рабочая температура кристалла; T_1 – максимально возможное отклонение температуры от номинального режима.

Чем выше температура кристалла ФПЗС, при которой ведется съемка сигнала, тем выше должна быть стабильность этой температуры, для обеспечения получения качественного сигнала. Если принять $\alpha = 7^\circ\text{C}$, $\delta_n = 5\%$, то при $T_0 = 20^\circ\text{C}$ точность поддержания температуры должна быть не хуже $\pm 0.5^\circ\text{C}$.

Необработанный сигнал ФПЗС (рис. 1, а) имеет некоторый уровень шума, состоящий из нескольких компонентов [4]. Первый компонент это «геометрический» шум, обусловленный топологией фотоприемника. Для упрощения вывода сигнала в данном типе ФПЗС используются транспортные регистры по обе стороны фотоприемника. Таким образом, четные и нечетные пиксели имеют несколько различные параметры. В приборе на 1 нм спектрального диапазона приходится примерно 5 пикселей и при спектральном разрешении 1.5 нм возможно усреднение между четными и нечетными пикселями без потери разрешения. В режиме удаления геометри-

ческого шума будет производиться линейная интерполяция четных и нечетных пикселей и итоговый сигнал будет выглядеть следующим образом (рис. 1, б).

Второй компонент это собственный шум ФПЗС. Для его снижения можно произвести усреднение по нескольким снятым спектрам. Для этого необходимо включить режим усреднения по спектрам и установить требуемое количество. В результате получим следующее (рис. 1, в).

При значениях чувствительности порядка 10 мс можно увеличить число усреднений до 50...100 (общее время измерения 0.5...1 с). При исследовании слабо светящихся источников плазмы и времени накопления порядка 100 мс целесообразнее использовать число усреднений 3...5. Методы цифровой фильтрации сигнала позволяют кардинально улучшить качество и информативность получаемых спектров излучения.

Самыми популярными, из применяемых при конструировании спектрометрического оборудования, являются ФПЗС, выполненные по «классической» технологии. В них оптическое излучение вводится с лицевой стороны кристалла кремния и достигает секции накопления, преодолевая несколько диэлектрических пленок. Внутренняя структура одного из вариантов такого ФПЗС представлена на рис. 2. Толщина диэлектрических пленок соизмерима с длиной волны излучения и при монохроматическом освещении это приводит к возникновению интерференции [5].

В оптической схеме спектрометра каждому пикселю ФПЗС соответствует своя длина волны монохроматического излучения, что при освещении входной щели прибора сплошным спектром

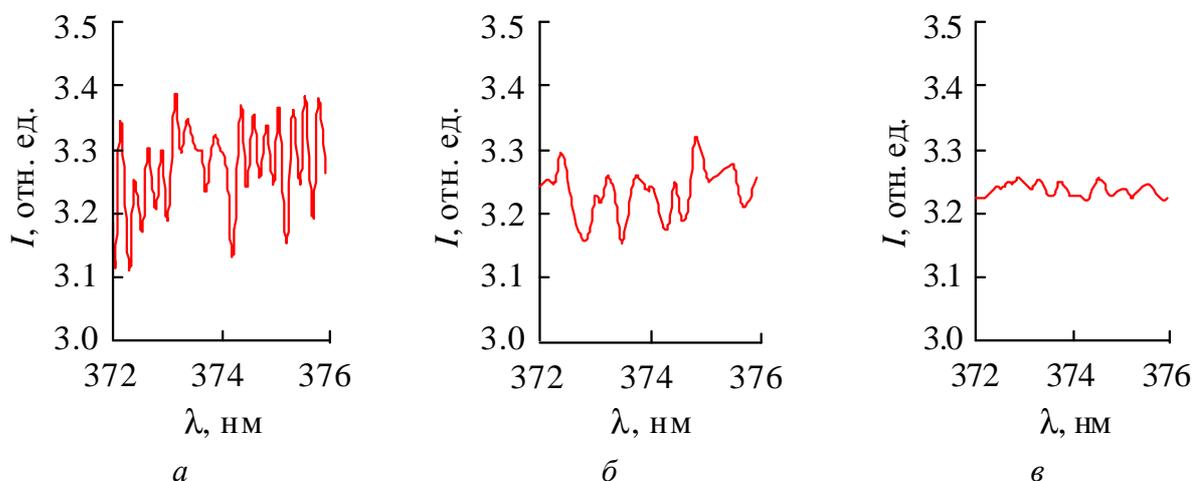


Рис. 1. Программная фильтрация шумов: а – необработанный спектр; б – спектр после удаления геометрического шума; в – спектр после усреднения по 10 измерениям

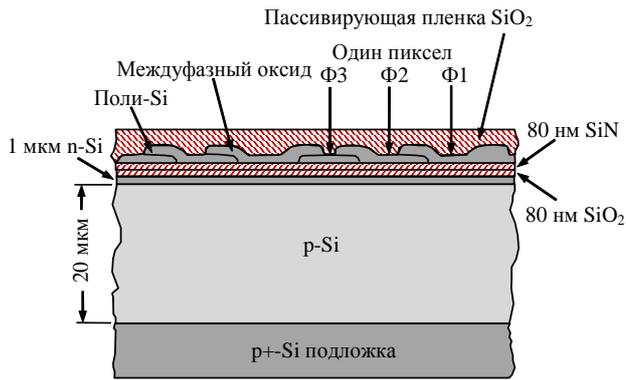


Рис. 2. Структура «классического» ФПЗС

создает периодическую модуляцию огибающей спектра в выходном сигнале ФПЗС. На рис. 3 приведен фрагмент спектра излучения галогенной лампы, полученный с помощью спектрометра, построенного на основе ФПЗС Toshiba TCD1304.

Интерференция в «классическом» ФПЗС влияет на распределение амплитуды сигнала по длине фотоприемника и регистрируемый сигнал при этом значительно искажается. При этом расположение максимумов и минимумов осцилляции сигнала будет зависеть от толщины и показателя преломления пассивирующей пленки на поверхности ФПЗС, а также от регистрируемого спектрального диапазона. Условия возникновения интерференционных максимумов и минимумов можно описать следующими выражениями:

$$nd = k \lambda_{\max} / 2; nd = (k + 0.5) \lambda_{\min} / 2, \quad (2)$$

где n — показатель преломления; d — толщина пассивирующей пленки; k — порядок интерференции; λ_{\max} — длина волны, на которой регистриру-

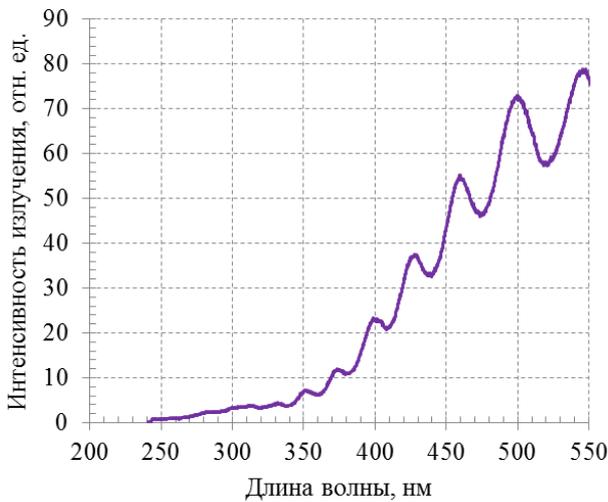


Рис. 3. Фрагмент спектра излучения галогенной лампы

ется максимум интерференции; λ_{\min} — длина волны, на которой регистрируется минимум интерференции.

Убрать пассивирующую пленку невозможно, поскольку без нее ФПЗС перестанет нормально функционировать. С другой стороны увеличение толщины пленки в фотоприемнике по сравнению с исходной толщиной увеличит количество экстремумов и полностью их нивелирует, если толщина пленки будет такова, что расстояние между экстремумами станет меньше спектрального разрешения прибора. На рис. 4 приведены результаты компьютерного моделирования возникновения интерференции в пленке диоксида кремния на подложке из поликристаллического кремния.

Очевидно, что изменение толщины уже сформированной пленки после изготовления фотоприемника невозможно. Возможно только добавление пленки на поверхность ФПЗС, чтобы суммарная толщина двух пленок имела требуемую величину. Чтобы суммарная пленка не имела дополнительной внутренней интерференции, показатель преломления материала дополнитель-

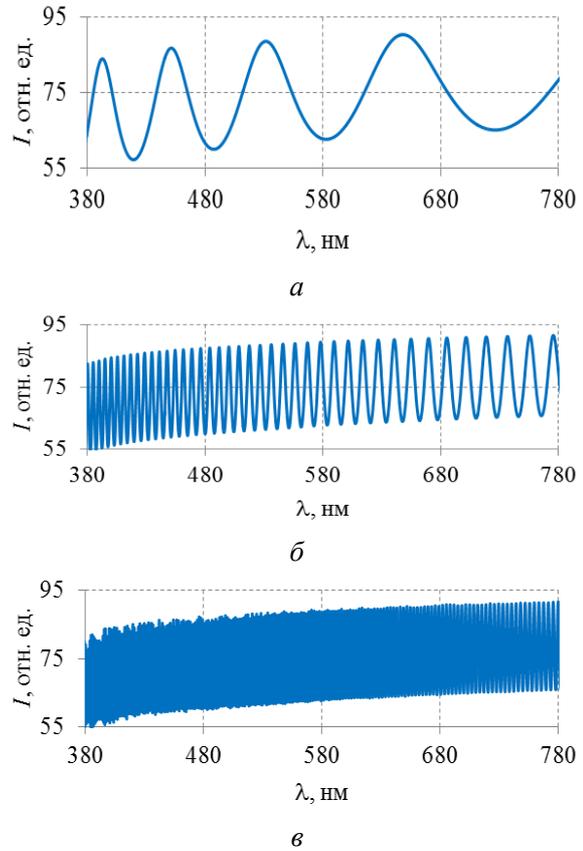


Рис. 4. Моделирование интерференции в пленке диоксида кремния при ее толщине: а — 1 мкм; б — 10 мкм; в — 50 мкм

ной пленки должен быть равен либо максимально близок к показателю преломления пассивирующей пленки.

Интерференция нивелируется при расстоянии между экстремумами ($\lambda_{max} \dots \lambda_{min}$) меньше чем спектральное разрешение прибора, тогда можно найти значение порядка интерференции, при котором интерференция будет устранена:

$$k = \lambda_{ИК} / (2\Delta\lambda), \quad (3)$$

где $\lambda_{ИК}$ – инфракрасная граница чувствительности фотоприемника; $\Delta\lambda$ – спектральное разрешение прибора.

Из выражений (2), (3) можно получить формулу для расчета толщины дополнительной пленки:

$$d = \lambda_{ИК}^2 / (4n\Delta\lambda). \quad (4)$$

Принимая во внимание, что инфракрасная граница для кремниевых фотоприемников составляет 1100 нм, а спектральное разрешение спектрофотометра с одним ФПЗС обычно составляет величину порядка 1 нм можно получить по выражению (4) значение минимальной толщины дополнительной пленки $d = 200$ мкм.

Уменьшение толщины дополнительной пленки приведет к недостаточному устранению интерференции. Значительное увеличение толщины пленки сверх минимально необходимой приведет к дополнительным потерям энергии и, как следствие, к снижению чувствительности спектрометра.

На поверхность ФПЗС после удаления защитного стекла был нанесен оптически прозрачный компаунд с показателем преломления n , близким к аналогичному показателю диоксида кремния. Толщина слоя компаунда составила

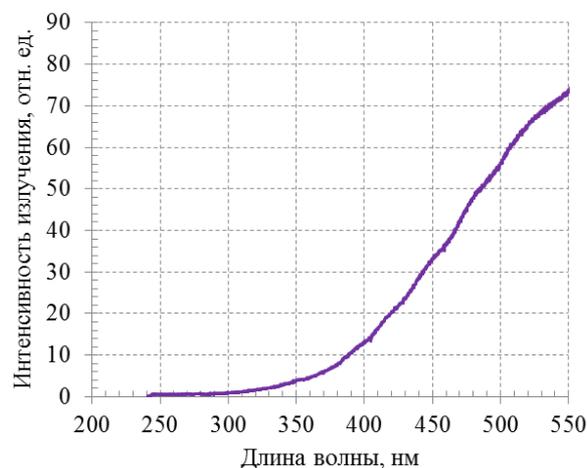


Рис. 5. Фрагмент спектра излучения галогенной лампы после доработки ФПЗС

около 200 мкм, что обеспечивает достаточно эффективное подавление интерференции во всем диапазоне длин волн (рис. 5).

Хорошая чувствительность ФПЗС с корректирующей пленкой в УФ части спектра иллюстрируется на примере спектра ртутной лампы (рис. 6). После модификации ФПЗС на спектре появилась интенсивная линия 253.7 нм, а также ее второй порядок – соответственно 507.4 нм.

Применение достаточно толстой оптически прозрачной пленки увеличивающей число интерференционных порядков является эффективным способом подавления интерференции. Однако стоит отметить существенную сложность самой операции нанесения пленки на поверхность ФПЗС и меньшую защищенность модифицированного приемника от механических воздействий вследствие удаления защитного стекла.

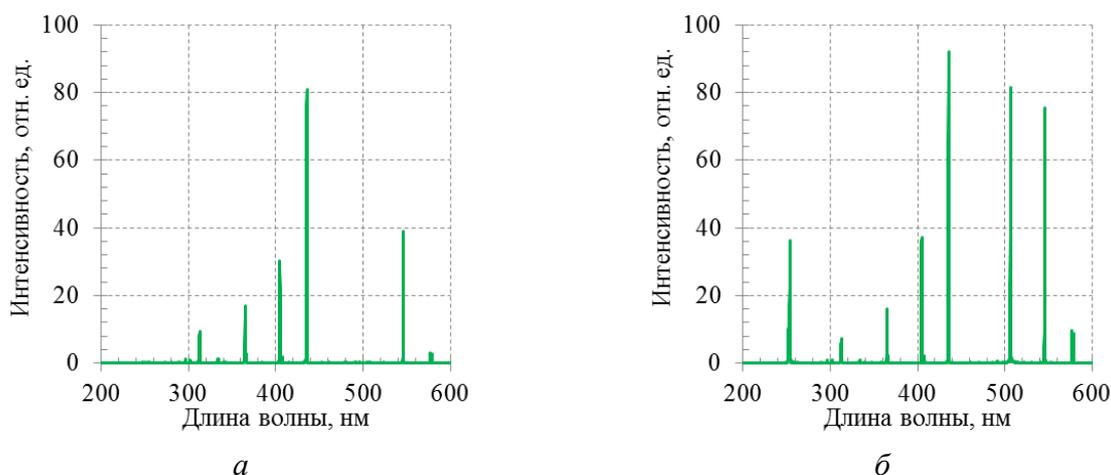


Рис. 6. Спектры излучения ртутной лампы до (а) и после (б) модификации ФПЗС

Применение термостатирования ФПЗС, модификация поверхности фотоприемника и система программной фильтрации шумов позволили получить спектрометрический комплекс ISM3600 (разработка кафедры Электронных приборов и устройств СПбГЭТУ «ЛЭТИ») по метрологическим характеристикам не уступающий, а по некоторым параметрам и значительно превосходящий аналогичные импортные приборы при меньшей в полтора-два раза стоимости.

Summary

Methods of increase of metrological characteristics of the spectrometer equipment are considered. Requirements imposed to system of temperature stabilization of the photodetector element of the device are calculated. Possibilities of increase of informativeness of the received spectrums by means of program filtering of noise are shown. Possibility of elimination of effect of an interference in a surface dielectric film of the photodetector element is shown.

Литература

1. Быстров Ю. А., Кострин Д. К., Лисенков А. А. Спектрометрический анализ состава плазменного потока вакуумно-дугового разряда // Вакуумная техника и технология. 2014. Т. 23. № 1. С. 164–166.
2. Кострин Д. К., Ухов А. А. Аппаратно-программный спектрометрический комплекс для исследования параметров светоизлучающих диодов // Биотехносфера. 2013. № 3. С. 21–25.
3. Кострин Д.К., Ухов А.А. Датчики в электронных устройствах. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2013. 240 с.
4. Югин Р. В., Кострин Д. К., Шишов Д. И., Ухов А. А. Повышение точности и воспроизводимости результатов колориметрических измерений светоизлучающих диодов // Известия СПбГЭТУ «ЛЭТИ». 2013. № 3. С. 8–13.
5. Кострин Д. К., Ухов А. А. Интерференция в поверхностном слое и метрологические параметры спектрометров с ПЗС-фотоприемниками // Датчики и системы. 2013. № 5. С. 13–15.

ПОВЫШЕНИЕ ТОЧНОСТИ СПЕКТРАЛЬНОГО МЕТОДА ИЗМЕРЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ ОПТИЧЕСКИ ПРОЗРАЧНЫХ ТОНКИХ ПЛЕНОК

В. А. Герасимов, Д. К. Кострин, Л. М. Селиванов, А. А. Ухов

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет
«ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, Российская Федерация

Предлагается способ повышения точности измерения толщины тонких оптически прозрачных пленок по спектрам пропускания или отражения путем снижения влияния шумов реального спектра. Способ основан на предварительном вычислении толщины пленки по экстремумам реального спектра с последующим итерационным вычислением серии теоретических спектров в некотором интервале в районе вычисленной толщины. Минимум интегральной разницы между каждым теоретическим и реальным спектрами позволяет получить наиболее точное значение толщины пленки.

Тонкие пленки и пленочные покрытия очень широко используются в промышленности и бытовых приборах и устройствах. Достаточно сказать, что ни один современный смартфон не может без них обойтись, поскольку с их помощью формируется чувствительный слой на стекле перед дисплеем для сенсорного тактильного интерфейса. Контроль параметров подобных покрытий должен производиться неразрушающими методами, самый подходящий из которых — спектральный [1].

Процессы распространения излучения в тонких пленках и связанные с ними эффекты хорошо изучены и описаны в многочисленных публикациях. Зарегистрированное с помощью спектрофотометра прошедшее, либо отраженное от пленки излучение имеет осцилляции, характеристики которых зависят от толщины и показателя преломления пленки, а также от материала подложки, на которую данная пленка нанесена. Имея информацию о материалах пленки и подложки и зная, таким образом, их показатели преломления можно рассчитать толщину пленки по положениям соседних экстремумов. Однако у данного метода имеется существенный недостаток, который заключается в сложности определения точного положения экстремумов осцилляций в реальном зашумленном спектре, что особенно заметно при контроле параметров пленок в условиях промышленного производства. В результате ошибки измерения параметров пленок могут быть весьма значительными. Использование нескольких расчетных итераций [2] при анализе спектров позволяет повысить точность измерения параметров пленки за счет учета дисперсии показателя пре-

ломления, однако проблема влияния шумов на результаты измерений остается.

Промышленное производство изделий с пленочными покрытиями подразумевает достаточно высокую воспроизводимость их параметров, а, следовательно, и известные показатели преломления используемых материалов. Данный факт позволяет повысить точность вычисления параметров измеряемых пленок за счет использования теоретических расчетов формы спектра отражения, либо пропускания. Для измерений параметров пленок в реальном масштабе времени может быть использован малогабаритный спектрометр оптоволоконным вводом излучения и оптической схемой экспериментальной установки, позволяющей проводить измерения, как на отражение, так и на пропускание, в зависимости от типа подложки [3]. Параметры спектрометра должны позволять проводить измерения коэффициентов пропускания либо отражения в широком диапазоне длин волн, при этом к спектральному разрешению прибора особых требований не предъявляется, поскольку экстремумы регистрируемого спектра заведомо отстоят друг от друга больше, чем на нескольких нанометров [4].

Для расчета параметров пленок программа управления спектрометром ASpect2010 была модифицирована — в нее был добавлен расчет по известным выражениям [5] теоретической формы спектра для пленки заданной толщиной с известным показателем преломления. В программе имеется база данных наиболее распространенных материалов, используемых для нанесения пленок, с учетом дисперсии показателя преломления (рис. 1).

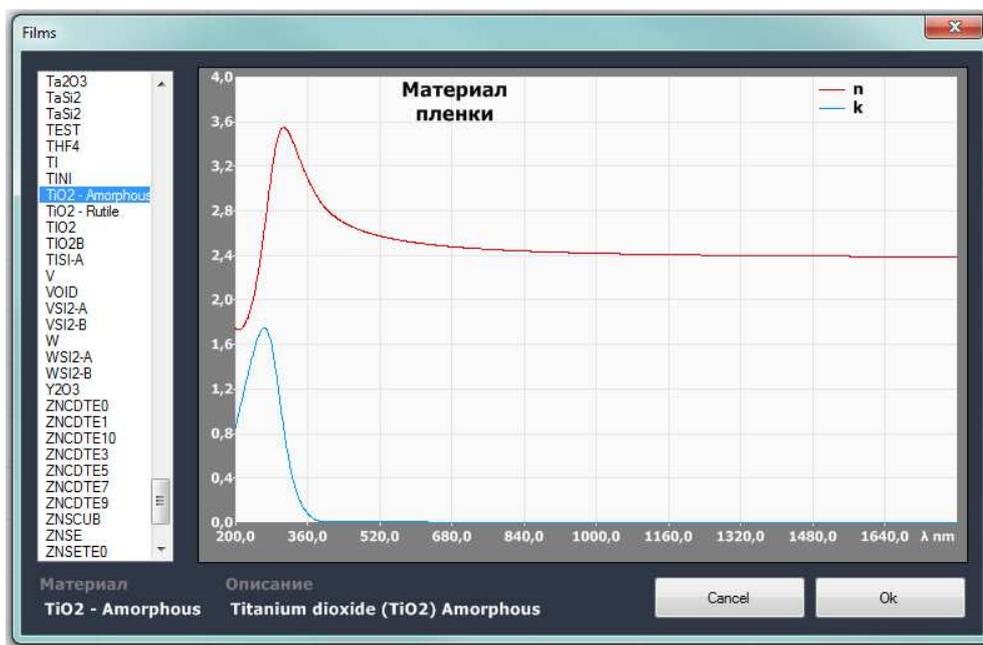


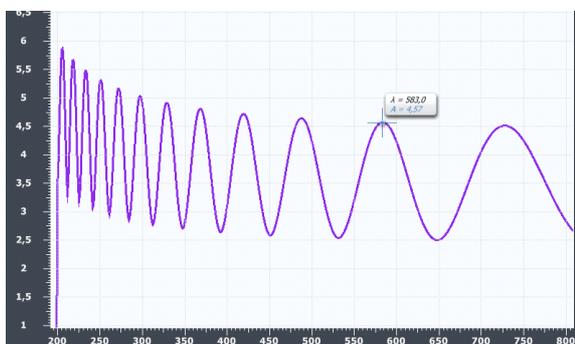
Рис. 1. Выбор материала пленки из базы данных

Сравнение результатов моделирования коэффициента отражения пленки SiO_2 в программе ASpect2010 (рис. 2, а) и на известном сайте www.filmetrics.com (рис. 2, б) дает практически идентичные результаты, что подтверждает корректность реализации расчетных процедур.

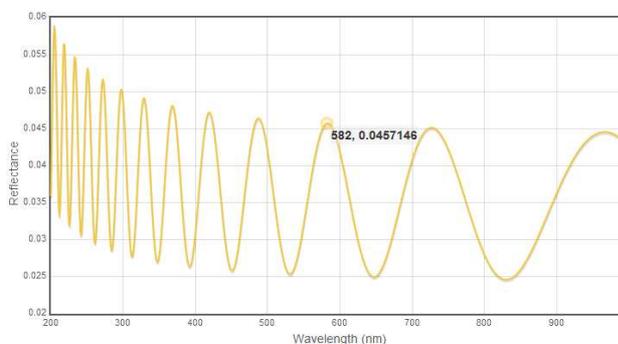
При расчете толщины пленки в качестве первого приближения выбирается значение толщины пленки, полученное по любым двум соседним экстремумам. Для повышения точности проводится фильтрация сигнала, однако полученное значение толщины будет заведомо ошибочным, поскольку при наличии шумов невозможно точно определить положение экстремумов. На рис. 3 представлено окно программы ASpect2010 с результатами расчета толщины пленки (на оси

абсцисс отложена длина волны в нм, а на оси ординат коэффициент отражения в процентах от максимального). Не смотря на фильтрацию сигнала, найденные положения экстремумов дали толщину 977 нм для пленки 1000 нм, что соответствует ошибке измерения 2,3 %. Построенный теоретический спектр для вычисленной толщины визуально также далек от реального.

Повышение точности расчета толщины пленки достигается на следующем этапе. Производится вычисление интегрального модуля разницы между отсчетами теоретического и реального спектров. Наличие шумов в реальном спектре означает, что вычисленная интегральная разница с теоретическим спектром никогда не будет нулевой, однако она может быть миними-



а



б

Рис. 2. Моделирование коэффициента отражения пленки SiO_2 толщиной 1 мкм

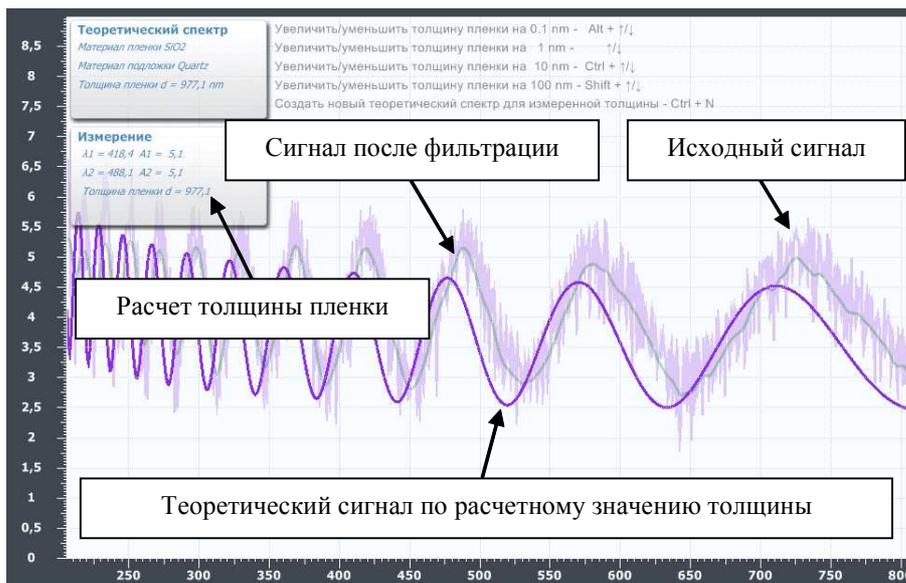


Рис. 3. Измерение толщины пленки по исходному спектру отражения

зирована по мере приближения формы теоретического спектра к форме реального. Для этого необходимо построить несколько теоретических спектров для толщин в некотором диапазоне, близких первоначальной расчетной толщине. Для каждого из построенных теоретических спектров необходимо вычислить интегральную разницу с реальным спектром и сравнить их между собой. В результате спектр с минимальной интегральной разницей между реальным и теоретическим спектрами даст наиболее точный результат толщины пленки (рис. 4).

Предложенная методика была проверена также с помощью эллисометра, показавшего значение толщины тестовой пленки 1.21 мкм. Результат вычислений по спектру дал значение толщины образца 1.22 мкм, что дает отклонение от эллисометрии примерно 1 %. Таким образом, предложенная методика позволяет минимизировать влияние шумов реального спектра на результаты измерений параметров пленки, существенно повысив точность расчетов. Однако следует заметить, что при отсутствии достоверной информации о материале пленки и ее показателе пре-

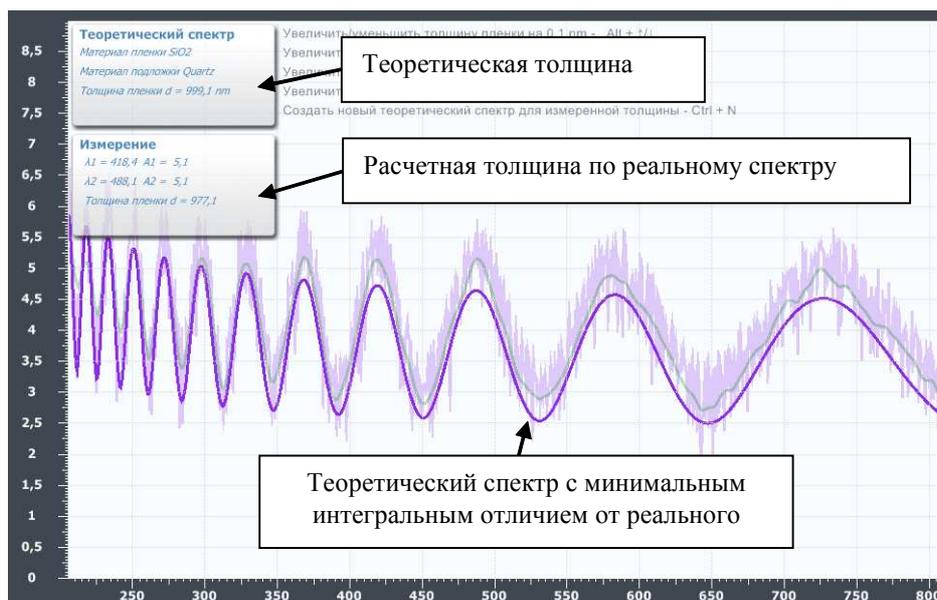


Рис. 4. Теоретический спектр с минимальным отличием от реального

ломления форма теоретического спектра будет существенно отличаться от реального. Данное обстоятельство не позволит получить точное значение толщины пленки предложенным методом, поскольку от показателя преломления пленки зависит не только период осцилляций, но и их амплитуда.

Summary

The method of increasing measuring accuracy of thickness of optically transparent thin films on transmission or reflection spectrums by lowering influence of noise of a real spectrum is offered. The method is based on preliminary computation of thickness of a film on extremums of a real spectrum with the subsequent iterative computation of a series of theoretical spectrums in specific interval around the calculated thickness. The minimum of an integral difference between every theoretical and real spectrum allows receiving the most precise value of thickness of a film.

Литература

1. Колгин Е. А., Ухов А. А. Применение многоканального спектрофотометра с ПЗС-фотоприемником в системах активного контроля технологических процессов осаждения и травления пленок // Вакуумная техника и технология. 1994. Т. 4. С. 2 – 4.
2. Ayadi K., Haddaoui N. A new approach to the determination of optical constants and thickness of thin dielectric transparent films // Journal of Materials Science: Materials in Electronics. 2000. Vol. 11. № 2. P. 163 – 167.
3. Герасимов В. А., Кострин Д. К., Ухов А. А. Методика и аппаратура для определения спектральных характеристик стекол и зеркал // Известия СПбГЭТУ «ЛЭТИ». 2013. № 8. С. 10 – 14.
4. Комлев А. Е., Ухов А. А., Комлев А. А. Комплекс требований к оборудованию для осаждения плёнок оксидов методом реактивного магнетронного распыления // Вакуумная техника и технология. 2012. Т. 22. № 4. С. 245 – 248.
5. Барыбин А. А., Шаповалов В. И. Пленки оксидов переходных металлов: физика и технология реактивного распыления. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2009. 168 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕМБРАН ПОРИСТОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ С ПОМОЩЬЮ МЕТОДИКИ РЕЗЕРФОРДОВСКОГО ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ

А. А. Шемухин, Е. Н. Муратова, В. А. Мошников, В. В. Лучинин, В. С. Черныш

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ»
197376, Российская Федерация, Санкт-Петербург, ул. Проф. Попова, д. 5,

Созданы капиллярные матрицы из оксида алюминия с различными структурными параметрами. Показана возможность использования методики резерфордовского обратного рассеяния для исследования данных матриц — мембран в сочетании с эффектом каналирования.

ВВЕДЕНИЕ

В последнее время рассматривается возможность применения диэлектрических матриц из нанокапилляров для транспортировки ионов. Одним из наиболее подходящих и доступных для данных целей материалов является пористый оксид алюминия, а точнее мембраны на его основе [1, 2]. Они обладают меньшим разбросом диаметра пор по сравнению с трековыми и полимерными мембранами. Мембраны пористого оксида алюминия обладают высокой проницаемостью и степенью однородности каналов по размерам. За счет таких особенностей, как технологичность и невысокая ресурсозатратность, а также за счет возможности получать различные в широком диапазоне по геометрическим параметрам [3], пористые слои — матрицы из оксида алюминия — находят все большую популярность среди исследователей в различных областях науки.

Данные матрицы в зависимости от своих геометрических параметров, способны расширить ионно-пучковые технологии [4] и могут служить основой (шаблоном) для ионной нанолитографии, быть фокусирующей системой для заряженного пучка или стать частью конструкции для исследования сложных для вакуума объектов (например биологических), способствующей выводу ионного пучка на воздух.

Одной из важных прикладных задач является анализ нанопористых мембран. При этом, так как исследуется прохождение пучков ионов высоких энергий, наиболее подходящей методикой анализа является методика резерфордовского обратного рассеяния, зарекомендовавшая себя в различных фундаментальных и прикладных исследованиях в области материаловедения и взаимодействия излучений с веществом [5 — 9].

В данной работе была развита *in situ* методика анализа мембран при исследовании процессов прохождения ионных пучков гелия высоких энергий (МэВ) через капилляры пористой мембраны. Для этих целей рассматривались мембраны с малыми (20 нм) и большими (200 нм) порами.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Мембраны ПАОА формировались электрохимическим анодированием в электролитах на основе 30 %-й серной и 10 %-й фосфорной кислот. В качестве исходной подложки использовалась алюминиевая фольга толщиной 10 мкм.

С целью улучшения прочности и однородности мембран в электролит добавляли 10 — 15 % глицерина. Введение в электролит таких веществ как глицерин или этиленгликоль повышает его вязкость, что приводит к доминации кинетического фактора во время процесса анодирования, а, следовательно, замедлению процессов реакции и формированию более однородных и прочных пористых слоев.

После проведения всех процедур обработки толщина мембраны составляет 10 — 15 мкм. Работа с такими тонкими структурами сложна и неудобна. Поэтому для фиксации мембран был разработан корпус (рис. 1), который представляет собой фторопластовый диск с отверстием, на который приклеивается исходная фольга. Диаметр каркаса 20 мм, а отверстие 4 мм. Такой вид корпуса позволяет свободно работать с объектом: анодировать, очищать, исследовать, проводить с мембраной дальнейшие эксперименты, не разрушая при этом пористую структуру.

Проведение экспериментов по транспортировке пучка и исследованию мембран с помощью резерфордовского обратного рассеяния проводи-

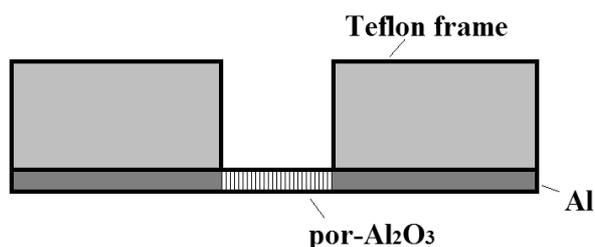


Рис. 1. Схема мембраны ПАОА, закрепленной в каркасе

лись на ускорительном комплексе AN-2500 в НИИЯФ МГУ. Ускоритель позволяет получать пучки He^+ или H^+ с энергией от 0.8 до 2.5 МэВ.

Для проведения была создана специальная экспериментальная камера (рис.2), включающая в себя коллимирующие диафрагмы, систему детектирования обратнорассеянных ионов и гониометрическую систему. Диаметр пучка ионов после прохождения системы диафрагм составляет 1 мм. Остаточное давление в камере не превышало 5×10^{-4} Па. Плотность тока на мишени поддерживалась постоянной и составляла 4 нА.

Исследуемый образец в камере устанавливается на гониометрической системе. Гониометр осуществляет вращение образца вокруг трёх осей и поступательное перемещение в вертикальном направлении, что позволяет использовать для измерения различные участки поверхности образца без изменения ориентации относительно пучка. Угловые перемещения производятся с помощью шаговых двигателей, причем угловые перемещения производятся с помощью шаговых двигателей, вращение осуществляется с шагом $0,02^\circ$. Неточность выполнения поворотов на большие углы не превышает 1 %. Угловое положение детектора относительно мишени можно изменять в плоскости рассеяния по окружности, центр которой совпадает с центром вращения гониометра.

При снятии РОР спектров для мембраны детектируемый угол рассеяния составлял 165° . Сигнал от прошедших сквозь мембрану ионов He^+ и от обратнорассеянных ионов снимался с помощью полупроводникового детектора.

Анализ образцов с помощью рентгеноспектрального микроанализа проводился на установках Quanta Ispet (фирмы FEI) с приставкой рентгено-

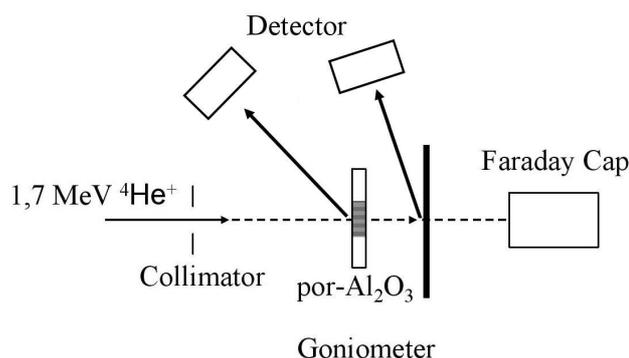


Рис. 2. Схема эксперимента

вского микроанализа EDAX и Helios NanoLab при напряжении 10 kV.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Варьирование таких параметров как температура и напряжение анодирования позволило получить мембраны с необходимыми параметрами (табл. 1).

Как видно из таблицы после проведения электрохимического анодирования в электролите на основе 30 %-й серной кислоты диаметр пор мембран значительно ниже, чем при проведении анодирования 10 %-й фосфорной кислоты. При этом, как видно из рис. 3, межпорное расстояние при травлении в 30 %-й серной кислоте значительно больше среднего диаметра пор.

Как показано в работе [1], наличие барьерного слоя с обратной стороны ведет к расфокусировке прошедшего через мембрану пучка. Поэтому, для получения сквозных пор дополнительно проводился этап удаления остатков алюминия и барьерного слоя с обратной стороны — химическое травление в концентрированной соляной кислоте (HCl) при комнатной температуре в течение 5–10 минут. На рис. 4 приведены РЭМ изображения мембран до (а) и после (б) удаления барьерного слоя.

Полученные таким образом мембраны далее были изучены с помощью резерфордского обратного рассеяния. На представленном спектре (рис. 5) один спектр был снят в области образования пор (матрице оксида алюминия), а другой в

Таблица 1. Параметры мембран

Электролит	Напряжение, В	Температура, °С	Диаметр пор, нм	Межпорное расстояние, нм
H_2SO_4	20–30	0–5	17–22	40–42
H_3PO_4	100–150	5–10	80–250	70–120

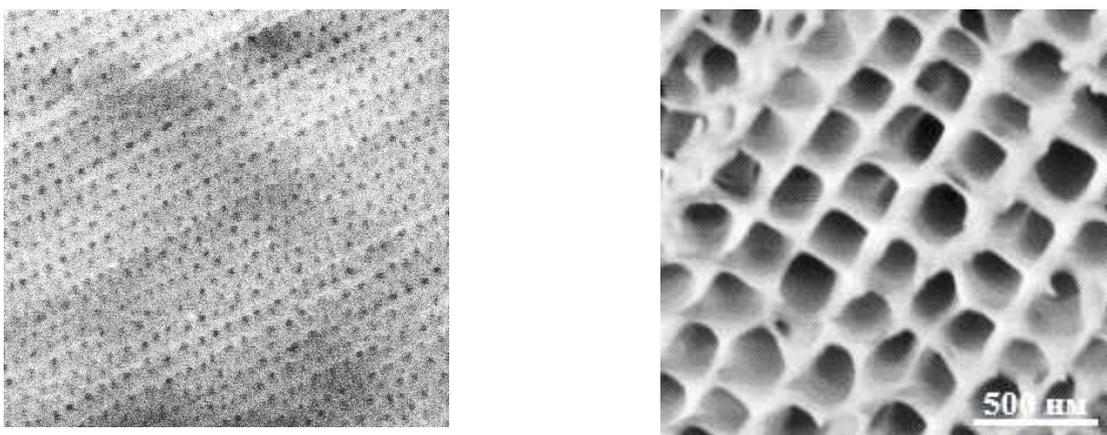


Рис. 3. РЭМ изображения мембран

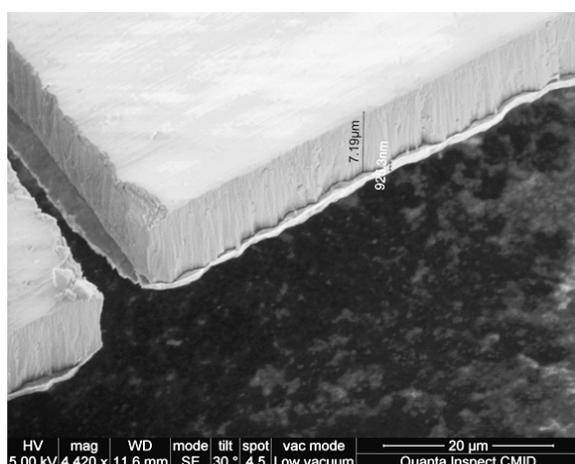
месте, не подвергнутом процедуре анодирования алюминия. Спектр РОР от пористых мембран состоит из двух пологих ступенек, что свидетельствует об образовании равномерного оксидного слоя на всю глубину анализа методики РОР. Однако видно, что в структуре ПАОА содержатся не только оксидообразующие элементы (кислород и алюминий), но и сера. Она распространена практически равномерно по всей глубине мембраны, с некоторым максимумом вблизи поверхности. Концентрация по объему может достигать 16 %.

Появление этой примеси может быть связано, во-первых, с качеством фольги, во-вторых, с результатами жидкостной очистки образцов после анодирования, и, в-третьих, с возможностью анионов кислоты встраиваться в формируемый оксид.

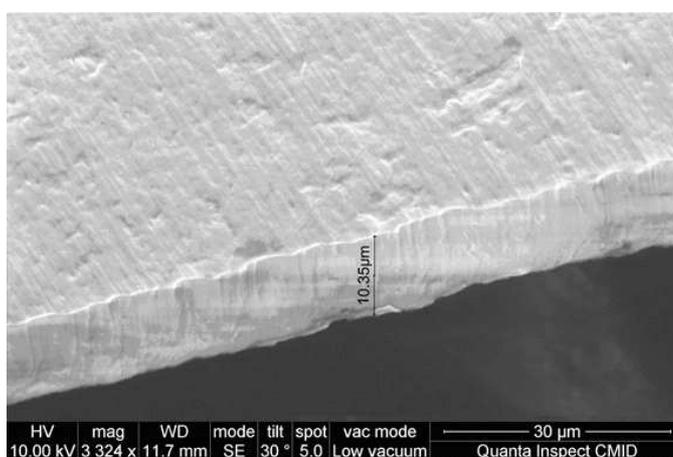
Равномерное распределение алюминия, кислорода и серы на протяжении всей глубины мембраны также подтверждают и результаты рентгеноспектрального микроанализа (РСМА).

Из рис. 6 видно, что в состав мембраны, полученной в электролите на основе серной кислоты с добавлением глицерина, входят такие элементы как Al, O, C, S, которые равномерно распределены по всей глубине сквозной мембраны.

За счет присутствия дополнительных ионов, мембраны не подходят для осуществления эффекта фокусировки пучка, так как, например, наличие серы способствует утечке заряда вместо формирования фокусирующего канала. Для quading — эффекта диэлектрические матрицы должны обладать довольно высоким сопротивлением, так как для таких пучков транспортировка обеспечивается за счет зарядки внутренних стенок. Однако данные мембраны подходят для транспортировки пучков заряженных частиц высоких энергий, так как в них транспортировка может обеспечиваться за счет зеркального отражения ионов, падающих под скользящими углами, то есть за счет малого углового рассеяния.



а



б

Рис. 4. РЭМ изображения мембран $\text{por-Al}_2\text{O}_3$ до (а) и после (б) удаления барьерного слоя

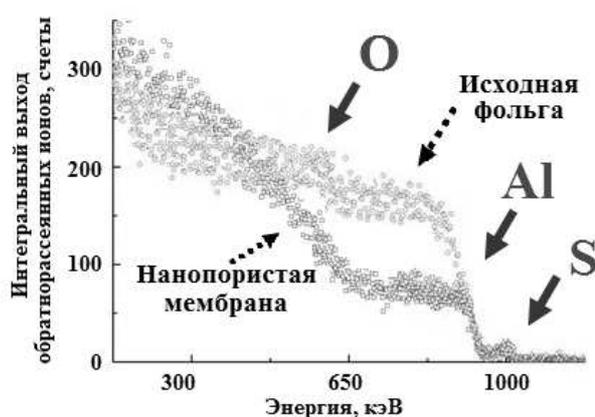


Рис. 5. Энергетический спектр обратнорассеянных ионов He^+ для угла рассеяния 120°

При исследовании мембран, сформированных электрохимическим анодированием в электролитах на основе 10 %-й фосфорной кислоты значительных концентраций примеси фосфор по глубине не обнаружено. Данные структуры имеют большой диаметр пор и малое межпорное расстояние, что делает их привлекательными при создании фотошаблона для ионной нанолитографии.

Необходимо отметить, что методику резерфордовского обратного рассеяния в сочетании с каналированием можно использовать и для анализа коэффициента пропускания созданных оксидных матриц. Для осуществления данного ис-

следования пучок ионов He^+ диаметром 1 мм наводился на поверхность образца. С помощью манипулятора в горизонтальной плоскости X устанавливался угол падения пучка зондирующих ионов $\Psi_x = 7^\circ$ и производилась запись спектра ROP образца в отсутствие каналирования. Затем угол Ψ_x ступенчато уменьшался, и на каждом шаге производилась запись энергетического спектра ROP. Это позволило построить зависимость выхода рассеянных ионов от угла падения пучка зондирующих ионов (рис. 7). В том случае, когда направление падения пучка ионов совпадает с низкоиндексным кристаллографическим направлением, вследствие эффекта каналирования наблюдается минимальный выход рассеянных ионов.

Из представленного ROP спектра для пор малого диаметра (~ 20 нм) видно, что при ориентации мембраны оксида алюминия по нормали к падению анализирующего пучка выход обратнорассеянных ионов резко падает в 9 раз (рис. 7). Это свидетельствует о том, что большая часть ионов пролетает сквозь мембрану.

Таким образом, используя методику ROP для исследования нанопористых мембран оксида алюминия, можно контролировать *in situ* изменение структуры под действием ионного облучения. Так как ток пучка контролируется с помощью независимой системы мониторинга, то в случае выхода обратнорассеянных ионов в направлении каналирования произойдет деградация пор в мембране.

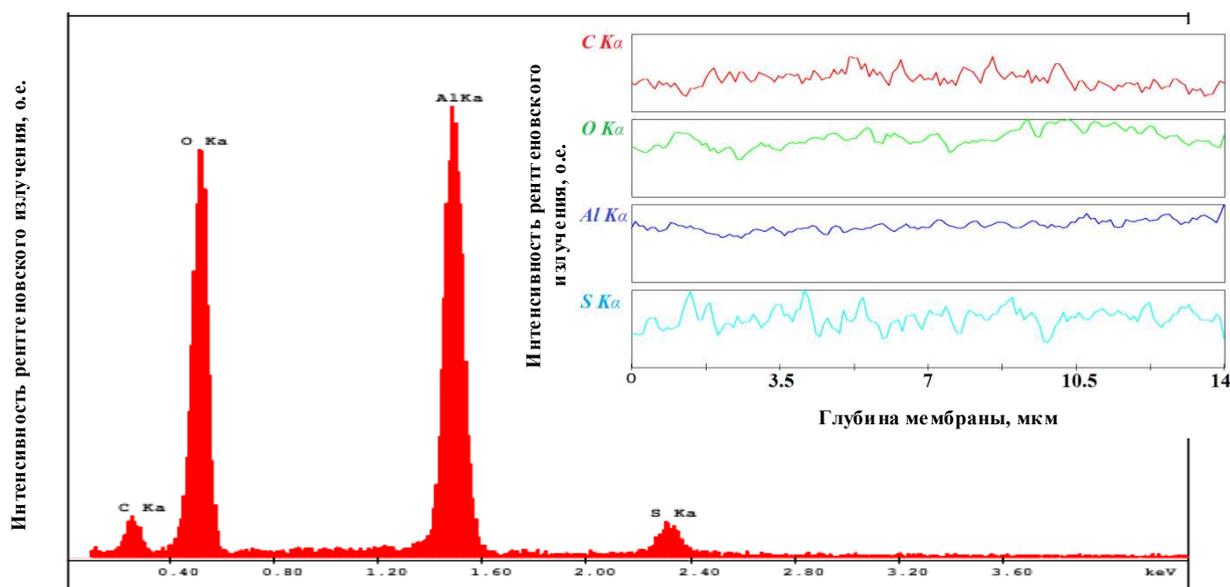


Рис. 6. Спектр РСМА с поверхности (а) и распределение элементов по глубине (б) мембраны, полученной в электролите на основе 17 %-й H_2SO_4 с добавлением глицерина

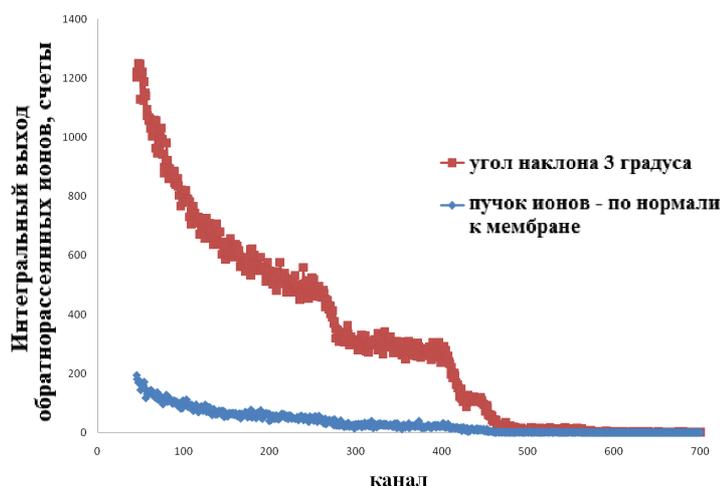


Рис. 7. Энергетический спектр обратнорассеянных ионов Ne^+ для угла рассеяния 120°

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Получены мембраны с заданными характеристиками. С помощью сканирующей электронной микроскопии проведена оценка их основных параметров (диаметр, межпорное расстояние). Отработаны режимы удаления барьерного слоя.

С помощью резерфордского обратного рассеяния показано, что при формировании мембран электрохимическим анодированием в электролитах на основе 30 %-й серной кислоты на глубине всей пленки есть сера. Данные подтверждаются рентгеноспектральным микроанализом. Наличие серы делает не пригодной мембрану для транспортировки низкоэнергетичных пучков заряженных частиц. Отмечено, что при формировании мембраны в электролитах на основе 10 %-й фосфорной кислоты значительных концентраций примесей по глубине нет, что делает их привлекательными при создании фотошаблона для ионной нанолитографии.

Используя методику резерфордского обратного рассеяния в сочетании с каналированием, предложено *in situ* контролировать изменение структуры мембраны под действием ионного облучения. Выявлено, что при увеличении выхода обратнорассеянных ионов в направлении каналирования, происходит деградация пор мембраны.

Summary

Capillary matrix of alumina with different structural parameters were created. It is shown the possibility of using Rutherford backscattering techniques in combination with the channeling effect for the study of porous matrix — membranes.

Литература

1. Шемухин А. А., Муратова Е. Н. Исследование прохождения пучков 1.7MeV He^+ через мембраны пористого оксида алюминия // ПЖТФ. 2014. Т. 40, вып. 5. С. 67 – 74.
2. Лучинин В. В., Муратова Е. Н., Шемухин А. А. Матрицы из пористого оксида алюминия как капиллярные матрицы — шаблоны для локализации воздействия ионов высоких энергий // Нано- и микросистемная техника. 2013. № 12. С. 39 – 41.
3. Влияние технологических параметров получения слоев нанопористого Al_2O_3 на их структурные характеристики / Е. Н. Муратова, Ю. М. Спивак, В. А. Мошников и др. // Физика и химия стекла. 2013. Т. 39. С. 473 – 480.
4. Ионно-пучковые методики ускорительного комплекса HVEE-500 НИИЯФ МГУ / А. А. Шемухин, П. Н. Черных, В. С. Черныш и др. // Прикладная физика. 2013. № 5. С. 59 – 62.
5. Shemukhin, A. A., Chernykh, P. N., Chernysh, V. S. et al. Ion-beam methods of the accelerator complex HVEE-500 SINP MSU Applied Physics, Issue 5, 2013, pp. 59 – 62
6. Формирование ультратонких слоев кремния на сапфире / А. А. Шемухин, Ю. В. Балакшин, В. С. Черныш и др. // Письма в ЖТФ. 2012. Т. 38, вып. 19. С. 83 – 89.
7. Механизмы дефектообразования и рекристаллизации в пленках кремния на сапфире при ионном облучении / А. А. Шемухин, Ю. В. Балакшин, В. С. Черныш и др. // ФТП. 2014. Т. 48, вып. 4. С. 535 – 538.
8. Спектроскопия рассеяния ионов средних энергий: изучение аморфизации германия под действием ионного облучения / А. А. Шемухин, Ю. В. Балакшин, П. Н. Черных и др. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2013. № 4. С. 25 – 28.
9. Привезенцев В. В., Куликаускас В. С., Затекин В. В. Исследование кремния, имплантированного ионами цинка и кислорода, методом спектроскопии резерфордского обратного рассеяния // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2014. № 8. С. 65 – 72.
10. Влияние параметров ионного облучения на образование дефектов в пленках кремния / А. А. Шемухин, Ю. В. Балакшин, А. В. Назаров и др. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2014. № 3. С. 56 – 58.

СЛОЖНЫЕ МНОГОКОМПОНЕНТНЫЕ АНТИЭМИССИОННЫЕ ПОКРЫТИЯ

А. А. Лисенков¹, Е. Д. Прялухин², Н. М. Радциг³, И. В. Сабуров², В. В. Смелова⁴

¹Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург

²ЗАО «С.Е.Д.-СПб», Санкт-Петербург

³ООО «Вириал», Санкт-Петербург

⁴Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ»
e-mail: lisran@yandex.ru

К сеточным электродам генераторных ламп, как к элементам, определяющим параметры и характеристики электронных приборов, предъявляются высокие требования, выполнение которых определяет качество выпускаемой продукции. Сетка представляет собой сложную решетчатую конструкцию с определенной степенью прозрачности. Выбор материала сеточных электродов определяется условиями их работы и особенностями конструкции прибора. В процессе работы сеточные узлы, располагающиеся в зоне электронного потока, должны обеспечивать высокое тепловое рассеивание, сохранять свои геометрические характеристики и обладать малым коэффициентом вторичной эмиссии.

Уменьшение эмиссии сеточных электродов может быть обеспечено максимальным снижением их рабочей температуры или достижением возможно большей работы выхода с поверхности. Конструктивные решения, снижающие температуру сеток, такие как, например, увеличение их рабочей поверхности или увеличение расстояния между сеткой и катодом, как правило, не приемлемы, т. к. приводят к снижению таких технических характеристик ламп, как крутизна, увеличению межэлектродных емкостей, габаритов и массы.

Наиболее эффективным в этом случае является использование при изготовлении сеточных электродов материалов и покрытий, обладающих высокими значениями интегрального коэффициента излучения и работы выхода, и представляющих сложную систему многослойных структур, состоящую из сплавов или химических соединений. Данная проблема становится весьма актуальной при создании мощных генераторных ламп, использующих перенапряженные режимы работы и высокие удельные мощности рассеивания на сетках до 20 Вт/см² и более, при соответствующем повышении рабочей температуры сеток.

Различные типы антиэмиссионных покрытий (рис. 1), в зависимости от типа прибора (уровень выходной мощности, тип катода) рассмотрены в [1]. Рассматривая антиэмиссионные покрытия нельзя обойти вниманием, возможность использования углеграфитовых материалов [2], роль которых в настоящее время не только не уменьшается, но вызывает все возрастающий интерес из-за уникального сочетания физико-механических, электрических и химических свойств.

Показано, что при осаждении в вакууме на тугоплавкую подложку (Mo, W) слоя углерода при последующем отжиге удается получать различные структурные модификации приповерхностного слоя [3, 4].

Для получения антиэмиссионного покрытия используют вакуумно-дуговые источники плазмы [5]. В этом случае способ получения интерметаллического антиэмиссионного покрытия Pt₃Zr на сетках мощных генераторных ламп состоит из следующих последовательно выполняемых операций: формирование поверхностного слоя карбида материала сетки, нанесение из плазмы вакуумно-дугового разряда на сеточное полотно слоя карбида циркония, гальваническое осаждение платины и отжиг сеточного электрода в вакууме.

Реализация данного технологического процесса осложняется тем, что сеточный электрод часто изготавливается из различных материалов (Mo, W, Ni) и для получения карбидного слоя применяются различные способы карбидирования, что в целом затрудняет технологический процесс изготовления. Кроме этого, эксплуатация антиэмиссионных покрытий показала, что в процессе работы использование покрытия предложенного состава не предотвращает встречной диффузии материалов.

Для получения интерметаллического антиэмиссионного покрытия Pt₃Zr на сеточных электродах генераторных ламп формирование слоя карбида материала сетки осуществляется при распылении графитового катода катодным пятном вакуумно-дугового разряда, с последующим нанесением из потока металлической плазмы

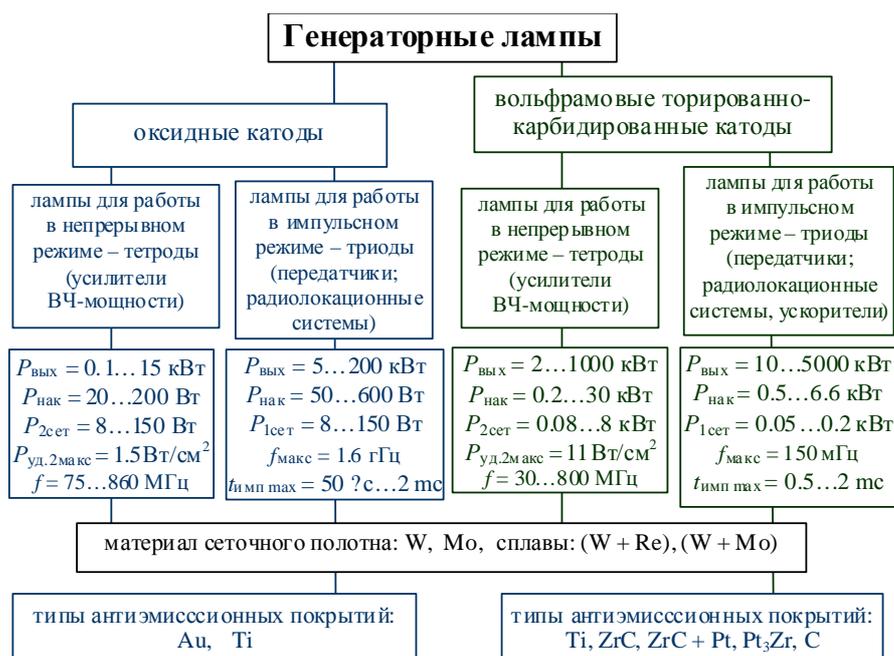


Рис. 1. Эксплуатационные параметры и материалы сеточных электродов

вакуумно-дугового разряда слоя циркония и карбида циркония (последовательность технологических операций формирования покрытия представлена в табл. 1).

Для нанесения покрытий использовалась установка вакуумно-дугового напыления с двумя источниками плазмы: с графитовым и циркониевым катодами. Графитовый катод (высокопрочный графит МПГ-6, изготовленный методом «холодного» прессования) крепился на торце водоохлаждаемого титанового основания. Специфика, формируемых покрытий на основе углерода, такова, что в зависимости от условий и методов их получения, они существенно различаются как по составу, так и по структуре, что определяется

состоянием обрабатываемого металла и удельной долей атомов углерода, вступающих в химическую реакцию и определяющих конфигурацию соединения.

Для определения компонентов, входящих в состав плазменного потока, использовался эмиссионный спектральный анализатор на базе модернизированной одномерной ПЗС-линейки TCD 1304. Излучение изучалось в диапазоне длин волн 220...950 нм с разрешением 1.5 нм. В качестве эталона использовался спектр излучения ртутно-кварцевой лампы низкого давления.

При распылении графита катодным пятном вакуумно-дугового разряда ($I_{\text{раз}} = 80 \text{ А}$, $p = 7.8 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$), в плазменном потоке фиксирова-

Таблица 1. Последовательность технологических операций формирования покрытия на молибденовой подложке

№	Технологическая операция	Процесс на подложке
1	Обработка поверхности при распылении графитового катода катодным пятном вакуумно-дугового разряда.	Образование объемного карбида молибдена (Mo-Mo ₂ C)
2	Формирование слоя циркония из потока металлической плазмы вакуумно-дугового разряда.	Образование на границе новой комбинированной фазы (MoC-C-ZrC-Zr)
3	Формирование слоя карбида циркония из потока металлической плазмы вакуумно-дугового разряда.	Образование комбинированной системы (Mo-Mo ₂ C) – (MoC-C-ZrC) – (Zr-ZrC)
4	Нанесение гальваническим путем на подготовленную подложку слоя платины	Образование многослойной системы [(Mo-Mo ₂ C)–(MoC-C-ZrC)–(Zr-ZrC)] – Pt
5	Вакуумный отжиг	Образование соединения Pt ₃ Zr с многокомпонентным слоем, состоящим: (Mo-Mo ₂ C) – (MoC-C-ZrC) – Pt _x Zr _y – Pt ₃ Zr

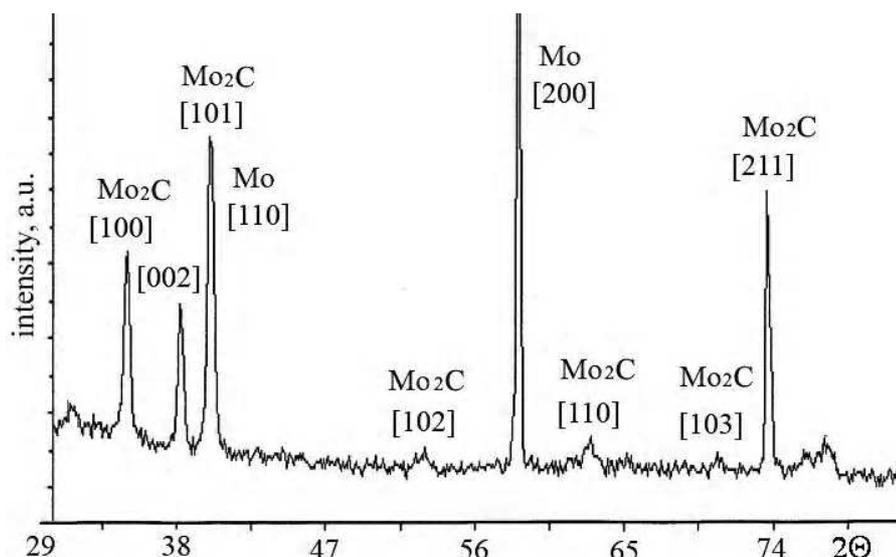


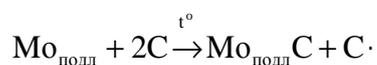
Рис. 2. Рентгеновская дифрактограмма карбида димолибдена (Mo_2C) на молибденовой подложке ($\text{Cu}_{K\alpha}$ -излучение)

лись положительно заряженные (СII, СIII), возбужденные и нейтральные частицы углерода [6], а также молекулы, углеродные конгломераты материала и сложные частицы, образовавшиеся в результате соединения нескольких частиц.

Введение в рабочий объем аргона (Ar) или гелия (He) способствовало повышению степени ионизации плазменного потока, при этом, в спектре излучения наблюдались интенсивные линии в длинноволновой области.

Модифицирование поверхности материала подложки достигалось за счет согласования следующих физических процессов: распыление графитового катода катодным пятном вакуумно-дугового разряда, формирование, транспортировка и выделение заряженной компоненты плазменного потока, ускорение и осаждение положительных ионов углерода на тугоплавкую основу (температура подложки варьировалась от 300 до 900 К).

При условии равновесия поступления заряженных частиц углерода (dn_c/dt) на обрабатываемую поверхность с процессом переноса вещества в глубь подложки ($dn_{\text{лба}}/dt$) для многокомпонентных систем выгодным оказывается сосуществование не элементов, а химических соединений. В этом случае, одновременно с насыщением поверхностного слоя углеродом (диаметры атомов углерода и молибдена соответственно равны 0,15 нм и 0,28 нм), на подложке протекает реакция образования объемного карбидного соединения (табл. 1, операция 1):



Растворимость углерода в молибдене в интервале температур 300...1070 К определяется примерно как 0,3 % по массе, а при температуре выше 1770 К резко увеличивается. Поэтому дальнейшее проникновение углерода в приповерхностную область сопровождается образованием в ней объемного карбида молибдена (Mo_2C). Карбид обладает решеткой гексагональной структуры Vh, а из зафиксированных на дифрактограммах линий следует отметить присутствие линий: [101], [100] и [002], а также [102], [110] и [103] (рис. 1). Толщина формируемого карбида определяется температурой подложки и энергией частиц, и составляла 7...10 мкм (табл. 1, операция 1). При увеличении времени обработки или при увеличении притока заряженных частиц углерода ($dn_c/dt > dn_{\text{лба}}/dt$) на поверхности подложки формируется слой углеродного покрытия.

После формирования подслоя карбида молибдена на подложку толщиной до 3 мкм напыляется переходный слой циркония (табл. 1, операция 2). В этом случае, за счет высокоэнергетичных ионов циркония (ZrII, ZrIII) и одновременной диффузии атомов, осаждающихся на границе поверхностного раздела (MoC – Zr), происходит образование новой комбинированной фазы (MoC – C – Zr) (табл. 1, процесс 2), сопровождающееся появлением зерновой структуры.

Изменение кристаллической модификации определяется различными коэффициентами диффузии в разных направлениях кристаллографических осей для одной решетки. При этом наблюдается постепенное формирование конкури-

рующих между собой разных кристаллических решеток новой фазы.

Процесс образования на поверхности карбидной фазы (ZrC) с минимальным содержанием углерода сопровождается уменьшением доли объемного карбида (Mo_2C) в молибденовом основании. Реакция образования ZrC во всем интервале температур термодинамически более выгодна, т. к. коэффициент диффузии Zr из ZrC в молибден на несколько порядков ниже, чем коэффициент диффузии циркония и самого молибдена в молибдене, что указывает о стабильности соединения ZrC.

Формирование промежуточного слоя ($\text{MoC} - \text{C} - \text{ZrC} - \text{Zr}$) с согласованными свойствами покрытия и подложки снижает напряжения, увеличивает прочность сцепления и является основой для синтеза из потока металлической плазмы вакуумно-дугового разряда в среде углеродосодержащего газа (C_6H_6) покрытия карбида циркония (ZrC) (Табл. 1, операция 3). Покрытие толщиной до 7 мкм имеет хорошо сформированную кристаллическую структуру с преимущественной ориентацией [111] – 2.712 Å. На дифрактограммах отмечались все линии максимальной интенсивности, из которых следует также отметить: [200] – 2.3361 Å [220] – 1.6545 Å и [311] – 1.409 Å.

Расчетное межплоскостное расстояние составило 2.7120 ± 0.0026 Å, в то время как табличное значение по ASTM для hkl – [111] равняется 2.709 Å. Период решетки для стехиометрического состава карбида циркония равен $a = 4.6980$ Å, а для полученных образцов расчеты по линиям [200] – 2.3361 Å, [220] – 1.6545 Å и [311] – 1.409 Å дали значение $a = 4.6917$ Å. Незначительные расхождения свидетельствуют о наличии в формируемой структуре дефектов.

После осаждения в электролитическом растворе слоя платины (Pt) (табл. 1, операция 4) при термической обработке в вакууме (табл. 1, операция 5), в сформированной системе ($\text{Mo} - \text{Mo}_2\text{C}$) – ($\text{MoC} - \text{C} - \text{ZrC}$) – ($\text{Zr} - \text{ZrC}$) – Pt, происходит образование интерметаллического соединения Pt_3Zr с многокомпонентным барьерным слоем, состоящим из последующих слоев: (Mo_2C), ($\text{MoC} - \text{C} - \text{ZrC}$) и ($\text{ZrC} - \text{Zr}$) (рис. 3).

Проведенные эксплуатационные исследования показали, что использование в качестве проме-

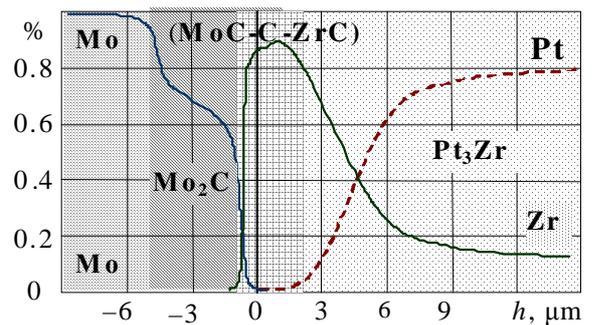


Рис. 3. Распределение элементов по толщине шлифа покрытия на молибденовой подложке (Mo) после отжига

жуточного слоя между материалом сеточного полотна (Mo) и антиэмиссионным покрытием (Pt_3Zr) сложного многокомпонентного покрытия (Mo_2C , $\text{MoC} - \text{C} - \text{ZrC}$, $\text{ZrC} - \text{Zr}$) при рабочих температурах позволяет обеспечить снижение встречных диффузионных процессов и повысить срок службы антиэмиссионных сеточных покрытий.

Summary

How to obtain complex combined coatings.

Литература

1. Современные технологические процессы в производстве мощных генераторных ламп / В.Т. Барченко, А. А. Лисенков, В. С. Прилуцкий и др.; под ред. Ю.А. Быстрова. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2009. 213 с.
2. Ветров Н. З., Барченко В. Т., Лисенков А. А. Технологические вакуумно-дуговые источники плазмы / СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2012. 243 с.
3. Галь Н. Р., Рутьков Е. В., Тонтегоде А. Я. Диффузия углерода между объемом и поверхностью (100) молибдена // ЖТФ. 2002. Т. 72, вып. 4. С. 113 – 119.
4. Bystrov Yu. A., Vetrov N. Z., Lisenkov A. A. Barrier Layer of an Anti-Emission Coating // Technical Physics Letters .2010. Vol. 36. № 6. С. 570 – 573.
5. Быстров Ю. А., Ветров Н. З., Лисенков А. А. и др. Способ получения интерметаллического антиэмиссионного покрытия. Патент РФ № 2261940. С23С28/00, С23С14/24, С23С14/58, H01J1/48, H01J19/30 №2004114090, заявл. 30.04.2004. Б. И. № 28. 2005.
6. Лисенков А. А., Ветров Н. З., Рагциг Н. М. Применение углеродосодержащих покрытий в производстве генераторных ламп. Вакуумная техника и технология. 2001. Т. 11. № 4. С. 167 – 170.

АНАЛИТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ ПЛЕНОК НА КОНТАКТНОЕ ТЕРМИЧЕСКОЕ СОПРОТИВЛЕНИЕ РАЗЪЕМНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

В. А. Савченко, С. П. Столяров

Санкт-Петербургский морской технический университет
190008, Санкт-Петербург, ул. Лоцманская, д.3
E-mail: vlad.savchenko88@mail.ru

В статье описывается алгоритм расчета величины контактного термического сопротивления взаимодействия поверхностей с пленками. Дополнительными факторами, учтенными в расчете, являются сухая адгезия и термическая ректификация. Исследование выполнено для разъемного фланцевого соединения корпус регенератора – верхний термостабилизирующий корпус двигателя Стирлинга 1Р30/6. В качестве результатов представлены диаграмма величины КТС в зависимости от рода поверхностной пленки и эпюры распределения тепловых полей корпусных конструкций двигателя Стирлинга.

Для двигателей Стирлинга важной проблемой является создание термически изолированных полостей горячего и холодного цилиндров, что способствует повышению эффективности цикла и обеспечению работоспособности деталей. Также актуальной задачей является перераспределение тепловых полей во внутреннем контуре с целью снижения термической нагрузки на трущиеся элементы (уплотнения, подшипники) и интенсификация процесса охлаждения рабочего тела. Одним из эффективных способов воздействия на температуру элементов двигателя является управление тепловыми потоками посредством изменения контактного термического сопротивления (КТС). Подробная постановка задачи и методика расчета величины КТС представлены в [1].

Верхние слои твердого тела сохраняют свои ювелирные свойства только в условиях глубокого вакуума или в инертной среде [2]. При механической обработке под воздействием повышенной температуры и ввиду наличия поверхностной энергии на поверхностях деталей мгновенно образуются тонкие окисные, адсорбированные покрытия, а также капиллярные пленки воды и смазочно – охлаждающей жидкости (СОЖ).

Естественные и искусственные пленки оказывают значительное влияние на величину КТС соединения. Окисные пленки, образующиеся на поверхностях металлов при контакте с атмосферными газами, как правило, характеризуются низким коэффициентом теплопроводности, повышенной твердостью и склонностью к хрупкому растрескиванию под действием нагрузки.

При взаимодействии тел с окисными пленками под действием усилия затяжки фланцевого соединения или массы детали окисная корка разламывается. В стыке образуются теплоизоляционные участки оксидов металлов, что приводит к увеличению объема газовой прослойки, которая является дополнительным тепловым барьером. КТС с учетом окисных пленок может повысить величину температурного скачка в десятки раз относительно случая взаимодействия поверхностей без пленок.

Целью работы является аналитическое исследование влияния тонких гальванических и окисных пленок на КТС разъемного фланцевого соединения корпус регенератора - верхний термостабилизирующий корпус двигателя Стирлинга 1Р30/6. Подробное описание двигателя, конструктивные особенности и назначение представлены в [3].

Расчетная схема поверхности с покрытием представлена на рис. 1.

Термическое сопротивление газовой среды определяется по соотношениям, представленным в [1]. Сопротивление фактического контакта вычисляется как последовательное [4]

$$R_{\text{факт}} = R_{\text{стм}} + R_{\text{ст0}}, \quad (1)$$

где $R_{\text{стм}}$ – сопротивление стягивания в основном металле; $R_{\text{ст0}}$ – сопротивление стягивания окисной пленки.

Сопротивления стягивания в основном металле зависит от стягивания линий теплового потока от сечения площадью πr_0^2 к сечению площадью $\pi r_{\text{ст}}^2$ (рис. 1.).

$$R_{стм} = \frac{\Psi_{стт}}{2\lambda_m \rho_{ст} n'} \quad (2)$$

где $\Psi_{ст1}$ – коэффициент стягивания линий теплового потока к минимальной площадке на границе раздела металл – окисная пленка [4]; n – число пятен контакта [1]; λ_m – приведенный коэффициент теплопроводности материалов контактирующих поверхностей.

Сопротивление стягивания окисной пленки зависит от стягивания линий теплового потока от сечения площадью $\pi r_{ст}^2$ к сечению площадью πr^2 (рис. 1.)

$$R_{ст0} = \frac{4\Psi_{стт}}{\pi\lambda_{сл}\rho n'} \quad (3)$$

где $\lambda_{сл}$ – коэффициент теплопроводности материала поверхностной пленки; $\Psi_{ст2}$ – коэффициент стягивания линий теплового потока к минимальной площадке на границе раздела контактирующих поверхностей [4].

Для случая взаимодействия двух поверхностей с тонкими пленками расчетная зависимость для вычисления сопротивления стягивания окисной пленки принимает вид

$$R_{ст0} = \frac{8\Psi_{стт}}{\pi\lambda_{сл}\rho n'} \quad (4)$$

где $\lambda_{сл}$ – приведенный коэффициент теплопроводности пленок контактирующих поверхностей.

Поскольку величина $\rho_{ст}$ носит гипотетический характер, найти ее не представляется возможным. В то же время, очевидно, что при наличии менее теплопроводной пленки на поверхности детали из всех возможных сопротивлений, которые получаются при искусственном подборе распределений линий теплового потока, наиболее близким к действительному будет максимальное результирующее сопротивление.

Таким образом, для заданной геометрии элементов и данных значений теплопроводности подбор $\rho_{ст}$ в пределах $\rho_{ст} \in [\rho, \rho_0]$ для которого термическое сопротивление имеет максимум, дает возможность аппроксимировать действительное сопротивление стягивания анализируемого канала [4]. В случае расчета поверхности с более теплопроводной пленкой наиболее близким к действительному распределению линий теплового тока будет минимальное результирующее сопротивление для $\rho_{ст} \in [\rho, \rho_0]$.

В случае применения толстых покрытий (технология наплавки мягкого теплопроводного ме-

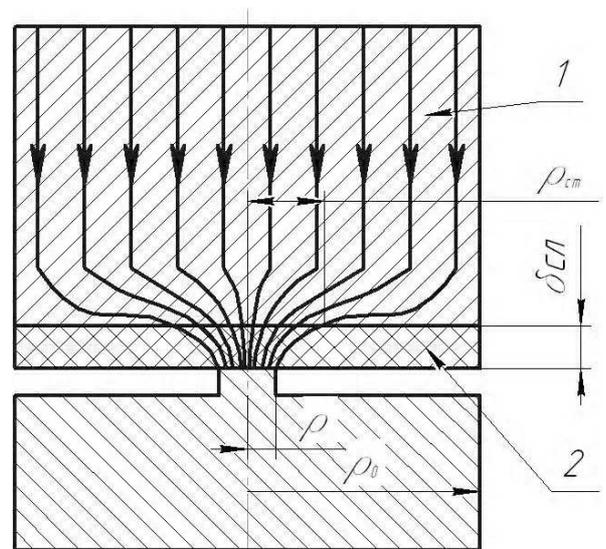


Рис. 1. Двухслойная модель контакта: 1 – основной металл детали; 2 – пленка; r – радиус пятна фактического контакта [1]; ρ_0 – радиус элементарного цилиндра в сечении недеформированных линий теплового тока; $\rho_{ст}$ – радиус цилиндра стягивания линий теплового тока

талла газовой горелкой) подложка оказывает слабое влияние на зону взаимодействия. Расчет термического сопротивления допустимо вести по алгоритму вычисления КТС сопряжения поверхностей без покрытия, принимая физические свойства детали (коэффициент теплопроводности, твердость) равными свойствам наплавляемого материала [5].

В классической постановке задачи контактного взаимодействия не учитываются поверхностные силы соприкасающихся тел. Основываясь на потенциале Леннарда – Джонса, можно предположить наличие дополнительной притягивающей или отталкивающей силы атомарного взаимодействия в зависимости от расстояния между частицами веществ. При расчете КТС дополнительную контактную нагрузку можно вычислить по формуле [5]

$$N_a = n \left[\left(\frac{4\rho^3 E_{np}}{3r} - 2\pi\rho^2 \left(\frac{4\gamma E_{np}}{\pi\rho} \right)^{1/2} \right) \right], \quad (5)$$

где E_{np} – приведенный модуль Юнга материалов контактирующих поверхностей; γ – работа по разделению поверхностей.

Для соединений деталей из различных материалов при различной температуре характерно наличие явления термической ректификации.

Тепло течет от горячего тела к холодному, на поверхности первого образуются выступы, вызванные тепловым расширением материала. На поверхности более холодной детали образуются впадины. Если взаимодействуют тела из одинаковых материалов, то выступы и впадины равны по величине, контактные напряжения не изменяются от наличия и направления потока тепла. При контакте двух деталей, изготовленных из материалов с различными теплофизическими свойствами, появляются дополнительные сжимающие или растягивающие напряжения.

Учесть данное явление можно с помощью зависимости для вычисления дополнительной нагрузки

$$N_{\text{рект}} = \frac{\lambda_m}{\pi} (\chi_2 - \chi_1) \Delta t E_{\text{пр}} \rho^2, \quad (6)$$

$$\chi = \alpha(1 + \mu) / \lambda$$

где χ – коэффициент искажения материала [5]; μ – коэффициент Пуассона; α – коэффициент линейного расширения; Δt – температурный перепад контактирующих деталей.

Применительно к разъемному фланцевому соединению корпус регенератора (15ХМ) – верхний термостабилизирующий корпус (АмГ5) результаты расчетов величины КТС с учетом влияния тонких поверхностных пленок, сухой адгезии и термической ректификации представлены

на рис. 2. Исходные поверхности изготавливаются точение с $Rz = 10$ мкм, радиус скругления микровыступов $r = 19.7$ мкм, коэффициенты кривой опорной поверхности $b = 1.4, v = 1.95$ [6].

Результаты расчетов свидетельствуют о значительном влиянии наличия и физических свойств поверхностных пленок на показатели термического сопротивления контакта. Так КТС поверхностей с окисными пленками (Al_2O_3 и Fe_2O_3) практически в 3 раза превосходит аналогичную величину для деталей с серебряным покрытием. Влияние толщины покрытия сопоставимо с погрешностью алгоритма расчета. Поэтому экономически целесообразно назначать минимальный слой осаждаемого металла. По данным [7] в зависимости от условий работы толщина пленки равна для легких, средних, жестких, особо жестких условий соответственно 3, 6, 9, 12 мкм.

Для исследуемого соединения сила термической ректификации составила порядка 120 Н, сухая адгезия около 100 кН.

Нанесение гальванических высокотеплопроводных покрытий эффективно на одну из взаимодействующих поверхностей, нанесение пленок на обе детали не дает ощутимого снижения исследуемой величины.

На рис. 3 представлены эпюры распределения температуры корпусных деталей двигателя Стирлинга 1Р30/6.

Представленные эпюры демонстрируют возможность конструктивного управления распределением тепловых полей посредством изме-

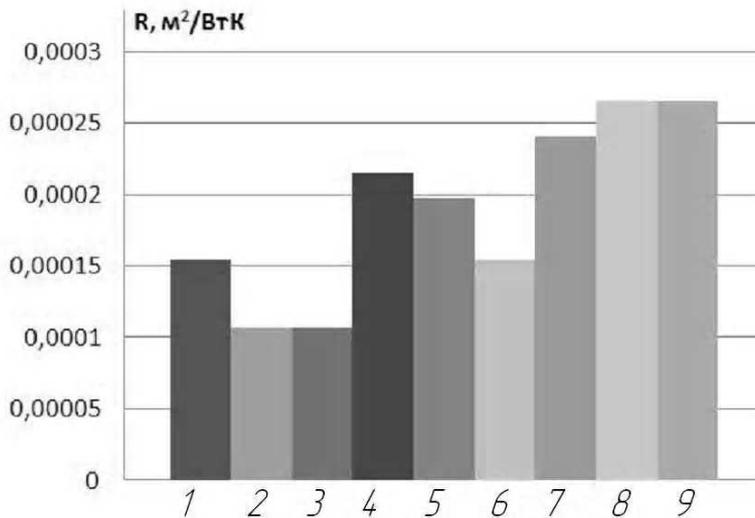


Рис. 2. Диаграмма величины КТС соединения корпус регенератора – верхний термостабилизирующий корпус: 1 – без пленок; 2 – пленка Ag толщина 30 мкм; 3 – пленка Cu толщина 30 мкм; 4 – пленка Sn толщина 30 мкм; 5 – пленка Cd толщина 30 мкм; 6 – пленка Pb толщина 30 мкм; 7 – пленка Al_2O_3 толщина 30 мкм; 8 – пленка Fe_2O_3 толщина 30 мкм; 9 – пленки на двух поверхностях Al_2O_3 и Fe_2O_3 толщина 30 мкм

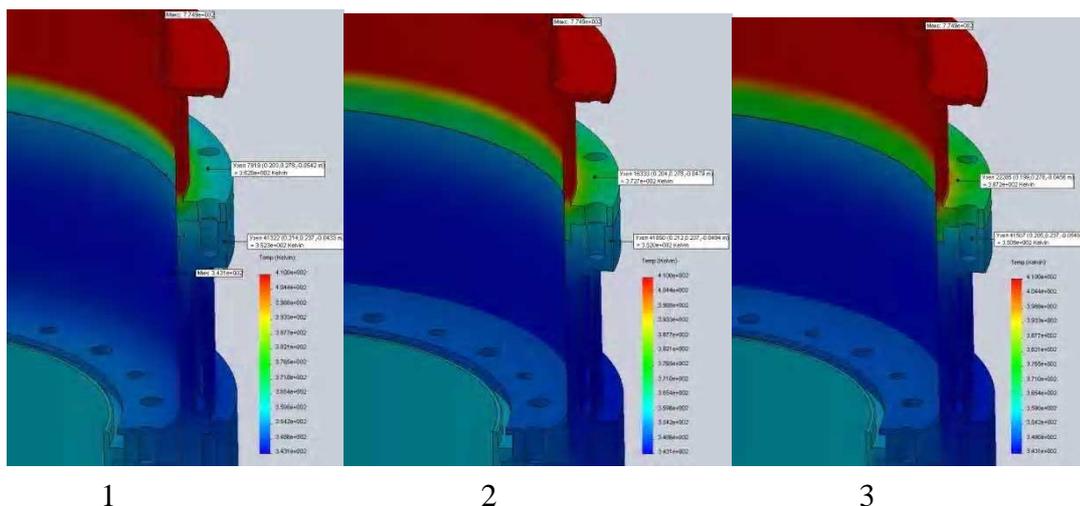


Рис. 3. Эпюры распределения температуры корпусных деталей двигателя Стирлинга 1R30/6: 1 – идеальный контакт; 2 – пленка Ag толщина 30 мкм на поверхности корпуса регенератора; 3 – пленка Fe_2O_3 толщина 30 мкм на поверхности корпуса регенератора

нения КТС с помощью тонких пленочных покрытий. Термический скачок между фланцами корпуса регенератора и верхнего термостабилизирующего корпуса может быть увеличен более чем на 10 К, что снижает утечку тепла по корпусным конструкциям двигателя и способствует повышению эффективности цикла. Методы изменения величины КТС могут быть использованы в других узлах двигателя Стирлинга, а именно: детали системы охлаждения (верхний термостабилизирующий корпус – нижний термостабилизирующий корпус, втулка рабочего поршня – втулка нижнего термостабилизирующего корпуса, шайба направляющая – нижний термостабилизирующий корпус), детали, взаимодействующие с полимерными уплотнительными материалами (крестовина – втулка полимерная, вставка нижняя – втулка полимерная, кольцо уплотнительное штока – рабочий поршень), элементы ромбического механизма, служащие местами запрессовки подшипников качения (наружная обойма подшипника - траверса).

Summary

In the article the algorithm of calculation of size of contact thermal resistance of interaction of surfaces with films is described. The additional factors, which were considered in calculation, are dry adhesion and thermal

rectification. Research is executed for demountable flange connection the regenerator case – the top thermostabilizing case of Stirling engine 1R30/6. As results are presented the chart of sizes CTS depending on a sort of a surface films and an epyura of distribution of thermal fields of case details of Stirling engine.

Литература

1. Савченко В. А., Столяров С. П. Расчет контактного термического сопротивления в разъемных и неразъемных соединениях с учетом усилия сжатия и свойств заполняющей среды // Материалы XXXXIII Всероссийского симпозиума «Механика и процессы управления». Том 2, Москва, 2013. С. 120 – 130.
2. Шлыков Ю. П. Контактное термическое сопротивление. – М.: Энергия, 1977. – 328 с.
3. Двигатель Стирлинга 1R30/6 / С. П. Столяров, Л. В. Долгов, К. О. Смирнов и др. // Актуальные проблемы морской энергетики: материалы Всероссийской межотраслевой научно-технической конференции. – СПб.: Изд.-во СПбГМТУ, 2012.
4. Попов В. М. Теплообмен через соединения на клеях. – М.: Энергия, 1974. 304 с.
5. Джонсон К. Механика контактного взаимодействия. – М.: Мир, 1989. 510 с.
6. Демкин Н. Б. Контактное шероховатых поверхностей. – М.: Наука, 1970. 226 с.
7. Шлугер М. А. Гальванические покрытия в машиностроении. Справочник. В 2-х томах. – М.: Машиностроение, 1985. Т. 1. 240 с.

МЕТОДИКА РАСЧЕТА ПАРАМЕТРОВ ПЛАЗМЫ ЛАЗЕРОВ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА

А. С. Киселев, Е. А. Смирнов

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ»
197376, Российская Федерация, Санкт-Петербург, ул. Проф. Попова, д. 5
e-mail: eas633@yandex.ru

Разработана методика расчета электронной температуры и градиента потенциала в положительном столбе разрядных промежутков, характерных для лазеров тлеющего разряда. Методика базируется на использовании уравнения баланса ионизации в многокомпонентных газовых разрядах, протекающих в узких протяженных трубках. Получено удовлетворительное согласие расчетных и экспериментальных результатов применительно к условиям лазеров на углекислом газе.

Параметры плазмы определяющим образом влияют на электрические характеристики газоразрядных трубок лазеров тлеющего разряда (ЛТР). В первую очередь это относится к виду вольт-амперных характеристик (ВАХ) протяженных разрядных промежутков лазеров [1, 2]. Импеданс плазмы, влияющий на динамическую устойчивость токовой цепи ЛТР [3], в существенной мере зависит от величин статического и дифференциального сопротивлений, определяемых ВАХ [4, 5]. При рассмотрении процессов в лазерах тлеющего разряда к важнейшим параметрам плазмы относятся температура электронов T_e и продольный градиент потенциала E_z в положительном столбе. Электронная температура зависит от особенностей разрядных условий.

При нахождении электронной температуры T_e оказывается необходимым решение трансцендентного относительно T_e уравнения баланса ионизации. Для решения такого уравнения применительно к многокомпонентным газовым смесям, характерным для лазеров тлеющего разряда, целесообразно использовать машинные методы расчета. Это, естественно, требует разработки методики расчета параметров плазмы, которая будет предопределять алгоритм функционирования программы.

Поскольку заряженные частицы в плазме связаны между собой кулоновскими силами взаимодействия, диффузия их носит специфический характер. Электроны, обладающие большей подвижностью и энергией по сравнению с ионами, опережают последних в процессе диффузии. Пространственный заряд оставшихся позади ионов стремится удерживать электроны и ускоряет диффузионное движение ионов. Диффузия заряженных частиц обоих знаков может протекать в плазме только совместно и называется амби-

лярной диффузией. Коэффициент амбиполярной диффузии D_0 равен [5]:

$$D_0 = \frac{D_e b_i + D_i b_e}{b_i + b_e}, \quad (1)$$

где D_e и b_e – коэффициент диффузии и подвижность для электронов, D_i и b_i – то же для ионов. Поскольку обычно $b_i \ll b_e$ и $T_i \ll T_e$, выражение (1), можно преобразовать к иному виду, используя известное соотношение Эйнштейна:

$$D_0 = b_i \frac{kT_e}{e}, \quad (2)$$

где k – постоянная Больцмана.

В экспериментах с газоразрядными лазерами плазма заключена в цилиндрическую трубку с внутренним радиусом R . Если положить, что рекомбинация в объеме незначительна, а нейтрализация зарядов в основном происходит за счет амбиполярной диффузии с последующей рекомбинацией на стенках, то для плазмы ЛТР конфигурацию радиального распределения концентрации зарядов можно использовать в виде

$$n_e(r) = n_{e0} J_0(kr),$$

где $k=2,405/R$; n_{e0} – концентрация электронов на оси трубки; R – радиус разрядной трубки; J_0 – функция Бесселя; r – текущая радиальная координата.

Условие баланса зарядов для такого цилиндрического плазменного столба позволяет однозначно связать среднюю частоту ионизации с коэффициентом биполярной диффузии

$$R^2 \frac{\nu_i}{D_6} = (2,405)^2. \quad (3)$$

Из (2) и (3) следует, что частота ионизации определяется как

$$\nu_i = \frac{b_i k (2,405)^2 T_e}{R^2 e}.$$

Средняя частота ионизации записывается как

$$\nu_i = n_a \int_0^{\infty} q_i(U) \nu(U) f(U) dU, \quad (4)$$

где n_a – концентрация атомов; q_i – сечение ионизации; $f(U)$ – максвелловская функция распределения по энергиям, которая использовалась в виде

$$f(U) dU = 2\pi \left(\frac{e}{\pi k T_e} \right)^{\frac{3}{2}} U^2 e^{-\frac{eU}{kT_e}} dU, \quad (5)$$

где $\nu(U) = \sqrt{2(e/m_e)U}$ – скорость электронов; m_e – масса электрона.

На первом этапе для аппроксимации сечения ионизации атомов и молекул была выбрана линейная зависимость:

$$q_i(T_e) = \alpha_i (U - U_i), \quad (6)$$

где α_i – константа ионизации; U_i – потенциал ионизации.

После подстановки (5, 6) в выражение (4) и последующего интегрирования, выражение для частоты ионизации принимает вид:

$$\nu_i = n_{\alpha} \bar{q}_i \bar{\nu},$$

где $\bar{q}_i = \alpha_i \exp\left(\frac{-eU_i}{kT_e}\right) \left(U_i + \frac{2kT_e}{e}\right)$ – усреднённое эффективное сечение ионизации атома; $n_{\alpha} = p/kT_{\Gamma}$ – концентрация атомов газа при давлении p , Па и температуре газа T_{Γ} ; $\bar{\nu} = \sqrt{8kT_e / \pi m_e}$ – средняя скорость электронов плазмы.

Таким образом, частота ионизации:

$$\nu_i = n_{\alpha} \left(\frac{8kT_e}{\pi m_e} \right)^{1/2} \alpha_i \exp\left(\frac{-eU_i}{kT_e}\right) \left(U_i + \frac{2kT_e}{e} \right) \quad (7)$$

Трансцендентное уравнение (7) применимо только для однокомпонентных активных сред газоразрядных лазеров. Для многокомпонентных газовых смесей в левой части уравнения (4) следует использовать сумму частот ионизации всех входящих в смесь газов:

$$\sum_j \nu_i(j) = \frac{(2,405)^2 b_i k T_e}{R^2 e}. \quad (8)$$

В этих условиях средняя подвижность ионов газов может быть рассчитана с использованием закона Бланка [6]:

$$\frac{1}{b_i} = \sum_j \frac{p_j}{b_{i0j}},$$

где p_j – парциальное давление газа сорта j ; b_{i0j} – единичная (при $p = 1$ Па) подвижность ионов газа сорта j в собственном газе.

Для вычисления электронной температуры T_e выражение (8) трансформируется к виду:

$$F = \sum_j \nu_i(j) - \frac{23,1 b_i k T_e}{e d^2}.$$

Функция $F = f(T_e)$ с ростом T_e изменяется немонотонно. $F > 0$ и имеет малое абсолютное значение при малых значениях T_e . С ростом температуры F увеличивается, достигает максимума и затем начинает падать, переходя через нулевое значение в область отрицательных значений. С учетом этого обстоятельства и требуемой точности расчета ($T_e \leq 10$ К) машинный расчет температуры проводится с использованием циклического процесса, шаг которого изменяется в 10 раз при каждом переходе функции F через ноль. Одновременно с этим изменяется и знак шага. Условием выхода из цикла являются условия: либо $F = 0$, либо функция F переходит через ноль при шаге, равном 10 К.

Продольный градиент E_z потенциала в положительном столбе находился с помощью выражения:

$$E_z = \frac{2kT_e \sqrt{\chi}}{e \lambda_e},$$

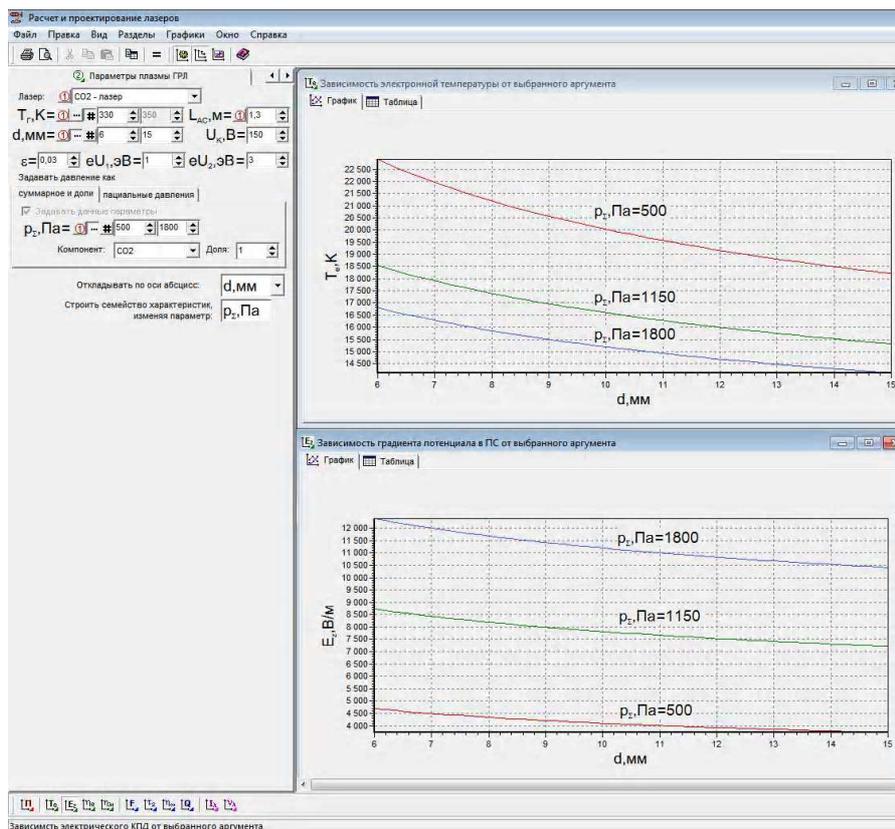


Рис. 1. Зависимости электронной температуры и градиента потенциала от диаметра разрядного канала при различных давлениях газовой смеси

где χ – коэффициент аккомодации электронов; λ_e – средняя длина свободного пробега электронов в смеси газов.

При незначительных вариациях электронной температуры в конкретной газовой смеси величина χ может считаться константой. В общем случае χ является сложной функцией условий разряда. Получив экспериментально набор значений χ для различных условий разряда, можно получить функциональную связь между коэффициентом аккомодации электронов и диаметром разрядного канала, давлением и родом газов, входящих в активную смесь лазера. Такой подход позволит реализовать более точный расчет E_z .

Средняя длина свободного пробега электронов λ_e , необходимая для расчета градиента потенциала в многокомпонентных газовых смесях, с достаточной для практики точностью может быть определена как:

$$\frac{1}{\lambda_e} = \sum_j \frac{P_j}{\lambda_{e0j}}$$

где λ_{e0j} – единичная (при $p = 1$ Па) длина свободного пробега электронов в газе сорта j .

Изложенная методика была положена в основу программы для расчета T_e и E_z . Программа допускает выбор типа лазера или необходимой газовой смеси, и режима отображения расчетной информации, задание констант, а также диапазонов изменения диаметра разрядного канала, суммарного и парциальных давлений газовых компонент и температуры газов. Тестирование программы проводилось для одноатомных газов и показало хорошее совпадение расчетных значений T_e с полученными значениями из универсальной кривой [6]. Пример расчета параметров плазмы молекулярного CO_2 -лазера представлен на рис. 1.

Приведенные результаты расчета электронной температуры и градиента потенциала в положительном столбе, а также их функциональные зависимости от разрядных условий с достаточной степенью точности согласуются с экспериментальными данными. Это является основанием для использования разработанной программы для расчёта параметров плазмы в многокомпонентных газовых смесях, используемых в лазерах тлеющего разряда.

Summary

The calculation method of electronic temperature and the potential gradient of positive column of the discharge intervals, that inherent for lasers of the glow discharge has been developed. This method is using the ionization balance equation in the multicomponent gas discharges, that proceeding in narrow extended tubes. The satisfactory consent of settlement and experimental results in relation to conditions of lasers on carbon dioxide has been received.

Литература

1. Киселев А. С., Смирнов Е. А. Исследование вольтамперных характеристик тлеющего разряда в протяженных трубках // Вакуумная техника и технология. 2014. Т. 23, № 1. С. 172–174.

2. Смирнов Е. А., Морозов С. С., Тимошичев А. А. Регенерация активных элементов лазеров тлеющего разряда // Петербургский журнал Электроники. 2008. № 2–3. С. 39–48.

3. Привалов В. Е., Смирнов Е. А. Стабилизация мощности излучения лазеров тлеющего разряда и их применение (обзор) // Оптико-механическая промышленность. 1986. № 11. С. 52–60.

4. Привалов В. Е., Смирнов Е. А. Исследование динамического сопротивления тлеющего разряда // Электронная техника. Сер. 4. Электровакуумные и газоразрядные приборы. 1987. № 1. С. 34–39.

5. Смирнов Е. А. Динамические характеристики тлеющего разряда в протяженных трубках // Известия СПбГЭТУ «ЛЭТИ». СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2013. № 10. С. 6–10.

6. Грановский В. Л. Электрический ток в газе. – М.: Наука, 1971.

7. Актон Д., Свифт Д. Газоразрядные приборы с холодным катодом / Пер. с англ. М.: Энергия, 1969.

АНАЛИЗ ПОТРЕБНОСТИ ПРЕДПРИЯТИЙ В ГЕЛИЕВЫХ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИХ ТЕЧЕЙСКАТЕЛЯХ

В. Т. Барченко, М. Л. Виноградов

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ»
e-mail: mv@vactron.org

Проведено исследование состояния гелиевых масс-спектрометрических течеискателей на 104 предприятиях и научных учреждениях. Установлено процентное соотношение течеискателей ПТИ-7, ПТИ-10, СТИ-11, ТИ1-14, ТИ1-15, ТИ1-22, ТИ1-30, ТИ1-50 и иностранных моделей. Приведено сравнение характеристик течеискателей разных поколений и проанализирована потребность в современных течеискателях.

Гелиевый масс-спектрометрический течеискатель — это прибор для предназначенный для выявления, локализации и количественной оценки величины течи, принцип работы которого основан на разделении по массам сложной смеси газов и паров в электрическом и магнитном полях. Масс-спектрометрический течеискатель имеет собственную откачную систему, что обеспечивает возможность проверки любых вакуумных систем и объемов, откачанных до глубокого вакуума; готовых замкнутых изделий и изделий со штенгелем; отдельных узлов и деталей (замкнутых и незамкнутых), а также позволяет проверять на герметичность объекты, содержащие пробный газ, путем отбора проб из окружающего их пространства [1].

Анализ наличия гелиевых масс-спектрометрических течеискателей на предприятиях России и других стран СНГ проведен путем опроса 615 специалистов, применяющих в работе неразрушающие методы контроля герметичности. Масс-спектрометрический метод контроля герметичности используется на 104 предприятиях из указанной выборки. Распределение моделей течеискателей, используемых на предприятиях, с

указанием годов выпуска приборов представлено в таблице 1.

Общее количество гелиевых масс-спектрометрических течеискателей на рассмотренных предприятиях составляет 1 036 шт. Некоторые крупные потребители течеискателей и вакуумной техники не смогли предоставить информацию о количестве используемых приборов по объективным причинам. Учитывая данные обстоятельства и принимая в расчет количество организаций, участвовавших в опросе, мы оцениваем охват приведенного исследования как 10% отечественного рынка течеискателей. Таким образом, оценка общего числа масс-спектрометрических течеискателей, используемых в России, может достигать 10 000 шт.

ХАРАКТЕРИСТИКИ МОДЕЛЕЙ ТЕЧЕЙСКАТЕЛЕЙ

Поколение 1 (1948–1988 гг.).

Течеискатели построены на базе паромасляного насоса, обладающего стабильной откачкой легких газов. Флюктуации парциального давления гелия на входе насоса не превышают 1 %. В качестве форвакуумного насоса служит масляный пластинчато-роторный насос. Применяется

Таблица 1. Распределение течеискателей на предприятиях по моделям

Модель течеискателя	Годы производства	Доля приборов данной модели, %
ПТИ-7 и старше	до 1970	13
ПТИ-10	1973–1988	33
СТИ-11	1970–1973	2
ТИ1-14	1986–2001	17
ТИ1-15	1990–2001	1
ТИ1-22 «Гелмасс»	с 2004	10
ТИ1-30	с 2006	4
ТИ1-50	с 2010	8
Иностранные ТИ	–	12

Таблица 2. Технические характеристики течеискателей первого поколения

Технические характеристики	ПТИ-7	ПТИ-10	СТИ-5
Минимальный достоверно регистрируемый поток гелия, м ³ ·Па/с,	5·10 ⁻¹²	5·10 ⁻¹³	5·10 ⁻¹⁵
· по входу	–	–	–
· со щупом	–	–	–
Потребляемая мощность, Вт	1100	1100	1100
Габаритные размеры, мм	600×780×1250	1470×675×620	1245×700×1325
Масса, кг	250	215	260

азотная ловушка, которая помимо защиты анализатора от паров масел откачной системы, хорошо адсорбирует пары воды, постоянно поступающие в течеискатель при смене испытуемых изделий. Течеискатели характеризуются высокой чувствительностью и надежностью, однако имеют значительные габаритные размеры и большую массу, а также требуют длительной подготовки к измерениям.

Поколение 2 (1986-2001 гг.).

В моделях течеискателей вместо паромасляного насоса применен турбомолекулярный насос (ТМН). Применение ТМН оказалось возможно благодаря созданию в 70-х годах прошлого века нового поколения надежных малогабаритных насосов, выпускаемых ведущими фирмами по производству вакуумной продукции. Применение в течеискателях ТМН улучшило характеристики приборов контроля герметичности и значительно расширило возможности течеискания, в первую очередь позволив применить новую схему испытаний – схему противотока [2].

В вакуумной схеме течеискателя ТИ1-15 параллельно пароструйному насосу присоединен цеолитовый насос. Применение этого насоса, за счет селективной откачки тяжелых газов, позво-

лило сразу повысить чувствительность течеискателя в сто и более раз. Впервые такая схема была предложена в течеискателях СТИ-8, СТИ-11. В этих течеискателях предусмотрены два режима испытаний: предварительный (при откачке анализатора и испытуемого изделия паромасляным насосом) и высокочувствительный (при откачке анализатора и изделия цеолитовым насосом).

Поколение 3 (с 2011 г.).

Течеискатели ТИ1-50, ТИ1-30 и ТИ1-22 «Гел-масс» имеют анализатор с фокусировкой в однородном магнитном поле и двойным катодом, комплектуются турбомолекулярными насосами ТМН-150/63 и пластинчато-роторными форвакуумными насосами или безмасляными спиральными насосами [3]. Приборы автоматизированы и позволяют осуществлять контроль герметичности с высокой производительностью.

Масс-спектрометрический метод контроля герметичности является наиболее совершенным и широко применяемым в самых разных отраслях промышленности России и других стран СНГ. Это обусловлено его высокой чувствительностью, избирательностью к пробному газу, безопасностью для оператора и окружающей среды. На отечественных предприятиях используются около

Таблица 3. Технические характеристики течеискателей второго поколения

Технические характеристики	ТИ1-14	ТИ1-14М	ТИ1-15	ТИ1-20
Минимальный достоверно регистрируемый поток гелия, м ³ ·Па/с,	7·10 ⁻¹²	7·10 ⁻¹²	7·10 ⁻¹⁴	1·10 ⁻¹²
· по входу	1·10 ⁻⁷	1·10 ⁻⁷	5·10 ⁻¹¹	1·10 ⁻⁷
· со щупом				
Потребляемая мощность, Вт	750	950	1000	1000
Габаритные размеры, мм	Вакуумная система 398×667×470 Регистрирующее устройство 270×325×338	580×672×1525	Вакуумная система 680×665×547 Регистрирующее устройство 270×325×338	580×672×1525
Масса, кг	75 + 20	60	93 + 20	145

Таблица 4. Технические характеристики течеискателей третьего поколения

Технические характеристики	ТИ1-50	ТИ1-22 «Гелмасс»	ТИ1-30
Минимальный достоверно регистрируемый поток гелия, м ³ ·Па/с	5·10 ⁻¹³	7·10 ⁻¹²	7·10 ⁻¹²
· по входу	1·10 ⁻⁹	1·10 ⁻⁸	1·10 ⁻⁸
· со щупом			
Потребляемая мощность, Вт	400	700	700
Габаритные размеры, мм	484×470×392	670×600×1085	640×555×1130
Масса, кг	39	80	85

10 000 масс-спектрометрических течеискателей, однако порядка 50% приборов были введены в эксплуатацию более 25 лет назад. Доля современных отечественных течеискателей составляет только 23%. Потребители демонстрируют спрос на приборы контроля герметичности. Ремонт и обслуживание устаревших моделей течеискателей на данный момент осложнены, т.к. приборы много лет назад сняты с производства и поиск запасных частей для них является затруднительным.

По этой причине, в ближайшие годы ожидается ускорение обновления парка течеискателей на новые модели. Замене подлежат 77% течеискателей, т.е. около 7 700 шт.

ВЫВОДЫ

Скорость замены течеискателей в данный момент, согласно статистике продаж в сфере вакуумной техники, составляет около 200 приборов в год. Обновление оборудования для контроля герметичности при таких темпах затянется на десятилетия. Для обеспечения непрерывности процессов контроля герметичности на предприятиях стран СНГ при сохранении текущего уровня производства, интенсивность процесса закупки новых приборов должна быть увеличена на порядок.

В данный период отечественным производителям течеискателей важно предоставить потребителю высококачественный продукт с характеристиками, соответствующими лучшим мировым аналогам, и с проработанной метрологической поддержкой осуществления контроля герметичности в различных отраслях промышленности.

Summary

The authors conducted a study on the status and condition of helium mass spectrometer leak detectors at 104 enterprises and scientific institutions in Russia. The percentage of different leak detectors models, such as PTI-7, PTI-10, STI-11, TI1-14, TI1-15, TI1-22, TI1-30, TI1-50 and foreign leak detectors, was found. There are the comparison of the characteristics for different generations leak detectors and the demand analysis for modern leak detectors in this article.

Литература

1. *Виноградов М. Л.* Высоковакуумный детектор потока гелия для течеискателя // Технологии техносферной безопасности. 2013. Вып. 5 (51). 9 с.
2. *Ермолов И. Н.* Методы и средства неразрушающего контроля качества. — М.: Высшая школа, 1988. 368 с.
3. *Шешин Е. П.* Вакуумные технологии: учеб. пособие. — Долгопрудный: Интеллект, 2009. 501 с.

ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В ОТОЖЖЕННЫХ НЕСТЕХИОМЕТРИЧЕСКИХ ПЛЕНКАХ НИТРИДА КРЕМНИЯ: ДИАГНОСТИКА МЕТОДОМ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ СВЕТА

Ф. Ф. Комаров¹, Л. А. Власукова¹, И. Н. Пархоменко¹, О. В. Мильчанин¹,
И. А. Романов¹, С. Ю. Удовиченко², К. В. Мисиюк²

¹ Белорусский государственный университет,
Белоруссия, 220030, г. Минск, пр. Независимости, 4, e-mail: vlasukova@mail.ru,
² Тюменский государственный университет,
Россия, 625003 г. Тюмень, ул. Семакова, 10, e-mail: udotgu@mail.ru

Пленки SiN_x, обогащенные кремнием, осаждались на кремниевые подложки методом химического осаждения из газовой фазы при низком давлении с последующими отжигами в диапазоне температур 800 – 1200°С. Избыточная (сверхстехиометрическая) концентрация кремния в нитридных пленках определялась из данных Резерфордского обратного рассеяния (РОР). Присутствие и эволюция аморфных кремниевых нанокластеров в кристаллическое состояние при отжиге подтверждены методом комбинационного рассеяния света (КРС). Аморфные кластеры кремния присутствуют в нитридных пленках сразу после нанесения. В пленках нитрида, отожженных при температуре 1200°С, КРС регистрирует только кристаллические кластеры кремния. Обнаружена зависимость интенсивности рассеяния света кремниевой подложкой от температуры отжига структур SiN_x/Si. Эта информация в сочетании с данными РОР позволила различить избыточный кремний, находящийся в нитриде в форме нанокластеров и распределенный в атомарной сетке нитридной матрицы.

ВВЕДЕНИЕ

В последние годы интенсивно изучаются люминесцентные свойства кремниевых нанокластеров, встроенных в диэлектрическую матрицу нитрида кремния. Нитрид кремния хорошо вписывается в традиционную кремневую технологию, что открывает перспективу создания светозлучающих структур на основе нитридных слоев на кремниевых подложках. Известно, что на форму и интенсивность спектра люминесценции можно влиять, изменяя дефектно-примесный и фазовый состав пленки. В случае нестехиометрической пленки нитрида кремния, избыточный кремний может встраиваться в матрицу нитрида или же формировать кремниевые преципитаты. Целью данной работы является исследование фазовых преобразований, в том числе формирования и кристаллизации Si кластеров в обогащенных кремнием пленках SiN_x с разным избытком кремния, методом спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС).

ЭКСПЕРИМЕНТ

Пленки SiN_x осаждались на пластины Si типа с кристаллографической ориентацией (100) методом осаждения из газовой фазы при низком давлении из смеси дихлорсилана (SiH₂Cl₂) и аммиака (NH₃) при температуре 800°С. Толщина и

показатель преломления пленок нитрида измерялись методом эллисометрии на $\lambda = 632,8$ нм. В таблице 1 показаны значения толщин и показателя преломления осажденных пленок SiN_x для двух партий пластин В1 и В2. Из пластин В1 и В2 вырезались образцы 1x1 см². После осаждения часть образцов отжигалась в атмосфере азота при температурах 800 и 1000°С в течение 60 минут в печи сопротивления и при 1200°С в течение 3 минут с использованием быстрого термического отжига на установке «jetFirst». Для анализа распределения Si и N по глубине нитридного слоя использовался метод Резерфордского обратного рассеяния (РОР) с энергией ионов He⁺ 1,3 МэВ. Структурные свойства Si нанокластеров в исходных и отожженных пленках SiN_x исследовались методом комбинационного рассеяния света (КРС). Спектры КРС снимались на микро-Рамановском спектрометре Nanofinder при комнатной температуре в геометрии обратного рассеяния при $\lambda_{\text{возб}} = 473$ нм.

Таблица 1. Параметры исходных слоев SiN_x/Si

Образец	Показатель преломления n	Толщина, нм
В1	2,2	850
В2	2,2	950

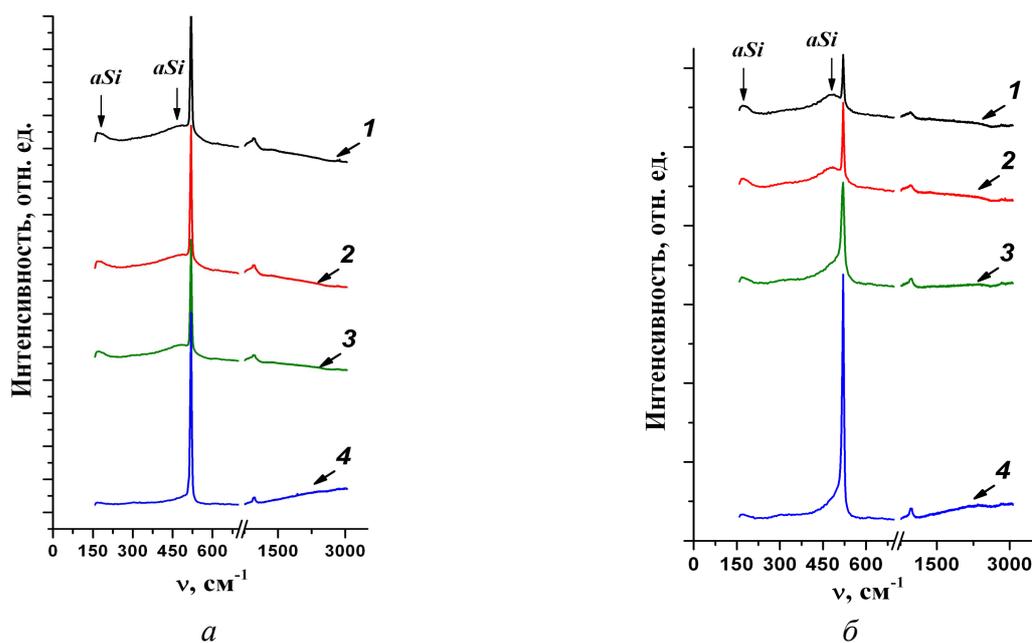


Рис. 1. Спектры КРС исходных (1), отожженных при 800° С (2), 1000° С (3), 1200° С (4) образцов В1 (а) и В2 (б)

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Известно, что для стехиометрического нитрида кремния Si_3N_4 соотношение атомов $\text{Si}/\text{N}=0,75$, что соответствует 42,86 ат. % Si и 57,14 ат. % N. По данным РОР концентрация Si в образце В1 составляет 69–72 %, а в образце В2 – 65–50 %. Таким образом, нитрид в обоих образцах содержит избыточный кремний в сравнении со стехиометрией. На рис. 1 показаны спектры КРС исходных и отожженных (800–1200°С) образцов В1 и В2. Узкую интенсивную полосу с максимумом при 520 см^{-1} , которая наблюдается во всех спектрах КРС, можно приписать сигналу от кремниевой подложки. На спектрах КРС исходных образцов В1 и В2 наблюдается широкая полоса с максимумом $\sim 480\text{ см}^{-1}$, обусловленная рассеянием на аморфном кремнии [1]. Из этого следует, что в обоих исходных пленках нитрида кремния присутствуют аморфные кластеры кремния.

На спектрах КРС для двух образцов наблюдается общая закономерность: с ростом температуры отжига уменьшается интенсивность полосы с максимумом при 480 см^{-1} , и появляется низкочастотное плечо у полосы при 520 см^{-1} . Наличие низкочастотного плеча можно приписать рассеянию от кристаллических кластеров кремния. Подобная картина наблюдалась в работе [2] для обогащенной кремнием пленки SiO_x , содержащей нанокристаллы Si. Наличие кристаллических кластеров Si в [2] подтверждено просвечивающей электронной микроскопией высокого

разрешения. Таким образом, по аналогии с [2] изменения в спектрах КРС по мере увеличения температуры отжига можно связать с кристаллизацией аморфных кластеров Si. Следует отметить, что в случае образца В2 низкочастотное плечо полосы при 520 см^{-1} появляется после отжига при более низких температурах (1000°С) по сравнению с образцом В1. В случае образца В1 только после отжига при 1200°С исчезает полоса с максимумом 480 см^{-1} и проявляется слабое низкочастотное плечо. Из этого следует, что температура кристаллизации кластеров различна для образцов В1 и В2. Это может быть обусловлено разницей средних размеров кластеров в исходных пленках В1 и В2. В работе [3] исследовалась зависимость температуры кристаллизации от размеров кремниевых кластеров. В соответствии с [3] температура кристаллизации аморфных кластеров уменьшалась с уменьшением размеров исходных кластеров. Таким образом, можно предположить, что средний размер кремниевых кластеров в образце В1 больше, чем в образце В2. Большой размер кластеров в образце В1, вероятнее всего связан с более высокой концентрацией избыточного кремния в данном образце по сравнению с образцом В2.

Также выявлена зависимость интенсивности узкой полосы рассеяния от кремниевой подложки при 520 см^{-1} от температуры отжига. Как правило, в спектрах КРС рассеяние от подложки является нежелательным при исследовании пле-

нок SiN_x/Si , т.к. интенсивная полоса от монокристаллического кремния перекрывает сигнал от кремниевых нанокристаллов. Тем не менее, из анализа интенсивности полосы при 520 см^{-1} можно получить информацию о структурно-фазовом составе пленок нитрида кремния. На рис. 2 приведена зависимость интенсивности полосы при 520 см^{-1} от температуры отжига для обоих образцов. Для образцов В1 и В2 интенсивность этой полосы значительно увеличивается после отжига при 1200° С . Возможно это связано с отжигом структурных дефектов в матрице нитрида кремния. С другой стороны, кристаллизация аморфных Si кластеров должна приводить к увеличению интенсивности полосы от подложки. На вставке на рис. 2 показаны спектры поглощения кристаллического и аморфного нитрида кремния, взятые из работы [4]. Линией 2 обозначена длина волны возбуждения спектров КРС в наших экспериментах. Как видно, поглощение на длине волны 473 нм больше для аморфного кремния, чем для кристаллического. Следовательно, пропускание слоя SiN_x с кристаллическими кластерами кремния выше в сравнении со слоем SiN_x , содержащим аморфные кластеры кремния. С увеличением пропускания пленки нитрида кремния рассеяние от подложки должно увеличиваться. Как было показано выше, отжиг при 1200° С приводит к образованию кристаллических кластеров в обоих образцах. Таким образом, значительное увеличение интенсивности полосы 520 см^{-1} после отжига при 1200° С можно объяснить кристаллизацией аморфных кластеров Si. Однако существует разница между двумя зависимостями, показанными на рис. 2: с ростом температуры отжига до 1000° С интенсивность полосы при 520 см^{-1} увеличилась для образца В2 и уменьшилась для образца В1. Как упоминалось выше, исходные пленки нитрида кремния содержат аморфные кластеры. Для обоих исходных образцов полосы при 480 см^{-1} от аморфных кластеров Si сравнимы по интенсивности. С другой стороны, по данным РОР содержание избыточного кремния в пленке для образца В1 намного выше по сравнению с образцом В2. Следовательно, количество избыточных атомов Si, распределенных случайным образом в матрице SiN_x , выше в образце В1. Володин В. А. и др. [5] наблюдали увеличение поглощения в пленках SiN_x ($x < 1$) в диапазоне $250 - 500\text{ нм}$ после отжига при 1130° С в течение 5 ч в атмосфере аргона. Увеличение поглощения пленки SiN_x они объяснили образованием аморфных кластеров из избыточных атомов кремния, распределенных случайным образом в матрице SiN_x . Подобные процессы, возможно, происходят и в

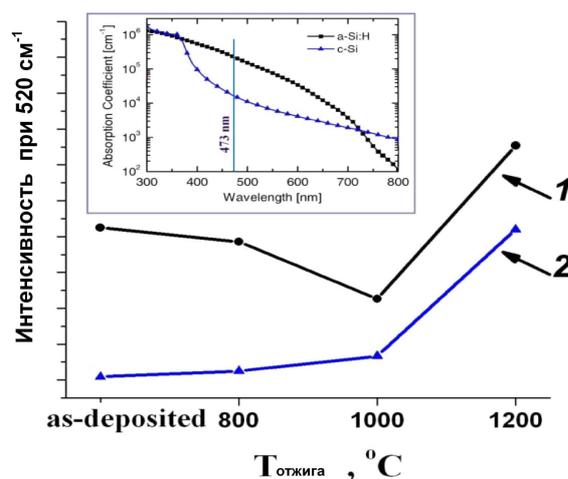


Рис. 2. Интенсивность полосы 520 см^{-1} от кремниевой подложки как функция зависимости от температуры отжига для образцов В1 (1) и В2 (2). На вставке показаны спектры поглощения кристаллического и аморфного нитрида кремния, взятые из [4]

нашем случае. Образование аморфных кластеров может привести к росту поглощения в пленке SiN_x . В результате уменьшается интенсивность рассеяния от кремниевой подложки. Кроме того, как упоминалось выше, кластеры Si в исходной пленке В1 слишком большие, чтобы кристаллизоваться при температуре отжига $800 - 1000^\circ\text{ С}$. Таким образом, в случае образца В1 недостаточная температура отжига для кристаллизации аморфных кластеров, имеющих в исходной пленке, и формирование новых аморфных кластеров в процессе отжига приводит к уменьшению сигнала КРС от подложки при увеличении температуры отжига от 800 до 1000° С . В случае образца В2 кластеры кремния, размер которых меньше, чем в образце В1, начинают кристаллизоваться при более низкой температуре. Кроме того, из данных РОР содержание избыточных атомов кремния, распределенных в SiN_x матрице, для образца В2 меньше, чем для образца В1. Таким образом можно сделать вывод, что в В2 интенсивность пика при 520 см^{-1} растет с увеличением температуры отжига в диапазоне $800 - 1000^\circ\text{ С}$ за счет кристаллизации аморфных кластеров.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Пленки SiN_x , обогащенные кремнием осаждались на кремниевые подложки методом химического осаждения из газовой фазы при низком давлении с последующими отжигами в диапазоне температур $800 - 1200^\circ\text{ С}$. Методами РОР и КРС было исследовано 2 набора образцов нитрида кремния с различной стехиометрией (В1 и В2).

Из данных КРС установлено, что аморфные кластеры Si присутствуют уже в исходных пленках SiN_x . Увеличение температуры отжига приводит к формированию новых аморфных кластеров с последующей кристаллизацией. После отжига при 1200°C в пленках нитрида кремния содержатся только кристаллические кластеры Si. Установлено, что размер нанокластеров Si больше для образца с более высокой концентрацией избыточного кремния. Показано, что в случае образца с большим содержанием избыточного кремния, часть кремния остается распределенным в матрице нитрида кремния. В случае пленки нитрида с меньшим избытком кремния практически весь избыточный кремний находится в нитридной пленке в форме кластеров.

Summary

Two sets of as-deposited and annealed nitride films named B1 and B2 were investigated with Rutherford backscattering and Raman scattering. As-deposited SiN_x films from two sets were characterized with the same refractive index (2.2) and the similar thickness (850 nm for B1 and 950 nm for B2). RBS data show that the both samples are Si-rich silicon nitride ones. From Raman scattering data it was found that amorphous Si clusters already existed in as-deposited SiN_x films for the both sets of samples. Annealing results in the formation of additional amorphous nanoclusters and in their crystallization with the

growth of anneal temperature. Nitride films from the both sets contained crystalline Si clusters only after annealing at 1200°C . We suggested that in the case of nitride film with higher excess Si (B1) some quantity of excess Si was remained in nitride matrix as randomly distributed Si atoms in atomic network, not as Si nanocrystals, even after annealing at 1200°C . In the case of nitride film with lesser excess Si (B2) practically all excess Si was aggregated into Si nanocrystals after annealing at 1200°C .

Литература

1. Smith J. E. Jr., Brodsky M. H., Crowder B. L., Nathan M. I., Pinczuk A. Raman Spectra of Amorphous Si and Related Tetrahedrally Bonded Semiconductors // Phys. Rev. Lett. 1971. №26. P. 642.
2. Nesheva D., Raptis C., Perakis A., Bineva I., Aneva Z., Levi Z., Alexandrova S., Hofmeister H. Raman scattering and photoluminescence from Si nanoparticles in annealed SiO_x thin films // J. Appl. Phys. 2002. № 92. P. 4678 – 4683.
3. Hirasawa M., Orii T., Seto T. Size-dependent crystallization of Si nanoparticles // Appl. Phys. Lett. 2006. № 88. P. 093119 (3 pages).
4. Dewan R., Fischer S., Benno V., Rochow M., Ozdemir Y., Hamraz S., Knipp D. Bioinspir. Biomim. 2012. № 7. P. 016003.
5. Volodin V. A., Bugaev K. O., Gutakovskiy A. K., Fedina L. I., Neklyudova M. A., Latyshev A. V., Misiuk A. Evolution of silicon nanoclusters and hydrogen in $\text{SiN}_x\text{:H}$ films: Influence of high hydrostatic pressure under annealing / Thin solid films. 2012. № 520. P. 6207 – 6214.

КОМБИНИРОВАННЫЕ ВАКУУММЕТРИЧЕСКИЕ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛИ

Л. Н. Розанов, А. Ю. Скрябнев

Санкт-Петербургский Государственный Политехнический университет
195251, Санкт-Петербург, Политехническая ул.29

Широкий диапазон давлений, используемый в современной вакуумной технике, невозможно охватить одним типом вакуумметрического преобразователя. Ввиду этого представляет интерес разработка комбинированных вакуумметрических преобразователей, объединяющих в себе датчики разных типов. В данной работе представлен опыт разработки различных конструкций таких преобразователей, обеспечивающих измерение от атмосферного давления до давления, соответствующего высокому вакууму.

ВВЕДЕНИЕ

Комбинированные вакуумметрические преобразователи, использующие размещение в одном корпусе нескольких преобразователей различных типов, всё шире используются в вакуумной технике [1-4]. Они имеют широкий диапазон измерения от атмосферного давления до давления, соответствующего высокому вакууму. В комбинированных преобразователях для измерения высоких давлений перспективным является использование тепловых и пьезоэлектрических преобразователей, а для измерения низких давлений — термоэлектронных и магниторазрядных преобразователей. По конструктивному исполнению такие приборы можно разделить на две группы. К первой группе относятся приборы, в которых один и тот же конструктивный элемент при работе в разных режимах имеет различное функциональное назначение. Ко второй группе можно отнести приборы, в которых в одном корпусе объединены два преобразователя различных типов, которые могут работать независимо друг от друга. В данной работе представлен опыт разработки различных конструкций таких преобразователей.

КОНСТРУКЦИИ И ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ ПЕРВОЙ ГРУППЫ

Комбинированный преобразователь ПК-1 (рис. 1) объединяет в себе магнитный и тепловой преобразователи. Тепловая часть предназначена для измерения давления от 10^5 до 10^{-1} Па, а магнитная — для давления $10^0 - 10^{-7}$ Па. В магнитной части используется электродная система инверсно-магнетронного типа. В качестве анода применяется металлическая трубка, на которую подается высокое напряжение. Магнитное поле создается системой, состоящей из четырех магнитов из NdFeB 6, напо-

люсников 7 и стоек 8. Наполюсники и стойки изготавливаются из низкоуглеродистой магнитопротяжной стали. Неподвижное соединение деталей обеспечивается магнитным полем. Геометрические параметры магнитной системы подбираются таким образом, чтобы магнитная индукция в центре была бы не менее 0,18 Тл.

В тепловой части в качестве нагревателя выступает нить накала 1, а камера состоит из трех частей разного диаметра. Первая и вторая части — внутренний объем втулок 2 и 3, третья часть — участок между магнитами, имеющий диаметр вакуумной системы, в которую установлен преобразователь. Внутренний диаметр втулок 2 и 3 равен 3 мм. Внутренний диаметр вакуумной системы — 25 мм. Нить выполнена из платины. Диаметр нити 16 мкм.

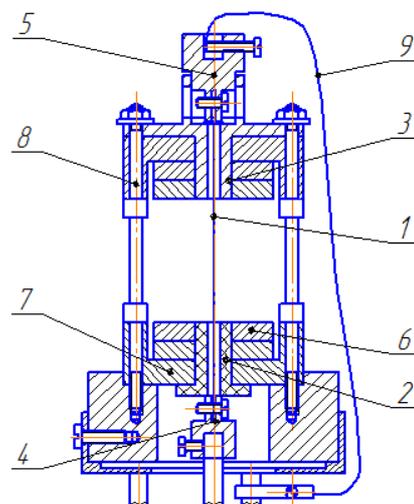


Рис. 1. Комбинированный преобразователь ПК-1

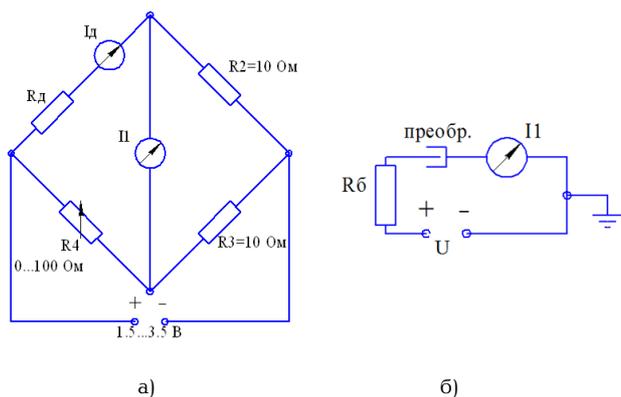


Рис. 2. Измерительные схемы: а) измерительная схема тепловой части; б) схема подключения магнитной части

Измерение температуры происходит по схеме преобразователя сопротивления при помощи мостовой схемы (Рис. 2а). В одно из плеч схемы включена нить преобразователя. При изменении температуры нити изменяется её сопротивление и через диагональ предварительно уравновешенного моста потечет ток I_g . Таким образом, температура нити может измеряться гальванометром, установленным в диагонали моста. Во второй диагонали моста находится источник питания постоянным током.

В магнитной части используется электродная система инверсно-магнетронного типа (рис. 2б). При работе в режиме магнитного преобразователя в качестве анода выступает нить 1. Магнитное поле создается системой состоящей из четырех магнитов 6, шпильками 8 и втулками 7. Материал магнитов – NdFeB, шпильки и втулки изготовлены из низкоуглеродистой стали 1411 (ГОСТ 21427.0-75). Магнитная индукция в центре датчика – 0.18 Тл. На анод преобразователя через балластное сопротивление R_6 подается вы-

сокое напряжение. Ток преобразователя измеряется амперметром I_g , который имеет общее заземление с «минусом» высокого напряжения.

Результаты испытаний тепловой части ПК-1 в режиме постоянной температуры нити (рис.3) показали, что диапазон измерений в таком режиме составляет $5 \times 10^0 \dots 10^5$ Па. В режиме постоянного тока накала нити (рис. 4) диапазон измерений составляет $10^{-1} \dots 10^3$ Па.

Испытания магнитной части показали, что при давлениях $P = 10^{-5} \dots 10^0$ Па и напряжении на аноде $U = 1..3$ кВ в датчике не происходит зажигания разряда. Аналогичные результаты были получены при замене платиновой нити на вольфрамовую диаметром 50 мкм. Таким образом, можно сделать вывод, что тонкая металлическая нить, диаметр которой составляет несколько десятков микрон, непригодна для использования в качестве анода инверсно-магнетронного вакуумметрического преобразователя.

В комбинированном преобразователе ПК-3 (Рис. 5) диаметр анода был увеличен до 5 мм. Анодом является трубка, которая одновременно выступает в качестве корпуса для нити в тепловом преобразователе. Магнитная индукция в центре магнитной камеры составляет 0,3 Тл. Схема подключения аналогична датчику ПК-1.

Результаты испытаний преобразователя (рис. 6), показали, что диапазон измерений тепловой части в режиме постоянной температуры нити составляет $10^0 \dots 10^5$ Па. Увеличение рабочей температуры нити до 210°C позволяет повысить чувствительность преобразователя.

Для магнитной части верхний предел измерения составляет 100 Па (рис.7), что позволяет без провалов в градуировочной кривой обеспечить непрерывность измерения низких давлений. Исследования верхнего предела магнитной части преобразователя проводились в зависимости от

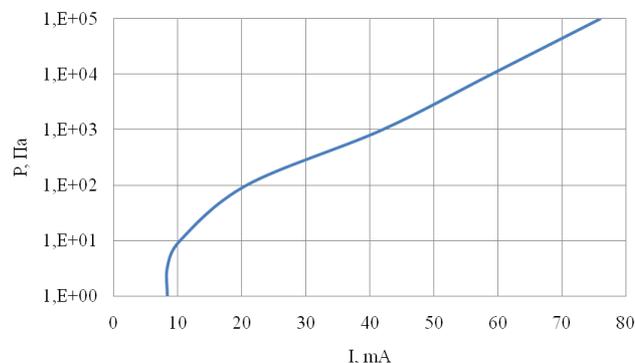


Рис. 3 Градуировочная характеристика тепловой части ПК-1 в режиме постоянной температуры нити ($T_n = 170^\circ\text{C}$)

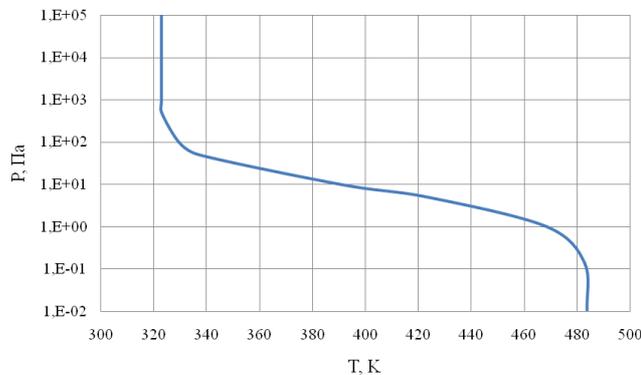


Рис. 4 Градуировочная характеристика тепловой части ПК-1 в режиме постоянного тока накала нити $I = 8$ мА

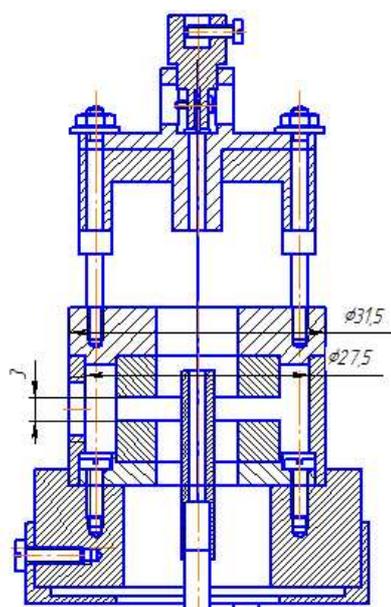


Рис. 5. Комбинированный преобразователь ПК-3

величины напряжения на аноде. При напряжениях 1,2 и 3 кВ верхний предел измерения оставался постоянным.

КОНСТРУКЦИИ И ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ ВТОРОЙ ГРУППЫ

Комбинированный преобразователь ПК-4 изображен на рис.8. Отличие этого преобразователя от рассмотренных выше заключается в том, что его магнитная и тепловая части независимы друг от друга и не имеют общих элементов. Магнитная часть 1 состоит из анода 4 и магнитной системы состоящей из двух магнитов 5, шайб 6 и втулки 7.

Магнитная система выступает в качестве катода. Магниты выполнены из материала NdFeB, размер магнитов: наружный диаметр $D = 10$ мм, внутренний диаметр $d = 3$ мм, магнитный зазор $S = 4$ мм.

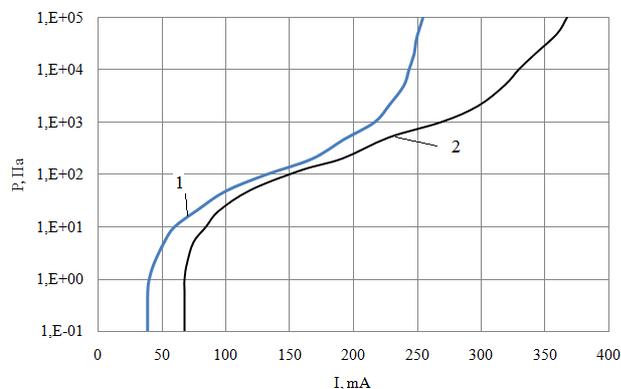


Рис. 6. Градуировочная характеристика тепловой части ПК-3 в режиме постоянной температуры. 1 – $T = 120$ °C; 2 – $T = 210$ °C.

Магнитная индукция в центре камеры – 0,4 Тл.

Тепловая часть 2 состоит из основания 9, на которое намотана нить 8, используемая в качестве нагревателя. Основание изготовлено из фторопласта 4М. Для предотвращения соскальзывания нити на ребрах основания в виде шестигранника нарезана резьба. Нить 8 представляет собой вольфрамовую проволоку диаметром 50 мкм. Общее сопротивление нити при $T = 20$ °C составляет 23,6 Ом. Схема подключения магнитной и тепловой системы аналогична предыдущим датчикам.

Результаты испытаний магнитной части преобразователя при напряжении 1,2 кВ (рис. 9) показали, что диапазон измерений магнитной части составляет $10^{-5} \dots 10^1$ Па.

Диапазон измерения тепловой части преобразователя при $10^0 \dots 1 \times 10^5$ Па Таким образом, диапазон

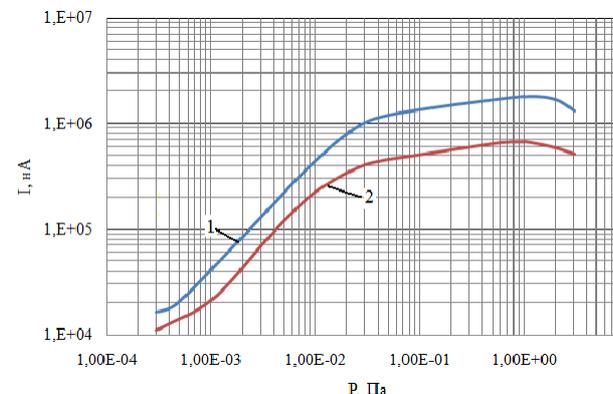


Рис. 7. Градуировочная кривая магнитной части ПК-3: 1 – $U = 3$ кВ; 2 – $U = 1.2$ кВ

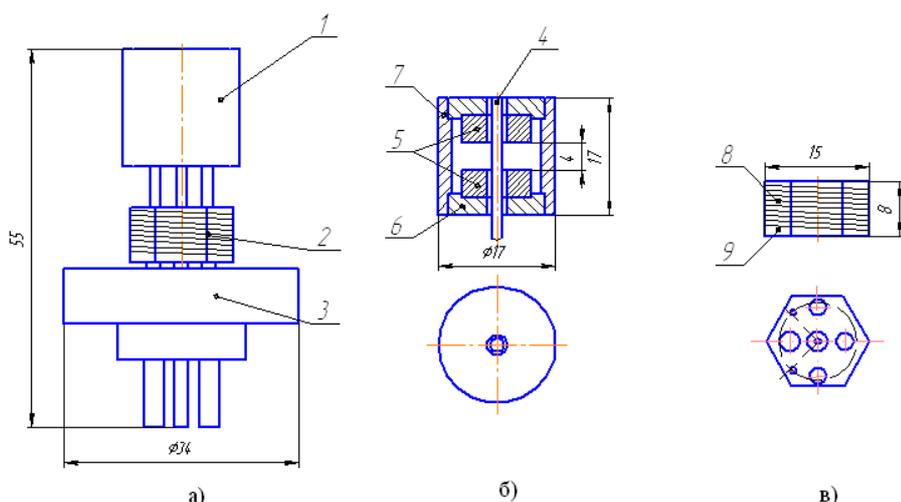


Рис. 8. Комбинированный преобразователь ПК-4: а – общий вид; б – магнитная часть; в – тепловая часть

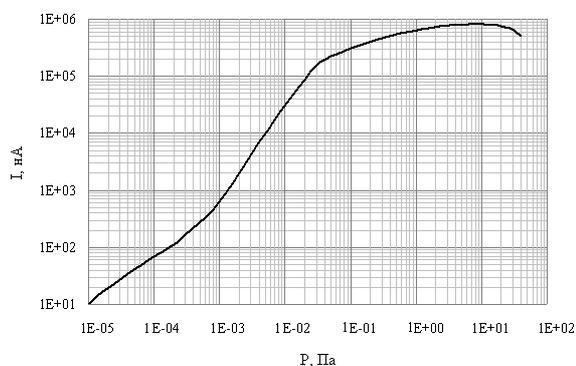


Рис. 9. Градуировочная характеристика магнитной части ПК-4 при $U = 1.2$ кВ

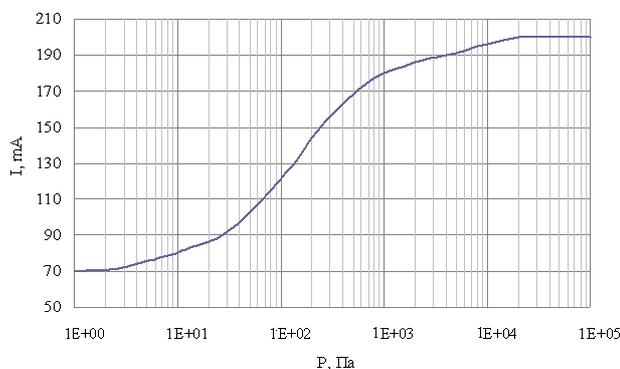


Рис. 10. Градуировочная характеристика тепловой части ПК-4 $T = 60$ °С.

давлений $10^0 \dots 10^1$ Па перекрывается как тепловой, так и магнитной системой преобразователя. Следовательно, данный прибор позволяет проводить измерения давлений в диапазоне $10^{-5} \dots 1 \times 10^5$ Па.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Комбинированные преобразователи, использующие тепловой и инверсно-магнетронный принципы действия, были разработаны в двух конструктивных вариантах. В первом варианте тепловая и магнитная части работают независимо друг от друга. Во втором варианте один и тот же конструктивный элемент при работе в разных режимах имеет различное функциональное назначение. Диапазон давлений, в котором происходит перекрытие тепловой и магнитной градуировочных характеристик, составляет $10^0 \dots 10^1$ Па. Диапазон измерения преобразователей $10^{-5} \dots 10^5$ Па.

Summary

Hybrid inverse magnetron and thermal vacuum transducers were worked out in two structural variants. In the first variant magnetic and thermal parts work independently with each other. In the second variant some structural elements have different functions during working in thermal and magnetic regimes. The pressure range of the overlapping of thermal and magnetic calibration curves is $10^0 \dots 10^1$ Pa. The measurement range of this transducer is $10^{-5} \dots 10^5$ Pa.

Литература

1. Кузьмин В.В. Вакуумные измерения. М., Изд. стандартов, 1992г.
2. Дубинин Б.А., Розанов Л.Н., Суханов В.Л., Скрябнев А.Ю., Христенко В.А. ВТТ, т.20, №3, стр.191-196, 2010г.
3. Розанов Л.Н., Скрябнев А.Ю. ВТТ, т.21, №2, стр.76, 2011г.
4. Александров С.Е., Розанов Л.Н., Суханов В.Л., Дулуб В.В., ВТТ, т.21, №2, стр. 75-76, 2011г.

СТО КНИГ ПО ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКЕ**С. Б. Нестеров****ОАО «НИИВТ им. С. А. Векшинского», Москва, Россия**

Целью данной работы является составление перечня из ста книг в области вакуумной техники, изданных на русском языке в период 1746 – 2014 гг. [1 – 100]. Большая часть этих книг сохранилась в библиотеке ОАО «НИИВТ им. С. А. Векшинского» и в личной библиотеке основателя института – академика АН СССР С. А. Векшинского.

В соответствии с «Советским энциклопедическим словарем» (1981 г.) приводим определение учебника, учебного пособия, монографии, справочника и энциклопедии.

Учебник — книга для учащихся или студентов, в которой излагается материал по учебному предмету (курсу) в соответствии с содержанием и системой, установленной учебной программой.

Учебное пособие — вспомогательный материал, используемый при изучении предмета (курса), содержание которого согласовано с программой и учебником соответствующего курса, а способы оформления отвечают восприятию учащихся.

Монография (от моно... и ...графия) — научный труд, посвященный исследованию одной темы.

Справочник — книга, содержащая свод сведений научного, общественно-политического, прикладного или бытового характера.

Энциклопедия (от греч. *enkyklo paideia*) — обучение по всему кругу знаний — научно-справочное издание, содержащее систематизированный свод знаний.

В 1745 г. Ломоносов перевел с латинского на русский язык шестой раздел книги ученика Х. Вольфа Л. Ф. Тюммига, назвав его «Вольфианская экспериментальная физика». Около половины объема этой книги посвящено описанию воздушного насоса, придуманного Отто фон Герике, и усовершенствованного Робертом Бойлем с помощью Роберта Гука, опытам в разреженном пространстве, а также описанию барометров и опытов над живыми существами в условиях разрежения. Эта книга является первым переведенным на русский язык учебником по вакуумной технике [1]. Изданная в 1746 г. в 600 экземплярах, книга быстро разошлась. В 1747 г. Академия наук выпустила еще 600 экземпляров. В 1760 г. книга вышла вторым изданием.

Работа Д. И. Менделеева «Об упругости газов» [2], опубликованная в 1875 г., имеет объем 23 печатных листа. К ней приложено 12 листов, включающих 72 рисунка приборов и устройств, использованных для изучения упругости газов. В

этой работе приведено «Описание практических приемов, применяемых для скрепления частей приборов, для герметического запора газов, для сушения приборов, для получения безвоздушного пространства и пр.». Если считать «Вольфианскую экспериментальную физику» в качестве первого переведенного М. В. Ломоносовым на русский язык учебника по вакуумной технике, то работа Д. И. Менделеева «Об упругости газов» является первым в истории отечественным учебником вакуумной техники.

Многие поколения ученых нашей страны пользовались «Курсом физики», написанным российским и советским ученым-физиком и педагогом, член-корреспондентом Петербургской академии наук О. Д. Хвольсоном (1852 – 1934). «Курс физики» неоднократно переиздавался в период 1897 – 1926 гг. и включал в себя раздел «Учение о газах» [3]. В этом разделе описываются элементы вакуумной техники, в том числе различные типы вакуумных насосов.

В «Лекциях по молекулярной физике» А. Ф. Иоффе, в частности, описываются свойства газов [4].

Знаковым событием в становлении отечественной вакуумной техники явилось издание профессором М. Я. Лапировым-Скобло в 1931 г. книги «Высокий вакуум» с предисловием академика А. Ф. Иоффе [6]. Эту монографию можно с полным правом считать первым учебником по вакуумной технике советского периода.

В период 1931 – 1940 гг. бурно развивается отечественная электроламповая промышленность. Появляется необходимость в специализированных монографиях [6, 10, 11]. Выходят в свет переводы книг крупнейших иностранных специалистов Л. Дюнуайе [7] и С. Дэшмана [8].

Важным событием явилось издание в 1944 г. книги крупнейшего специалиста в области электровакуумной промышленности С. А. Векшинского [12].

В 1948 г. вышла книга Г. А. Тягунова [13], ставшая на многие годы настольной для специалистов, занимающихся расчетами вакуумных систем и установок. В 1950 г. издается перевод книги

С. Дэшмана «Научные основы вакуумной техники» [16]. С. Дэшман родился в 1883 г. в Ростове, затем эмигрировал в Североамериканские соединенные штаты и многие годы работал в фирме «Дженерал электрик».

В 1951 – 1960 гг. издаются как переводные книги [17, 18, 22], так и книги отечественных авторов: Б. И. Королева [20], В. И. Кузнецова [21], В. А. Пазухина и А. Я. Фишера [19].

Следующие три десятилетия отечественная вакуумная техника бурно развивается. В период 1961 – 1990 гг. издана практически половина книг по вакуумной технике на русском языке. Появляются книги, в которых подробно рассматриваются вопросы измерения вакуума и течеискания, конструирования вакуумных

систем, описываются отдельные типы вакуумных насосов. В эти годы в стране активно развивается атомная, космическая и электронная техника, металлургия, электрофизическое аппаратостроение.

В 50 – 60-е годы целый ряд книг вышел под редакцией М. И. Меньшикова, Р. А. Нилендера и В. И. Кузнецова.

В период 1991 – 2000 гг. в силу объективных причин количество изданий по вакуумной технике сокращается. Кроме того, существенно уменьшаются тиражи изданий.

В 30 – 40-е годы XX века тиражи составляют в среднем 3 – 4 тысячи экземпляров, в 50 – 80-е годы – 10 тысяч, сегодня – в среднем менее 1 тысячи. Это близко к тиражу учебника,

Авторы и редакторы книг по вакуумной технике на русском языке:

А. П. Аверина,	И. В. Автономова,	М. Л. Алашкевич,	А. Т. Александрова,
Г. А. Алексеев,	В. А. Аляев,	А. В. Андросов,	В. Н. Артемьев,
Л. А. Ашкинази,	А. В. Балицкий,	Н. В. Бекренев,	Б. П. Беринг,
В. Т. Блохин,	К. Г. Бреславец,	М. Д. Бронштейн,	П. И. Бударин,
А. В. Бурмистров,	Д. В. Быков,	Н. С. Вагин,	Н. В. Василенко,
В. И. Васильев,	Г. А. Васильев,	Ю. К. Васильев,	С. А. Векшинский,
М. И. Виноградов,	А. И. Волчкевич,	А. А. Глазков,	П. В. Голубков,
А. М. Григорьев,	М. А. Гуляев,	Л. С. Гуревич,	Б. С. Данилин,
Е. А. Деулин,	В. А. Демин,	К. Е. Демихов,	А. Н. Диденко,
В. М. Елинсон,	С. Г. Емельянов,	А. И. Ерофеев,	А. В. Ерюхин,
К. С. Ёлкин,	П. А. Златин,	А. А. Иванов,	А. И. Иванов,
В. И. Иванов,	А. Ф. Иоффе,	Н. А. Капцов,	Л. К. Ковалев,
В. С. Коган,	Л. В. Кожитов,	Б. И. Контор,	Б. И. Королев,
Ю. Н. Котельников,	С. В. Кравченко,	С. А. Крат,	К. Н. Крылов,
А. П. Крюков,	В. И. Кузнецов,	В. В. Кузьмин,	О. К. Курбатов,
В. А. Ланис,	М. Я. Лапиров-Скобло,	Л. Е. Левина,	М. В. Ломоносов,
В. Н. Лубенец,	Б. Г. Львов,	В. Н. Лясников,	М. Д. Малеев,
И. Ф. Мальшев,	М. И. Медников,	Д. И. Менделеев,	М. И. Меньшиков,
Р. А. Милованова,	В. Е. Минайчев,	Р. А. Нежметдинова,	Л. О. Незнамова,
С. Б. Нестеров,	А. П. Никифоров,	Н. К. Никулин,	Р. А. Нилендер,
В. В. Одинокоев,	В. А. Пазухин,	Ю. В. Панфилов,	К. Б. Панфилович,
Ю. Н. Пархоменко,	Е. А. Пенчко,	А. И. Пипко,	В. Я. Плисковский,
Г. А. Полотай,	Ю. С. Протасов,	В. О. Прудкогляд,	Б. А. Рабинович,
Л. Н. Розанов,	В. А. Романько,	А. Х. Садыков,	Г. Л. Саксаганский,
А. М. Самарин,	С. И. Саликеев,	Л. П. Селиверстова,	А. А. Сокол,
М. М. Сорочкин,	И. В. Творогов,	Н. А. Тестоедов,	А. К. Тимирязев,
Г. А. Тягунов,	А. Я. Фишер,	Е. С. Фролов,	К. В. Фролов,
Г. Н. Фурсей,	Л. П. Хавкин,	В. И. Халиманович,	О. Д. Хвольсон,
В. В. Христич,	А. Б. Цейтлин,	Н. В. Черепнин,	Н. А. Чиченев,
В. П. Шестак,	Е. П. Шешин,	Л. В. Шгромбергер,	А. С. Шувалов,
В. М. Шулаев,	Е. И. Юевич		

Иностранные авторы, книги которых по вакуумной технике были переведены на русский язык:

С. Брунауэр,	Х. Вольф,	В. Гейнце,	Я. Грошковский,
А. Гурри,	С. Дэшман,	Л. Дюнауйе,	Дж. Лекк,
Дж. Мак-Бэн,	Б. Д. Пауэр,	А.Рот,	Б. Сингх,
Дж. Томас III,	Л. Ф. Тюммиг,	Р. Уокерлинг,	Джордж Уэстон,
М. Х. Хаблянян,	Р. Хэфер,	Д. Хоффман,	Р. Шампе,
Р. Яккель.			

изданного М. В. Ломоносовым в 1746 и 1747 гг. Сегодня зачастую книги издаются тиражами 100 – 200 экземпляров. Об уровне среднего специального образования в СССР говорит тот факт, что в 1981 г. учебник по вакуумной технике для техникумов был издан тиражом 23 тысячи экземпляров. Книга «Вакуум для науки и техники» [66] была издана в 1987 г. в серии «Библиотечка «Квант» фантастическим тиражом в 104500 экземпляров.

В период с 2001 по 2014 гг. количество изданий вновь начинает увеличиваться. Появляется значительное количество учебной литературы, издаваемой в высших учебных заведениях страны. Организации, сотрудники которых издавали книги в период 1991 – 2014 гг.: ОАО «НИИВТ им. С.А.Векшинского», МГТУ им. Н. Э. Баумана, КНИТУ, ОАО «ИСС им. М. Ф. Решетнева», МЭИ, СПбГПУ, МИСИС, ФГУП «ЦАГИ им. Н. Е. Жуковского», Саратовский университет, МФТИ, НИЯУ «МИФИ».

В таблицах приведена информация о количестве книг, изданных в разные годы.

Информация, приведенная в ста книгах по вакуумной технике, имеет непреходящую ценность и вместе с именами авторов этих книг навсегда останется в копилке отечественного и мирового технологического опыта.

Литература

1746 г.

1. Ломоносов М. В. Вольфианская экспериментальная физика, с немецкого подлинника на латинском языке сокращенная, с которого на русский язык перевел Михайло Ломоносов, Императорской Академии наук член и химии профессор. 1746 г. // М. В. Ломоносов. Полн. собр. соч. в 10 т. 2-е изд., испр. и доп. Т. 1: Труды по физике, химии и технике 1738 – 1746. – М., СПб: Наука, 2011. С. 271 – 370.

1875 г.

2. Менделеев Д. И. Об упругости газов. 1875 // Д. И. Менделеев. Соч. Т. 6: Газы. – Л., М.: ГОНТИ-НКТП-СССР. Редакция химической литературы, 1939. С. 221 – 588.

1911–1920 гг.

3. Хвольсон О. Д. Ученія о газахъ, жидкостях и твердыхъ тѣлахъ / в кн. О. Д. Хвольсон. Курсъ физики. Т. 1. – С.Пб.: Издание К. Л. Риккера, 1914. С. 345 – 456.

Количество книг по вакуумной технике, изданных в разные годы

года	Учебники	Учебные пособия	Монографии	Справочники	Энциклопедии	Популярные издания	Итого
1746	1						1
1875	1						1
1911–1920	1						1
1921–1930	1						1
1931–1940		1	6				7
1941–1950		1	4				5
1951–1960			6				6
1961–1970	2	1	12				15
1971–1980		3	17	1			21
1981–1990	1	1	10	1		1	14
1991–2000	1	1	1	1	1		5
2001–2010	3	4	5	1			13
2011–2014	1	1	7	1			10
Итого	12	13	68	5	1	1	100

1921–1930 гг.

4. *Иоффе А. Ф.* Лекции по молекулярной физике. — Л.: Изд-во М. и С. Сабашниковых, 1923.

1931–1940 гг.

5. *Лапиров-Скобло М. Я.* Высокий вакуум/с предисловием академика А. Ф. Иоффе. — Л.: Государственное научно-техническое издательство Ленхимсектор, 1931.

6. *Капцов Н. А.* Физические явления в вакууме и разреженных газах. — М., Л.: Государственное технико-теоретическое изд-во, 1933.

7. *Дюнуайе Л.* Техника высокого вакуума. — М., Л.: ГТТИ, 1933.

8. *Дэшман С.* Техника высокого вакуума. — Госэнергоиздат, 1933.

9. *Мак-Бэн Дж.* Сорбция газов и паров твердыми телами. — М., Л.: Госхимтехиздат, 1934.

10. *Иванов А. А.* Технология вакуумных материалов. — Л.: Электровакуумный техникум «Светлана», 1934.

11. *Тимирязев А. К.* Кинетическая теория материи. — М.: Успедгиз, 1939.

1941–1950 гг.

12. *Векшинский С. А.* Новый метод металлографического исследования сплавов. Этюды металлографии конденсированных систем. — М.-Л.: ОГИЗ гостехиздат, 1944.

13. *Тягунов Г. А.* Основы расчета вакуумных систем. — М.: Госэнергоиздат, 1948.

14. *Брунауэр С.* Адсорбция газов и паров. — М.: Изд-во иностр. лит., 1948.

15. *Крылов К. Н.* Физические основы электровакуумной техники. — Л.-М.: Госэнергоиздат, 1949.

16. *Дэшман С.* Научные основы вакуумной техники / пер. с англ. А. М. Григорьева и А. Б. Дравина; под ред. Б. П. Беринга. — М.: Изд-во иностр. лит., 1950.

1951–1960 гг.

17. Вакуумное оборудование и вакуумная техника. Составлено группой авторов под редакцией *А. Гутри и Р. Уокерлинга.* / пер. с англ. А. М. Григорьева, С. А. Кучая и Л. С. Эйга. Под редакцией *М. И. Меньшикова.* — М.: Изд-во иностр. лит., 1951.

18. *Яккель Р.* Получение и измерение вакуума / пер. с немецк. Е. Н. Мартинсона; под ред. М. И. Меньшикова. — М.: Изд-во иностр. лит., 1952.

19. *Пазухин В. А., Фишер А. Я.* Вакуум в металлургии. — М.: Государственное научно-техническое изд-во литературы по черной и цветной металлургии, 1956.

20. *Королев Б. И.* Основы вакуумной техники. — М., Л.: Госэнергоиздат, 1957.

21. *Кузнецов В. И.* Механические вакуумные насосы / под ред. М. И. Меньшикова. — М.-Л.: Госэнергоиздат, 1959.

22. *Гейнце В.* Введение в вакуумную технику. Т. 1. — М., Л.: Госэнергоиздат, 1960.

1961–1970 гг.

23. Вакуумная металлургия / под научн. ред. чл.-кор. АН СССР *А. М. Самарина.* — М.: Государственное научно-техническое издательство литературы по черной и цветной металлургии, 1962.

24. Современная вакуумная техника: сб. ст. / пер. с англ. под общ. ред. *Н.В. Черепнина.* — М.: Изд-во иностр. лит., 1963.

25. *Артемьев В. Н., Штромберггер Л. В.* Практикум по физике высокого вакуума / под ред. проф. П. В. Голубкова. — Изд-во Саратовского университета, 1963.

26. *Ланис В. А., Левина Л. Е.* Техника вакуумных испытаний / под общ. ред. М. И. Меньшикова. — М.-Л.: Госэнергоиздат, 1963.

27. *Шампе Р.* Физика и техника электровакуумных приборов. Т. 1: Элементы вакуумной техники / пер. с фран. Б. И. Королева; под ред. проф. Р. А. Нилендера. — М., Л.: Государственное энергетическое издательство, 1963.

28. *Шампе Р.* Физика и техника электровакуумных приборов. Том II. Теория и производство электровакуумных приборов / пер. с фран. Б. И. Королева; под ред. проф. Р. А. Нилендера. — М., Л.: Госэнергоиздат, 1964.

29. Дэшман С. Научные основы вакуумной техники / пер. с англ. под ред. М.И. Меньшикова. — М.: Мир, 1964.

30. *Цейтлин А. Б.* Пароструйные вакуумные насосы. — М.-Л.: Энергия, 1965.

31. *Балицкий А. В.* Технология изготовления вакуумной аппаратуры. — М., Л.: Энергия, 1966. [предыдущее изд.: М., Л.: Госэнергоиздат, 1959]

32. *Дж. Лекк.* Измерение давления в вакуумных системах / пер. с англ. под ред. Л.П. Хавкина. — М.: Мир, 1966.

33. *Гуляев М. А., Ерюхин А. В.* Измерение вакуума (Измерения малых абсолютных давлений). — М.: Изд-во комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР, 1967.

34. Физика и техника сверхвысокого вакуума: сб. ст. / под ред. Г. Л. Саксаганского. — Л. Машиностроение, 1968.

35. *Пауэр Б.Д.* Высоковакуумные откачные устройства / пер. с англ. М. Н. Ефимова и А. Г. Нестеренко; под ред. В. И. Кузнецова. — М.: Энергия, 1969.

36. *Пилко А.И., Плисковский В.Я., Пенчко Е.А.* Конструирование и расчет вакуумных систем. — М.: Энергия, 1970.

37. *Васильев Г. А.* Магниторазрядные насосы. — М.: Энергия, 1970.

1971–1980 гг.

38. *Данилин Б. С., Минайчев В. Е.* Основы конструирования вакуумных систем. — М.: Энергия, 1971.

39. *Рот А.* Вакуумные уплотнения / пер. с англ. — М.: Энергия, 1971.

40. *Глазков А. А., Милованова Р. А.* Учебная лаборатория вакуумной техники (теория и практикум). Учебное пособие для вузов. — М.: Атомиздат, 1971.

41. *Волчкович А. И.* Высоковакуумные адсорбционные насосы. — М.: Машиностроение, 1973.

42. *Черепнин Н. В.* Сорбционные явления в вакуумной технике. — М.: Сов. радио, 1973.

43. *Медников М. И.* Вводы движения в вакуум. — М.: Машиностроение, 1974.

44. *Глазков А. А., Малышев И. Ф., Саксаганский Г. Л.* Вакуумные системы электрофизических установок. — М.: Атомиздат, 1975.

45. *Грошковский Я.* Техника высокого вакуума / пер. с польск. В. Л. Булата и Э. Л. Булата. — М.: Мир, 1975.

46. *Меньшиков М. И., Кузнецов В. И., Сорокин М. М., Виноградов М. И., Григорьев А. М., Алексеев Г. А., Алашкевич М. Л.* Вакуумная техника. Справочные материалы. — М.: Изд-во «Реклама», 1975.

47. Розанов Л. Н. Вакуумные машины и установки. — Л.: Машиностроение, 1975.
48. Минайчев В. Е. Вакуумные крионасосы. — М.: Энергия, 1976.
49. Сверхвысокий вакуум в радиационно-физическом аппаратостроении / Г. Л. Саксаганский, Ю. Н. Котельников, М. Д. Малеев и др. / под ред. Г. Л. Саксаганского. — М.: Атомиздат, 1976.
50. Аверина А. П., Левина Л. Е. Масс-спектрометрия разреженных газов. Методы и аппаратура течейскания. — М.: Машиностроение, 1977.
51. Контор Е. И. Геттерные и ионно-геттерные насосы. — М.: Машиностроение, 1977.
52. Пипко А. М., Плисковский В. Я., Пенчко Е. А. Конструирование и расчет вакуумных систем / 3-е изд., перераб. и доп. — М.: Энергия, 1979.
53. Александрова А. Т. Новые способы передачи и формирования движения в вакууме. — М.: Высшая школа, 1979.
54. Александрова А. Т., Полотай Г. А. Заготовка деталей электровакуумного производства. — М.: Высшая школа, 1980.
55. Фролов Е. С. Турбомолекулярные вакуум-насосы. — М.: Машиностроение, 1980.
56. Иванов В. И. Безмасляные вакуумные насосы. — Л.: Машиностроение, Ленингр. отд-ние, 1980.
57. Механические вакуумные насосы / В. Н. Лубенец и др. — М.: Машиностроение, 1980.
58. Саксаганский Г. Л. Молекулярные потоки в сложных вакуумных структурах. — М.: Атомиздат, 1980. **1981–1990 гг.**
59. Коган В. С. Адсорбенты для криовакуума. Аналитический обзор ХФТИ АН УССР, ХФТИ 81-2. — Харьков: 1981.
60. Одинокое В. В. Шлюзовые системы в вакуумном оборудовании. — М.: Высшая школа, 1981.
61. Пипко А. И., Плисковский В. Я., Королев Б. И., Кузнецов В. И. Основы вакуумной техники. — М.: Энергоиздат, 1981.
62. Хэфер Р. Криовакуумная техника. Основы и применения. — М., Энергоатомиздат, 1983.
63. Селиверстова Л. П., Коган В. С., Бреславец К. Г. Адсорбция гелия на различных адсорбентах при низких температурах. Препринт ХФТИ АН УССР, ХФТИ 83-6. — Харьков: 1983.
64. Кузьмин В. В., Левина Л. Е., Творогов И. В. Вакуумметрическая аппаратура техники высокого вакуума и течейскания. — М.: Энергоатомиздат, 1984.
65. Глазков А. А., Саксаганский Г. Л. Вакуум электрофизических установок и комплексов. — М.: Энергоатомиздат, 1985.
66. Коган В. С., Сокол А. А., Шулаев В. М. Влияние вакуумных условий на формирование структуры конденсатов. Взаимодействие активных газов с металлическими пленками: обзор. — М.: Изд-во ЦНИИАтоминформ, 1987.
67. Ашкинази Л. А. Вакуум для науки и техники. — М.: Наука. гл. ред. физ.-мат. лит., 1987. (библиотечка «Квант». Вып. 58).
68. Львов Б. Г., Шувалов А. С. Техническое обслуживание новой вакуумной коммутационно-регулирующей аппаратуры. — М.: Высшая школа, 1987.
69. Саксаганский Г. Л. Электрофизические вакуумные насосы. — М.: Энергоатомиздат, 1988.
70. Джордж Уэстон. Техника сверхвысокого вакуума / пер. Фомина М. В. — М.: Мир, 1988.
71. Фролов Е. С., Автономова И. В., Васильев В. И. и др. Механические вакуумные насосы. — М.: Машиностроение, 1989.
72. Вакуумная техника: справочник / под ред. Е. С. Фролова и В. Е. Минайчева. — М.: Машиностроение, 1990. **1991–2000 гг.**
73. Гуревич А. С., Крюков А. П., Нестеров С. Б., Саксаганский Г. Л. Криосорбционные средства вакуумной откачки. Ч. 1: Газовые криосорбенты. — М.: Изд-во ЦИНТИХимнефтемаш, 1991.
74. Вакуумная техника: справочник / Е. С. Фролов, В. Е. Минайчев, А. Т. Александрова и др.; под общ. ред. Е. С. Фролова и В. Е. Минайчева. — М.: Машиностроение, 1992.
75. Розанов Л. Н. Вакуумная техника. — М.: Высшая школа, 1995.
76. Быков Д. В., Бекренев Н. В., Лясников В. Н. Неразпыляемые плазмонапыленные газопоглотители: учеб. пособие. — Саратов: Изд-во Саратов. ун-та, 1995.
77. Машиностроение. Энциклопедия / ред. совет К. В. Фролов (пред.) и др. Т. III-8: Технология, оборудование и системы управления в электронном машиностроении / Ю. В. Панфилов, Л. К. Ковалев, В. Т. Блохин и др.; под ред. Ю. В. Панфилова. — М.: Машиностроение, 2000. **2001–2010 гг.**
78. Механика и физика точных вакуумных механизмов: моногр. в 2 т. / А. Т. Александрова, Н. С. Вагин, Н. В. Василенко и др. / под ред. Е. А. Деулина; — Владимир: Изд-во Владим. гос. ун-та, 2001. Т. 1.
79. Механика и физика точных вакуумных механизмов: моногр. в 2 т. / А. Т. Александрова, Н. С. Вагин, Н. В. Василенко и др. / под ред. Е. А. Деулина; — М.: НПК «Интелвак», Вакууммаш, 2002. Т. 2.
80. Розанов Л. Н. Вакуумная техника. — М.: Высшая школа, 2007.
81. Нестеров С. Б., Ангросов А. В., Васильев Ю. К. Низкотемпературные системы откачки: учебное пособие. — М.: Издательский дом МЭИ, 2007.
82. Диденко А. Н., Никулин Н. К., Протасов Ю. С., Фурсей Г. Н. Вакуумная электроника. Часть 1. Учебное пособие для вузов. — М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2008.
83. Панфилович К. Б., Бугарин П. И., Сагыков А. Х. Физические основы вакуумной техники: лабораторный практикум. — Казань: Изд-во Казан. гос. технол. ун-та, 2008.
84. Шешин Е. П. Вакуумные технологии: уч. пособие. — Долгопрудный: Интеллект, 2009.
85. Кузьмин В. В., Аляев В. А. Техника измерения вакуума. — Казань: Изд-во Казан. гос. технол. ун-та, 2009.
86. Вакуумная техника. Справочник / под ред. К. Е. Демихова, Ю. В. Панфилова. — М.: Машиностроение, 2009.
87. Бурмистров А. В., Саликеев С. И., Бронштейн М. Д. Прямые и обратные потоки в бесконтактных вакуумных насосах. — Изд-во Казан. гос. технол. ун-та, 2009.

88. Кожитов А. В., Чиченев Н. А., Демин В. А., Златин П. А., Емельянов С. Г., Пархоменко Ю. Н., Курбатов О. К. Технологическое вакуумное оборудование. Ч. 1: Вакуумные системы технологического оборудования: учебник. — М.: Изд-во МГИУ, 2010.

89. Кожитов А. В., Чиченев Н. А., Демин В. А. и др. Технологическое вакуумное оборудование. Ч. 2: Расчет и проектирование вакуумного оборудования для обработки металлов давлением: учебник. — М.: Изд-во МГИУ, 2010.

90. Демихов К. Е., Никулин Н. К. Оптимизация высоковакуумных механических насосов. — М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2010.

2011–2014 гг.

91. Справочник по вакуумной технике и технологиям / под ред. Д. Хоффман, Б. Сингха, Дж. Томаса III. / пер. с англ. под ред. В. А. Романько, С. Б. Нестерова. — М.: Техносфера, 2011.

92. Нестеров С. Б., Бурмистров А. В., Андросов А. В., Бронштейн М. Д., Васильев Ю. К., Ерофеев А. И., Саликеев С. И. Методы расчета сложных вакуумных систем / под ред. С. Б. Нестерова, А. В. Бурмистрова. — М.: Техносфера, 2012.

93. В.П. Шестак. Вакуумная техника. Концепция разреженного газа. Учебник для высшей школы. — М.: Изд-во НИЯУ МИФИ, 2012.

94. Кравченко С. В., Нестеров С. Б., Романько В. А., Крат С. А., Тестоегов Н. А., Халиманович В. И., Христич В. В. Контроль герметичности изделий космической отрасли / под редакцией профессора, д.т.н. С. Б. Нестерова. — М.: «Новелла», 2012.

95. Кравченко С. В., Нестеров С. Б., Романько В. А., Тестоегов Н. А., Халиманович В. И., Христич В. В. Подходы к созданию комплексных систем для обработки и испытания космических аппаратов. — М.: «Новелла», 2012.

96. Хабляян М. Х., Саксаганский Г. Л., Бурмистров А. В. и др. Вакуумная техника. Оборудование, проектирование, технологии, эксплуатация. Ч. 1. Инженерно-физические основы: учебное пособие. — Казань: Изд-во КНИТУ, 2013.

97. Ёлкин К. С., Иванов А. И., Незнамова Л. О., Прудкоглы В. О. Перспективы создания вакуумных и гравитационно-чувствительных технологий, использующих условия космического полета на околоземных орбитах. Исследования гравитационно-чувствительных явлений на борту отечественных космических аппаратов / под ред. К. С. Ёлкина. — М.: ЗАО НИИ «ЭНЦИТЕХ», 2013.

98. Кравченко С. В., Нестеров С. Б., Тестоегов Н. А., Халиманович В. И., Христич В. В. Расчет и конструирование криозкранов стендов для тепловой обработки и испытания космических аппаратов. — М.: «Новелла», 2013.

99. Ерофеев А. И., Никифоров А. П., Нестеров С. Б., Нежметдинова Р. А. Моделирование натуральных условий полета КЛА в верхней атмосфере в вакуумной аэродинамической установке. — М.: «Новелла», 2014.

100. Рабинович Б. А., Юревич Е. И. Системы измерения и контроля параметров газовых и жидкостных сред на космических аппаратах. — СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2014.

ИНТЕРЕСНОЕ О ВАКУУМЕ**ПАМЯТНЫЕ ДАТЫ В ИСТОРИИ РАЗВИТИЯ ВАКУУМНОЙ
ТЕХНИКИ НА 2014 ГОД****С. Б. Нестеров, Е. В. Беляева****ОАО «НИИВТ им. С. А. Векшинского», Москва, Россия**

"Если я видел дальше других, то потому, что стоял на плечах гигантов".
Исаак Ньютон

1514	Величайший из гениев Леонардо да Винчи нарисовал единственный автопортрет, дошедший до наших дней
1564	Родился Галилео Галилей, итальянский физик, механик, астроном, философ и математик. В книге «Бесед и математических доказательств, касающихся двух новых наук», написанной в 1638 г., Галилей обсуждает вопрос о том, что ни насосами, ни другими всасывающими машинами нельзя поднять воду выше 18 локтей. Первый опытным путем определил плотность воздуха. Его учениками были Эванджелиста Торричелли и Винченцо Вивиани
1614	Нидерландский химик, физиолог Жан Баптист ван Гельмонт ввел в химическую терминологию термин «газ», названный так по аналогии с греческим «хаосом»
1644	Получение вакуума («торричеллиевой пустоты») и создание барометра (итальянский физик Эванджелиста Торричелли). Термин «барометр» ввел в 1662-63 г. английский физик Роберт Бойль. В письме к Микеланджело Ричи Торричелли сделал важный вывод «мы живем на дне воздушного океана, который, несомненно, имеет вес».
1644	Ушел из жизни нидерландский химик, физиолог Жан Баптист ван Гельмонт
1654	Немецкий физик, инженер, философ Отто фон Герике выполнил демонстрационный опыт с «магдебургскими полушариями», доказывающий существование атмосферного давления
1674	Открытие французским физиком Дени Папеном зависимости температуры кипения воды от давления (при понижении давления вода закипает при температуре ниже 100°C)
1674	Английский химик, врач и физиолог Джон Мэйоу выдвинул идею о том, что воздух может состоять из двух разных газов
1684	Ушел из жизни Эдм Мариотт, французский физик. Установил закон изменения объема данной массы идеального газа от давления при постоянной температуре (закон Бойля-Мариотта)
1714	Появился термометр немецкого физика Даниэля Габриэля Фаренгейта со шкалой в 212° (шкала Фаренгейта). Идею этого термометра выдвинул датский астроном Олаф Кристенсен Рёмер
1734	Родился английский художник Джозеф Райт, написавший в 1768 г. картину «Эксперимент над птицей в воздушном насосе»
1744	Ушел из жизни шведский астроном, геолог и метеоролог Андерс Цельсий, предложивший новую температурную шкалу
1744	Русский ученый-энциклопедист Михаил Васильевич Ломоносов создал работу «Размышления о причине теплоты и холода», посвященную атомно-кинетической теории теплоты
1744	Михаил Васильевич Ломоносов перевел на русский язык «Вольфианскую экспериментальную физику», ставшую первым отечественным учебником по экспериментальной физике
1754	Михаил Васильевич Ломоносов изобрел аппарат для подъема на значительную высоту метеорологических приборов (аэродромическая машина)
1754	Ушел из жизни Христиан Вольф, немецкий ученый-энциклопедист, юрист и математик
1764	Вышел «Обзор важнейших открытий, которыми постарался обогатить естественные науки Михайло Ломоносов». Первой в обзоре стоит работа «Опыт теории упругости воздуха», посвященная развитию основных понятий молекулярно-кинетической теории

1804	Жозеф-Луи Гей-Люссак, французский физик и химик, совершил два полета на воздушном шаре. Обнаружил, что на высоте около 7000 м интенсивность земного магнетизма заметно не изменяется. Установил, что воздух имеет тот же состав, что и у поверхности земли.
1814	Родился Иоганн Генрих Вильгельм Гейсслер, немецкий физик и изобретатель, разработал ртутный вакуумный насос, разработал разрядные вакуумные трубы, изобрел герметичное соединение платина-стекло
1814	Вслед за статьей итальянского физика-химика Лоренцо Романо Амедео Карло Авогадро ди Кваренья э ди Чиретто «Очерк метода определения относительных масс элементарных молекул тел и пропорций, согласно которым они входят в соединения» выходит его вторая статья «Очерк об относительных массах молекул простых тел, или предполагаемых плотностях их газа, и о конституции некоторых их соединений». Здесь четко формулируется закон Авогадро: «...равные объемы газообразных веществ при одинаковых давлениях и температурах отвечают равному числу молекул, так что плотности различных газов представляют собой меру масс молекул соответствующих газов»
1824	Родился Томсон Уильям, лорд Кельвин, британский математик, создатель температурной шкалы
1834	Французский физик и инженер Бенуа Поль Эмиль Клапейрон вывел уравнение состояния идеального газа, обобщенное в 1874 г. Дмитрием Ивановичем Менделеевым (уравнение Менделеева-Клапейрона)
1834	Американский инженер Г.Пинкас разработал проект атмосферической железной дороги
1834	Родился русский ученый-энциклопедист Дмитрий Иванович Менделеев
1844	Люсьен Види, французский ученый, создал барометр-анероид. Идею его высказал в 1702 г. Готтфрид Вильгельм Лейбниц
1844	Родился Людвиг Больцман, австрийский физик, один из основателей современной статистической физики и физической кинетики
1844	Ушел из жизни Джон Дальтон, английский химик и физик. Он сформулировал закон парциальных давлений газов, носящий его имя
1853-1854	Английские физики Джеймс Джоуль и Уильям Томсон открыли явление охлаждения газа при его медленном стационарном протекании через пористую перегородку (эффект Джоуля-Томсона)
1854	Немецкий физик Рудольф Юлиус Эммануэль Клаузиус дал математическое выражение второго начала термодинамики для обратимых процессов (в 1862 г. он это сделал для необратимых процессов)
1864	Ушел из жизни Бенуа Поль Эмиль Клапейрон. Вывел уравнение состояния идеального газа. Вывел уравнение, связывающее между собой температуру кипения вещества и давление (уравнение Клапейрона-Клаузиуса)
1874	Дмитрий Иванович Менделеев, обобщив уравнение Клапейрона, вывел уравнение состояния идеального газа (уравнение Менделеева-Клапейрона)
1874	Британский химик Герберт Маклеод изобрел манометр для измерения низких давлений (манометр Маклеода)
1884	Ушел из жизни Эжен Бурдон, французский часовой мастер и инженер, в 1849 г. запатентовал механизм для измерения давления (трубка Бурдона)
1904	Шотландский физик и химик Джеймс Дьюар совместно с французским физиком Пьером Кюри установил, что при радиоактивном распаде радона образуется гелий. Это позволило уточнить постоянную Авогадро
1914	Родился украинский физик Владимир Соломонович Коган, внесший большой вклад в развитие криовакуумной техники
1964	Вышло второе издание книги американского физика Сола Дэшмана «Научные основы вакуумной техники» на русском языке. Книга оказала большое влияние на развитие отечественной вакуумной науки и техники

ПИСЬМО ТОРРИЧЕЛЛИ К ИТАЛЬЯНСКОМУ МАТЕМАТИКУ РИЧИ ОТ 11 ИЮНЯ 1644 Г.

"...Многие утверждают, что пустоты вообще не существуют, другие же говорят, что получение ее достижимо лишь преодолением сопротивления природы и при этом с большим трудом. Я полагаю, что во всех случаях, когда при получении пустоты явно обнаруживается противодействие, нет надобности приписывать пустоте то, что, очевидно, обусловлено совсем иной причиной. Говорю так потому, что некоторые ученые, видя невозможность отрицать факт противодействия, проявляющегося, вследствие тяжести воздуха, при образовании пустоты, не приписывают этого сопротивления давлению воздуха, а упорно утверждают, что сама природа препятствует образованию пустоты. Мы живем на дне воздушного океана, и опыты с несомненностью доказывают, что воздух имеет вес...Нами было изготовлено много стеклянных пузырьков с трубкой длиной в два локтя, мы наполняли их ртутью, придерживая отверстие пальцем; когда затем трубки опрокидывали в чашки с ртутью, они опоражнивались, но лишь отчасти: каждая трубка оставалась наполненной ртутью до высоты локтя и одного пальца. Желая доказать, что пузырек (в верхней части трубки) совершенно пуст, подставленную чашку доливали водой, и тогда, при постепенном поднимании трубки, можно было видеть, что, как только ее отверстие оказывалось в воде, из трубки выливалась ртуть и весь пузырек, до самого верха, стремительно наполнялся водой. Итак, пузырек пуст, ртуть же держится в трубке. До сих пор принимали, что сила, удерживающая ртуть от естественного стремления опускаться, находится внутри верхней части трубки - в виде пустоты или весьма разреженной материи. Я не утверждаю, что причина лежит вне сосуда: на поверхность жидкости в чашке давит воздушный столб высотой 50...3000 шагов - не удивительно, что жидкость входит внутрь стеклянной трубки (к которой она не имеет ни влечения, ни отталкивания) и поднимается до тех пор, пока не уравнивается внешним воздухом. Вода же поднимается в подобной, но гораздо более длинной трубке во столько же раз выше, во сколько раз ртуть тяжелее воды..."

"Это соображение, - продолжает он в том же письме, - подтвердилось опытом, поставленным одновременно с двумя трубками А и В, в которых ртуть всегда устанавливалась на одинаковом горизонте АВ, это вполне надежное указание на то, что сила не находится внутри (вакуума), так что большая сила должна быть внутри сосуда АВ, в котором находится более разреженное притягивающее нечто, и она должна быть много сильнее по причине более полного разрежения, чем в очень малом пространстве В" [1].

Литература

1. Льюэлли М. История физики. М., 1970.

Рефераты

УДК 533.59

ОРГАНИЗАЦИЯ И ПРОВЕДЕНИЕ 21-й ВСЕРОССИЙСКОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ КОНФЕРЕНЦИИ С МЕЖДУНАРОДНЫМ УЧАСТИЕМ "ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИЯ - 2014" // ВТТ. 2014. Том 24. № 1. С.3-7.

Научная конференция, организация, доклады

В период с 17 июня по 19 июня 2014 года на базе Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета "ЛЭТИ" состоялась 21-я Всероссийская научно-техническая конференция с международным участием "Вакуумная техника и технология - 2014".

Организаторами конференции являлись: Российская академия наук, Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербургский государственный политехнический университет и Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ" им. В. И. Ульянова (Ленина).

Библ. 1 назв

УДК 539.23.621.793

Байков П.Б., Карзин В.В., Комлев А.А., Комлев А.Е., Морозова А.А., Шаповалов В.И. ИЗМЕНЕНИЕ СПЕКТРАЛЬНОГО КОЭФФИЦИЕНТА ПРОПУСКАНИЯ ПЛЕНКИ ОКСИДА ВОЛЬФРАМА ПРИ ИНЖЕКЦИИ ЗАРЯДА // ВТТ. 2014. Т. 24, № 1. С. 15-19 .

Реактивное магнетронное распыление, пленка, оксид вольфрама, электрохромизм, оптическая константа, спектральный коэффициент пропускания

В мире ведутся обширные исследования пленок оксида вольфрама. Возможность управлять их оптической плотностью путем инжекции или экстракции ионов малого размера позволила создать различные устройства для электроники, архитектуры, автомобильного транспорта и др.

В данной работе пленки осаждены методом реактивного магнетронного распыления на постоянном токе. Исследован их электрохромизм с целью выявления особенностей изменения оптических констант.

Установлено, что в результате двойной инжекции зарядов происходит увеличение показателя поглощения пропорциональное величине инжектированного заряда. Величина уширения спектральной линии, возникшей в результате окрашивания, зависит от величины инжектированного заряда нелинейно и имеет насыщение.

Илл. 7. Табл. 1. Библ. 13 назв.

УДК 533.59

Иванов А.И., Незнамова Л.О., Хамиц И.И. ВОЗМОЖНОСТИ ДОСТИЖЕНИЯ СВЕРХВЫСОКОГО ВАКУУМА В БЛИЖНЕЙ ОКРЕСТНОСТИ МКС // ВТТ. 2014. Том 24. № 1. С.8-14.

Вакуум, космические объекты

В условиях орбитального полета при использовании защитного экрана, ориентированного перпендикулярно набегающему потоку остаточной атмосферы, в спутном следе последнего может быть создана рабочая зона с разрежением порядка 10^{-14} Торр. Сверхвысокий вакуум за экраном образуется за счет оттеснения молекул, атомов и ионов набегающего потока, имеющих среднюю тепловую скорость от 100 до 1000 м/сек значительно меньшую первой космической скорости и, следовательно, недостаточную для заполнения области аэродинамического следа за экраном. Столь высокий вакуум дает возможность реализации перспективной технологии получения многослойных полупроводниковых наноструктур (гетероструктур или сверхрешеток) процесса молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) в особо чистых, недостижимых на Земле условиях. Получение сверхвысокого вакуума вблизи моноблочных орбитальных спутников не имеет принципиальных трудностей, однако для крупноразмерных космических станций необходимо выполнение дополнительных требований и условий, ограничивающих возможности достижения таких уровней разрежения в ближней окрестности станции. В статье выполнен анализ возможности получения и достижимых параметров сверхвысокого вакуума на МКС с использованием конического защитного экрана, позволяющего экранировать рабочую зону установки МЛЭ не только от набегающего потока, но и прямых потоков собственной внешней атмосферы станции (СВА).

Илл. 7. Библ. 8 назв.

УДК 539.231

Шемухин А.А., Муратова Е. Н., Мошников В.А., Лучинин В.В., Черныш В.С. ИССЛЕДОВАНИЕ МЕМБРАН ПОРИСТОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ С ПОМОЩЬЮ МЕТОДИКИ РЕЗЕРФОРДОВСКОГО ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ // ВТТ. 2014. Т. 24. № 1. С. 43-47

Капиллярные матрицы, оксид алюминия, резерфордовское обратное рассеяние

Созданы капиллярные матрицы из оксида алюминия с различными структурными параметрами. Показана возможность использования методики резерфордовского обратного рассеяния для исследования данных матриц – мембран в сочетании с эффектом каналирования.

Илл. 7. Табл. 1. Библ. 9 назв.

УДК 533.09.1 УДК 621.793

Кузнецов В.Г., Пониматкин В.П., Курбанов Т.А., Смирнов И.В., Прокофьев А.В. ТЕХНОЛОГИЯ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО ОСАЖДЕНИЯ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ИХ СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА // ВТТ. 2014. Т. 24. № 1. С. 20-27.

Вакуумно-дуговой разряд, углеродные материалы, осаждение, свойства

Приводятся результаты исследований сорбционных свойств новых фильтрующих материалов, производство которых основано на использовании современных технологий. Показано, что хорошие перспективы в этом направлении связаны с плазменно-стимулированными углеродными материалами и композитными составами на их основе. Получение углеродных композиций основано на разложении углеводородов под действием плазмы вакуумно-дугового разряда.

Табл. 6. Библ. 11 назв.

УДК 539.231

Лучинин В.В., Осачев Е.В., Романов А.А., Майоров Э.А. АТОМНО-СЛОЕВОЕ ОСАЖДЕНИЕ - ПРЕЦИЗИОННЫЙ МЕТОД СИНТЕЗА ТОНКИХ ПЛЕНОК // ВТТ. 2014. Т. 24. № 1. С. 28-32.

Вакуум, технология, покрытия, температура, контроль качества

Представлен краткий обзор возможностей метода Atomic layer deposition (ALD). К его достоинствам следует отнести уникально прецизионный контроль толщины пленки получаемого материала, однородность на большой площади подложки (которая ограничивается, по сути, размером реактора). Также с помощью ALD успешно наносятся покрытия на 3D-изделия, порошковые материалы, пористые материалы (причем пленка однородно покрывает стенки пор на всей глубине). Еще одно важное направление - проведение плазменных процессов. Благодаря этому удается во многих случаях улучшить качество получаемых пленок, а также существенно снизить температуру процесса. К недостаткам метода стоит отнести малые скорости роста получаемого материала. Например, для оксида алюминия скорость роста составляет порядка 100 нм в час. Эта величина может изменяться в обе стороны в зависимости от конфигурации камеры, температуры процесса, а также получаемого материала.

Илл. 6. Библ. 5 назв.

УДК 539.23.621.793

Кострин Д.К., Ухов А.А. ПОВЫШЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ ПРИ ДИАГНОСТИКЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПРОЦЕССОВ // ВТТ. 2014. Т. 24. № 1. С. 33-38.

Спектрометр, фотоприемник, термостатирование, фильтрация шумов, подавление ин-терференции

Рассмотрены методы повышения метрологических характеристик спектрометрического оборудования. Рассчитаны требования, предъявляемые к системе стабилизации температуры фотоприемника прибора. Показаны возможности повышения информативности получаемых спектров с помощью программной фильтрации шумов. Продемонстрирована возможность устранения эффекта интерференции в поверхностной диэлектрической пленки фотоприемника.

Илл. 5. Библ. 5 назв.

УДК 535.243

Герасимов В.А., Кострин Д.К., Селиванов Л.М., Ухов А.А. ПОВЫШЕНИЕ ТОЧНОСТИ СПЕКТРАЛЬНОГО МЕТОДА ИЗМЕРЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ ОПТИЧЕСКИ ПРОЗРАЧНЫХ ТОНКИХ ПЛЕНОК // ВТТ. 2014. Т. 24. № 1. С. 39-42.

Тонкие пленки, спектрометр, показатель преломления, коэффициент отражения, измерение толщины

Предлагается способ повышения точности измерения толщины тонких оптически прозрачных пленок по спектрам пропускания или отражения путем снижения влияния шумов реального спектра. Способ основан на предварительном вычислении толщины пленки по экстремумам реального спектра с последующим итерационным вычислением серии теоретических спектров в некотором интервале в районе вычисленной толщины. Минимум интегральной разницы между каждым теоретическим и реальным спектрами позволяет получить наиболее точное значение толщины пленки.

Илл. 4. Библ. 5 назв.

УДК 533.599.2

Барченко В.Т., Виноградов М.Л. АНАЛИЗ ПОТРЕБНОСТИ ПРЕДПРИЯТИЙ В ГЕЛИЕВЫХ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИХ ТЕЧЕИСКАТЕЛЯХ // ВТТ. 2014. Т. 23, № 2. С. 60-62.

Вакуум, гелиевые течеискатели, применение

Проведено исследование состояния гелиевых масс-спектрометрических течеискателей на 104 предприятиях и научных учреждениях. Установлено процентное соотношение течеискателей ПТИ-7, ПТИ-10, СТИ-11, ТИ1-14, ТИ1-15, ТИ1-22, ТИ1-30, ТИ1-50 и иностранных моделей. Приведено сравнение характеристик течеискателей разных поколений и проанализирована потребность в современных течеискателях.

Табл. Библ. 3 назв.

УДК 621.793.1.14

Лисенков А.А., Прялухин Е.Д., Радциг Н.М., Сабуров И.В., Смелова В.В. СЛОЖНЫЕ МНОГОКОМПОНЕНТНЫЕ АНТИЭМИССИОННЫЕ ПОКРЫТИЯ // ВТТ. 2014. Т. 24. № 1. С. 48-51

Вакуумно-дуговой разряд, покрытия, интерметаллиды

К сеточным электродам генераторных ламп, как к элементам, определяющим параметры и характеристики электронных приборов, предъявляются высокие требования, выполнение которых определяет качество выпускаемой продукции. Сетка представляет собой сложную решетчатую конструкцию с определенной степенью прозрачности. Выбор материала сеточных электродов определяется условиями их работы и особенностями конструкции прибора. В процессе работы сеточные узлы, располагающиеся в зоне электронного потока, должны обеспечивать высокое тепловое рассеивание, сохранять свои геометрические характеристики и обладать малым коэффициентом вторичной эмиссии.

Илл. 3. Табл. 1. Библ. 6 назв.

УДК 543.4

Комаров Ф.Ф., Власукова Л.А., Пархоменко И.Н., Мильчанин О.В., Романов И.А., Удовиченко С.Ю., Миссюк К.В. ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В ОТОЖЖЕННЫХ НЕСТЕХИОМЕТРИЧЕСКИХ ПЛЕНКАХ НИТРИДА КРЕМНИЯ: ДИАГНОСТИКА МЕТОДОМ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ СВЕТА // ВТТ. 2014. Т. 23, № 2. С. 63-66.

Технология, светодиоды, нитрид кремния

Создание светодиодов на основе нитрида кремния с кремниевыми нанокластерами позволит в будущем интегрировать оптоэлектронные приборы в интегральные микросхемы. Нитрид кремния широко используется в микроэлектронике в качестве подзатворного диэлектрика, маскирующих и изолирующих слоев. В настоящей работе методом комбинационного рассеяния света исследуются фазовые преобразования кластеров кремния в пленках SiN_x, полученных методом химического осаждения из газовой фазы при низком давлении. Путем исследования отожженных при различных температурах пленок нитрида выбирается оптимальный режим отжига для формирования нанокристаллов кремния, которые обладают более интенсивной люминесценцией и устойчивостью к деградации нежели аморфные кластеры.

Илл. 2. Табл. 1 Библ. 5 назв.

УДК 621.412

Савченко В.А., Столяров С.П. АНАЛИТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ ПЛЕНОК НА КОНТАКТНОЕ ТЕРМИЧЕСКОЕ СОПРОТИВЛЕНИЕ РАЗЪЕМНЫХ СОЕДИНЕНИЙ// ВТТ. 2014. Т. 24. № 1. С. 52-55

Двигатель Стирлинга, контактное термическое сопротивление, поверхностная пленка

В статье описывается алгоритм расчета величины контактного термического сопротивления взаимодействия поверхностей с пленками. Дополнительными факторами, учтенными в расчете, являются сухая адгезия и термическая ректификация. Исследование выполнено для разъемного фланцевого соединения корпус регенератора - верхний термостабилизирующий корпус двигателя Стирлинга 1Р30/6. В качестве результатов представлены диаграмма величины КТС в зависимости от рода поверхностной пленки и эпюры распределения тепловых полей корпусных конструкций двигателя Стирлинга.

Илл. 3. Библ. 7 назв.

УДК 621.387.3

Киселев А.С., Смирнов Е.А. МЕТОДИКА РАСЧЕТА ПАРАМЕТРОВ ПЛАЗМЫ ЛАЗЕРОВ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА// ВТТ. 2014. Т. 24. № 1. С. 56-59

Тлеющий разряд, положительный столб, плазма, параметры

Разработана методика расчета электронной температуры и градиента потенциала в положительном столбе разрядных промежутков, характерных для лазеров тлеющего разряда. Методика базируется на использовании уравнения баланса ионизации в многокомпонентных газовых разрядах, протекающих в узких протяженных трубках. Получено удовлетворительное согласие расчетных и экспериментальных результатов применительно к условиям лазеров на углекислом газе.

Илл.1. Библ. 7 назв.

УДК 531.788.7

Розанов Л.Н., Скрыбев А.Ю. КОМБИНИРОВАННЫЕ ВАКУУММЕТРИЧЕСКИЕ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛИ// ВТТ. 2014. Т. 24. № 1. С. 67-70

Вакуумный преобразователь, комбинированный вакуумметр, тепловой способ измерения низких давлений, инверсно-магнетронный способ измерения низких давлений

Комбинированные преобразователи, использующие тепловой и инверсно-магнетронный принципы действия, были разработаны в двух конструктивных вариантах. В первом варианте тепловая и магнитная части работают независимо друг от друга. Во втором варианте один и тот же конструктивный элемент при работе в разных режимах имеет различное функциональное назначение. Диапазон давлений, в котором происходит перекрытие тепловой и магнитной градуировочных характеристик, составляет 10⁰..10¹ Па. Диапазон измерения преобразователей 10⁻⁵..10⁵ Па .

Рис. 10. Библ. 4 назв.

Технические требования к материалам, предоставляемым для публикации в журнале «Вакуумная техника и технология»

ПОРЯДОК ОФОРМЛЕНИЯ РУКОПИСЕЙ СТАТЕЙ

Текст статьи представляется в бумажном и электронном виде на русском и английском языках (текст через два интервала на одной стороне листа А4 с аннотацией (не более 10 строк) в начале статьи на русском языке, заключением на английском языке и в виде файла (без рисунков) в формате Microsoft Word. На титульном листе указывается название статьи, авторы, организация и её адрес с почтовым индексом. При использовании в тексте сокращенных названий необходимо давать их расшифровку при первом упоминании. Следует употреблять международную систему единиц СИ и стандарты на вакуумную терминологию ГОСТ 5197, условные графические обозначения вакуумных схем ГОСТ 2.796. Таблицы должны иметь заголовки. В таблицах обязательно указываются единицы измерения величин. Следует избегать повторения данных таблиц и графиков в тексте статьи. Математические и химические формулы и символы в бумажном варианте статьи должны быть размечены с указанием латинских или русских, прописных или строчных символов, имеющих одинаковые начертания, показателей степени, индексов, греческих букв, стандартных математических или химических названий. Математические формулы в файле должны быть набраны в редакторе MS Equation. Цитируемая литература оформляется по ГОСТ 7.1 2003 и приводится в списке в порядке упоминания. Ссылки на литературу в тексте указываются цифрами в квадратных скобках.

Рисунки и фотографии представляются в виде отдельных файлов в формате TIFF 250-300 dpi Grayscale (для bitmap — 600 dpi). Рисунки в других форматах, например, Microsoft Word **НЕ ПРИНИМАЮТСЯ!**

Надписи на рисунках следует, по возможности, заменять цифрами или буквами, разъясняемыми в подписях к рисунку или в тексте. Сокращений в надписях на рисунках не допускается.

Подписи к рисункам и таблицам прилагаются в отдельном файле.

К бумажному варианту статьи должна быть приложена авторская справка со сведениями о всех авторах: имя, отчество, адрес, эл почта, место работы, должность, адрес для переписки. В авторской справке нужно подтвердить оригинальность статьи (не направлена в другие журналы) подписями всех авторов.

К статье в отдельных файлах прилагается авторская справка и реферат. Объем реферата не более 200 слов. Слева над рефератом ставится индекс «УДК». В первой строке реферата указываются ключевые слова (четыре/пять). Информация о количестве иллюстраций, таблиц, и библиографических ссылок дается в конце реферата.

ТРЕБОВАНИЯ К РЕКЛАМНЫМ МАТЕРИАЛАМ

Готовый рекламный материал должен уместиться на листе формата 205x290 в рамке 170x235 мм и представляется в виде файлов форматов .pdf, .tif и соответствовать требованиям представления графических материалов.

При создании рекламного модуля требования к исходным материалам (текст, рисунки, формулы) соответствуют требованиям к оформлению рукописей. Готовые рекламные листовки, размещаемые в виде вклейки, должны быть напечатаны на листе формата 205x290, а размещенная информация не должна выходить за границы рамки 170x235 мм.