

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева
Санкт-Петербургский государственный электротехнический
университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина)
Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого
Euro-Asian Cooperation of National Metrology Institutions
(Евро-Азиатская кооперация национальных метрологических институтов – KOOMET)
Российское научно-техническое вакуумное общество им. акад. С. А. Векшинского
Институт проблем машиноведения РАН
TÜBITAK UME – National Metrology Institute, Turkey
(Национальный метрологический институт, Турция)
Российский союз научных и инженерных общественных объединений
ООО «ТАКО Лайн»

22–24 июня 2021
Санкт-Петербург, Россия

June 22-24, 2021
St. Petersburg, Russia

28th All-Russian Conference with International Participation
«VACUUM TECHNIQUE AND TECHNOLOGY – 2021»



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



СПбГЭТУ «ЛЭТИ»
ПЕРВЫЙ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ



ПОЛИТЕХ
Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого



Труды 28-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2021»

22–24 июня 2021 г.
Санкт-Петербург

Вакуумная техника и технологии - 2021. Труды 28-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. 22-24 июня 2021 г./ под ред. Анцуковой А.И., Кузнецова В.Г., Чернышенко А.А. и Шаповалова В.И. – СПб.:Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2021.-214 с.

Труды составлены по материалам докладов, представленных на 28-ю Всероссийскую научно-техническую конференцию с международным участием. В материалах докладов изложены результаты исследований в области физики вакуума, вакуумметрии, масс-спектрометрии и контроля герметичности. Рассмотрены актуальные вопросы получения вакуума, создания вакуумного оборудования и разработки новых технологических процессов. Особое внимание уделено решению задач вакуумной техники в формировании пленок и покрытий плазменными и смежными методами, изучению свойств покрытий и методам их исследования, новым материалам покрытий, в том числе наноматериалам, новым областям их использования, разработке современного оборудования и технологических процессов, применению вакуумных технологий в промышленности и научных исследованиях и, в частности, в атомной промышленности, металлургии и добывающих отраслях.

Программный комитет

Пронин А.Н. – и.о. генерального директора ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» - председатель.

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

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

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

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

Колозинская И.А. – председатель Технического комитета 1.6 «Масса и связанные с ней величины» КОOMET, Национальный научный центр «Институт метрологии», г. Харьков, Украина – член оргкомитета.

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

Горобей В.Н. – руководитель лаборатории перспективных разработок и испытаний в области давления ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» – член оргкомитета.

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

Ahmedov Naci – руководитель лаборатории электродинамики, TÜBİTAK UME – National Metrology Institute, Turkey, Gebze – член оргкомитета.

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

Жировов Е.В. – заместитель генерального директора по спецработам АО «Криогенмонтаж» - сопредседатель по секции «Вакуумная, криогенная и компрессорная техника для медицинских учреждений».

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

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

Талдыкин С.Б. – генеральный директор ООО «ТАКО Лайн» – член оргкомитета.

Добрецов К.Г. – заместитель генерального директора по маркетингу ООО «ТАКО Лайн» – член оргкомитета.

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

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

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

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

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

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

Притула Д.С. – генеральный директор ООО «Оптивак» – член оргкомитета.

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

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

**Приветствие РНТВО им. академика С.А. Векшинского участникам
28-й научно-технической конференции «Вакуумная техника и технологии – 2021»**

100 лет назад, в 1920 году, родилась отечественная электровакуумная отрасль промышленности. В архиве РАН мы обнаружили документ, написанный академиком АН СССР С.А. Векшинским. Приводим выдержку из этого документа:

«Самый факт зарождения у нас новой отрасли промышленности (электровакуумной, как ее теперь называют), привел к созданию и изучению новой техники – техники высокого вакуума, постепенное поднятие уровня которой вывело ее уже из круга чисто радиотехнических интересов, расширив его горизонты в сторону рентген-техники, техники выпрямления сильных токов, проводной связи, телевидения и телемеханики, электромедицины и технической химии.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Участникам и организаторам
XXVIII научно-технической конференции
с международным участием
«Вакуумная техника и технологии - 2021»

Уважаемые коллеги!

От имени Российского и Международного Союзов научных и инженерных общественных объединений сердечно приветствуем вас, организаторов и участников XXVIII научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии - 2021».

На протяжении долгих лет конференция выступает как авторитетная дискуссионная площадка, призванная обеспечить возможность обмена мнениями по самому широкому спектру актуальных вопросов в области вакуумной техники и технологий, одной из самых передовых и высокотехнологичных отраслей России.

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

Желаем всем крепкого здоровья, неиссякаемой созидательной энергии, успехов в работе, новых творческих взлётов и достижений!

**Президент Российского и
Международного союзов НИО,
член Президиума РАН**

академик Ю.В. Гуляев

**Вице-президент,
первый секретарь РосСНИО,
первый вице-президент
Международного Союза НИО**

С.П. Друкаренко

Приветствие с борта МКС

Уважаемые сотрудники научно-технического вакуумного общества имени академика Сергея Аркадьевича Векшинского!

В 2020 году отечественной электровакуумной отрасли исполнилось 100 лет.

На борту Международной космической станции на орбите сегодня находится флаг вашего общества. Это событие посвящается всем российским ученым и специалистам, работавшим в разное время в области вакуумной и криогенной техники.

Мы приветствуем сотрудников флагмана отечественного вакуумного машиностроения акционерного общества «Вакууммаш», Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана, Казанского научно-исследовательского технологического университета, членов Российского союза научных и инженерных общественных объединений.

Желаем вам успехов во всех направлениях вашей деятельности, в том числе в расширении международного технического сотрудничества с организациями космической отрасли.



**Космонавты Роскосмоса
Александр Скворцов и Олег Скрипочка**

Содержание

Секция «Вакуумная техника»

1. Методика высоковольтной тренировки отпаянных ЭВП СВЧ <i>С.А. Вашин, В.А. Смирнов, Д.А. Оселков, И.Ю. Шишов</i>	11
2. Моделирование рабочих процессов бесконтактных безмасляных вакуумных насосов методами вычислительной гидрогазодинамики (CFD) <i>А.В. Бурмистров, А.А. Райков, С.И. Саликеев, Е.Н. Капустин</i>	16
3. Некоторые проблемы переработки дисперсного мышьяк содержащего сырья сублимацией в вакууме <i>В.Н. Володин, С.А. Требухов, А.В. Ниценко, А.А. Требухов, Ф.Х. Тулеутай</i>	23
4. Переработка полиметаллического концентрата мусороперерабатывающих заводов дистилляцией в вакууме <i>С.А. Требухов, В.Н. Володин, О.В. Уланова, Н.М. Бурабаева, Ф.Х. Тулеутай</i>	27
5. Оптическая диагностика разряда вдоль поверхности диэлектрика в управляемом вакуумном разряднике при использовании разных материалов диэлектрика <i>С.Г. Давыдов, А.А. Козлов</i>	32
6. Метрологические характеристики датчиков МИДА-ДА-15-Э в условиях вакуума <i>Ю.А. Васьков, Е.Г. Савченко, В.М. Стучебников, А.В. Тюрин, С.И. Саликеев</i>	37
7. Термовакuumные испытания составных частей космических аппаратов на уровне гелиевых температур (обзор) <i>А.В. Хахленков</i>	42
8. Концептуальное проектирование малогабаритного криоадсорбционного вакуумного насоса для применения в портативном газовом хромато-масс-спектрометре: обзор существующих решений и выбор конструктивной схемы <i>У.С. Гордеева</i>	49
9. Термоядерный синтез в механике и таблица Менделеева <i>Д.В. Копытов, Д.С. Синельников, Е.А. Деулин</i>	53
10. К 30-ти летнему юбилею компании ФЕРРИ ВАТТ <i>Я.О. Желонкин, А.А. Бикташев, О.В. Желонкин</i>	60
11. Алгоритм испытаний в целях утверждения типа современных средств измерений низких абсолютных давлений и вакуума <i>Р.А. Тетерук, И.И. Родинов, А.А. Чернышенко</i>	65
12. Модернизация программно-аппаратного комплекса отдела государственных эталонов в области измерения давления для проведения калибровки вакуумметров и разработка поверочного тренажера <i>Р.Э. Кувандыков, А.А. Чернышенко</i>	73
13. Некоторые особенности разработки деформационно-частотного вакуумметра для измерения низкого абсолютного давления <i>Р.Э. Кувандыков, А.А. Чернышенко</i>	80

14. Криовакуумный стенд для испытаний грунтозаборных механизмов, предназначенных для функционирования на поверхностях Луны и других планет Солнечной системы
В.М.Папко, А.С. Козырева, А.Г. Ильина, В.И. Третьякова, М.Л. Литвак, А.Носова, В.Яковлева 86
15. Экспериментальная эксплуатация турбомолекулярного насоса VEGA PROvac 1500 в составе вакуумной камеры
А.Ю. Кочетков, В.Л. Братской, Н.И. Костецкий, В.С., Неверов, И.А. Ширяев, С.В. Кобозев 91
16. Наземные комплексы летательных аппаратов
Д.Е. Алфимов 94
17. Импортозамещение СВВ вводов вращения в РФ
Копытов Д.В., Синельников Д.С., Деулин Е.А. 98
18. Мелкомасштабная неравномерность поля энергетической освещенности и угол коллимации: метрологические аспекты обеспечения точности имитации солнечного излучения
А.А. Филатов 101
19. Аддитивные технологии в области приборостроения
С.С. Грищенко 108

Секция «Контроль герметичности»

20. Экспериментальные результаты газообмена через течи в объемах замкнутых оболочек и их сравнительный анализ с результатами теоретических зависимостей
С.А. Бушин 112
21. Разработка универсального стенда для опрессовки гелием замкнутых оболочек с кабельным выводом
К.В. Воронов, В.С. Прокапчук 116
22. Вакуумные пульсирующие течи
Я.О. Желонкин, В.В. Алымов, А.А. Бикташев, И.А. Сунгатуллин, С.И. Саликеев 121
23. К вопросу о системе метрологического обеспечения Российской Федерации в области измерений потоков газов в вакууме и перспективах ее развития
А.А. Чернышенко 128
24. Совершенствование диафрагмы большой проводимости из состава установки эталонной 1-го разряда вакуумметрической редукционной ВОУ-1
Д.Е. Сенатов, А.А. Чернышенко 134
25. Меры потока газа с диапазоном воспроизведения потока от $5 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ Па·м³/с, применяемые при контроле герметичности газовыми методами
Д.М. Фомин, М.Л. Виноградов 140
26. К вопросу обезгаживания токоприемных деталей коллекторов электронов из графита различных марок
Н.И. Бабкова, Л.Т. Баймагамбетова, Д.И. Кириченко, Д.А. Нестеров, В.И. Шестеркин, В.Л. Шнирельман 145
27. Контроль герметичности масс-спектрометрическим методом. Пределы инструментального и технологического оснащения
Д.М. Юнусов 149

Секция «Вакуумные технологии»

28. Система управления вакуумной установкой нанесения покрытий на детали приборной оптики с реализацией технологии «PARMS»
А.Ю. Буднев, О.Ф. Просовский, Ю.О. Просовский, А.Н. Исамов, А.Б. Гвоздев 155
29. Технология создания и особенности перспективных тонкопленочных покрытий типа GLAD
Ю.О. Просовский, О.Ф. Просовский, А.Ю. Буднев, А.Б. Гвоздев, А.Н. Исамов, Д.Г. Денисов 159
30. Формирование потока частиц материала тонкопленочных покрытий импульсными методами в вакууме
Ю.В. Панфилов, Л.Л. Колесник, А.В. Гуров 164
31. Получение и исследование фотокаталитической и биологической активности многомодальных нанопорошков, полученных с помощью импульсного электронного испарения в вакууме
О.А. Малова, С.Ю. Соковнин, В.Г. Ильвес 169
32. Получение оксидных наноматериалов с серебряным покрытием и изучение их свойств
М.А. Киселева, С.Ю. Соковнин, М.Е. Балезин 174
33. Исследование параметров пленок оксида молибдена оптическими методами
Д.А. Николюкин, В.И. Шаповалов 178
34. Перспективные вакуумные обработки поверхности ионами азота
М.С. Мельниченко, А.И. Кузьмичёв, В.М. Шулаев 182
35. Легирование алмазоподобных углеродных покрытий хромом и молибденом: влияние на смазочные свойства масел при трении по стали
И.А. Буяновский, М.М. Хрущов, В.Д. Самусенко, М.В. Атаманов, Ю.И. Щербаков 188
36. Моделирование разряда магнетрона постоянного тока
А.Е. Шабалин, В.И. Шаповалов 192
37. Расчет температурных полей при быстрой термической обработке в вакууме
С.П. Бычков, А.С. Ковалева 195
38. Островковый тонкопленочный конденсатор: разработка технологии изготовления
О. Г. Андреасян, С.В. Сидорова 200
39. Комплекс оптической диагностики процессов на поверхности расплава в технологии лазерного нанесения металлов
Ю.Н. Завалов, А.В. Дубров, В.Д. Дубров 205
40. Гистерезисный эффект при реактивном распылении
В.И. Шаповалов 210

Вакуумная техника

Методика высоковольтной тренировки отпаянных ЭВП СВЧ

С А Вашин, В А Смирнов, Д А Оселков и И Ю Шишов

Акционерное Общество «Научно-производственное предприятие «Исток» им. Шокина», 141195, Фрязино, Россия

E-mail: axe-vashin0@mail.ru

Аннотация. Разработан способ высоковольтной «холодной» тренировки вакуумных промежутков ЭВП СВЧ, уменьшающий значительные токи автоэлектронной эмиссии величиной 1...10 мА. Проведены исследования распределения температуры вдоль поверхности прибора от величины рассеиваемой мощности (произведение тока утечки и напряжения) вакуумного промежутка ЭВП. Получена зависимость рассеиваемой мощности на вакуумном промежутке в процессе высоковольтной тренировки от температуры поверхностей ЭВП.

1. Введение

Существует множество способов высоковольтной тренировки межэлектродных промежутков ЭВП с применением высоковольтных источников питания на постоянном, переменном или импульсном напряжении. Самым простым способом высоковольтной тренировки является тренировка без пробоев [1-3], которая получила развитие с добавлением конденсаторов, параллельно включенных в существующую схему. В предложенном способе высоковольтная тренировка осуществляется иницированием маломощных разрядов между электродами [1, 2, 4, 5].

Проведенные исследования показывают, что эффективность высоковольтной тренировки достигается при емкости конденсаторов от 0...0,125 мкФ [5,6]. Также имеет значение полярность напряжения (рабочая или обратная) по отношению к тренируемому вакуумному промежутку прибора [4, 6]. Эффективно производить высоковольтную тренировку ЭВП всех межэлектродных промежутков одновременно (анод в плюсовой полярности, сетка в минусовой полярности, катод заземлен) при отключённом напряжении накала [2, 7].

Описанные методики и способы высоковольтной тренировки не всегда помогают снижать токи утечки величиной 1...10 мА вакуумных промежутков отпаянных ЭВП при подаче тренировочного напряжения, особенно при условии отсутствия пробоев. Целью данной работы является разработка эффективной методики высоковольтной «холодной» тренировки с целью уменьшения величин токов утечки и повышения электрической прочности ЭВП СВЧ.

2. Исследование процесса нагрева поверхностей ЭВП током утечки вакуумного промежутка во время высоковольтной тренировки

Известно, что в процессе высоковольтной тренировки вакуумного промежутка происходит вторичное явление нагрева центров автоэлектронной эмиссии, что в дальнейшем в ЭВП может привести к пробое вакуумного промежутка [5]. Поэтому для разработки методики высоковольтной тренировки отпаянных ЭВП необходимо учитывать процессы нагрева частей прибора токами автоэлектронной эмиссии, а также способы получения маломощных пробоев при низких давлениях остаточных газов (ниже 10^{-4} Па).

Исследование нагрева прибора в процессе высоковольтной «холодной» тренировки без балластного резистора в цепи заряда проводилось на отпаянных высоковольтных многоручевых клистронах (МЛК) среднего уровня мощности на вакуумном промежутке «сетка-анод». В процессе исследований выбирались приборы, не поддающиеся высоковольтной тренировке пробоями (без снижения в ходе тренировки токов утечки), с использованием высоковольтного стенда. Схема используемого оборудования имеет последовательно установленные между собой конденсаторы, которые подключенные в схему параллельно с общей емкостью 0,025 мкФ. Кроме этого стенд включает в себя ограничительный резистор сопротивлением 33 Ома (рисунок 1). Исследуемый ЭВП имеет токи утечки на вакуумном промежутке «сетка – анод», связанные с токами автоэлектронной эмиссии промежутка,

значительно превышающие допустимое значение (0,5...0,6 мА) при подаче тренировочного напряжения 30 кВ.

В процессе исследования подавалось высокое напряжение до 30 кВ (без балластного резистора в цепи заряда) на вакуумный промежуток «сетка-анод». При подаче высокого напряжения на вакуумный промежуток возрастает температура центров автоэлектронной эмиссии на поверхности электрода за счет токов утечки.

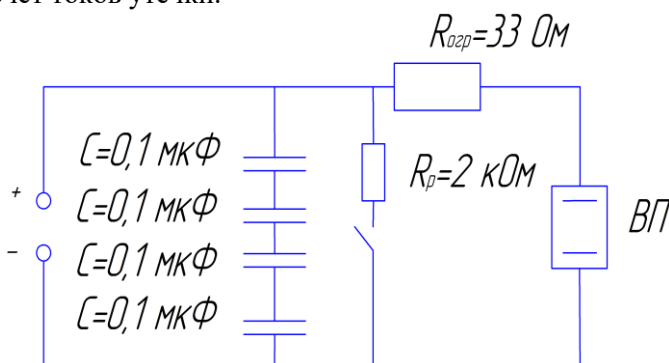


Рисунок 1. Схема стенда высоковольтной тренировки ЭВП:

$R_{огр}$ – ограничительный резистор;

R_p – разрядный резистор;

C – емкости конденсаторов;

ВП – вакуумный промежуток ЭВП.

Измерение температуры различных поверхностей прибора осуществлялось инфракрасным пирометром. Рассеиваемая мощность рассчитывалась, как произведение показаний киловольтметра и амперметра источника питания на стенде высоковольтной тренировки. Ток утечки при фиксированном напряжении не изменялся более 0,02 мА во время высоковольтной тренировки.

Методика высоковольтной тренировки заключалась в пошаговом повышении напряжения на вакуумном промежутке, которое приводило к увеличению температуры поверхности ЭВП. Выдержка на каждом этапе измерения составляла 5 минут, при этом рассеиваемую мощность увеличивали на величину от 15 до 31 Вт путем повышения высокого напряжения на вакуумном промежутке ЭВП (рисунок 2). При этом начальный разогрев начинался при значении рассеиваемой мощности 43 Вт. Максимальная величина рассеиваемой мощности для данного прибора не превышала 150 Вт, что соответствует допустимой безопасной температуре тренировки ЭВП не выше 170°C [8].

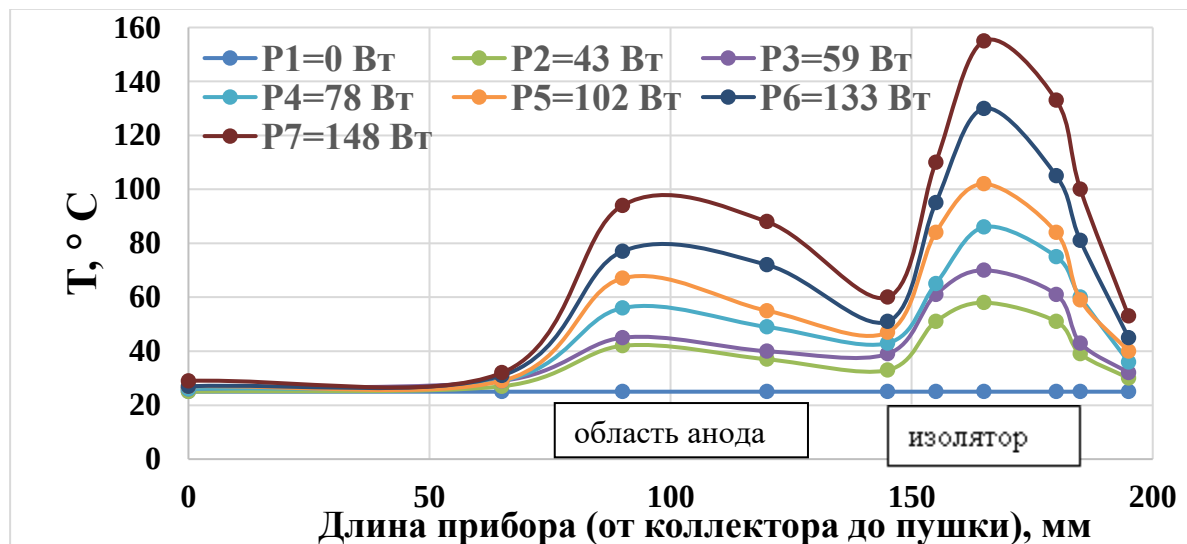


Рисунок 2. Распределение температуры вдоль поверхности прибора от рассеиваемой мощности на вакуумном промежутке «сетка-анод».

В процессе повышения рассеиваемой мощности на вакуумном промежутке «сетка-анод» происходило значительное повышение температуры поверхности керамического узла (рисунок 2), а также поверхности в области анода ЭВП, где предположительно находятся центры автоэлектронной эмиссии. В процессе исследований изменения температуры при подаче высокого напряжения пробоев вакуумного промежутка не обнаружено. Известно, что повышение напряжения высоковольтной

тренировки на вакуумном промежутке увеличивает вероятность возникновения пробоев [1, 5]. После прогрева области анода до 100°C, с целью повышения эффективности процесса высоковольтной тренировки поднимали «рывком» высокое напряжение до пробивного, при учете условия допустимой энергии пробоя в многолучевом клистроне (МЛК):

$$W = \frac{U^2 \cdot C_n}{2} + \frac{U^2 \cdot t_{np}}{6 \cdot R_{огр}} + \Delta U \cdot U \cdot C_\phi < 5 \dots 5,6 \text{ Дж}, \quad (1)$$

где U – напряжение высоковольтной тренировки, В; C_ϕ – ёмкость накопительного конденсатора, Ф; C_n – паразитная емкость высоковольтного стенда; W – энергия пробоя, Дж; ΔU – падение напряжения до 50 В, при времени пробоя $t_{np}=0,25 \dots 0,45$ мкс; $R_{огр}$ – ограничительный резистор [9,10].

Из формулы (1) для МЛК подаваемое безопасное напряжение составляет до (41...43) кВ (для используемых емкостей 0,025...0,05 мкФ). Следует отметить, что в начале тренировки повышение напряжения не приводило к пробоям.

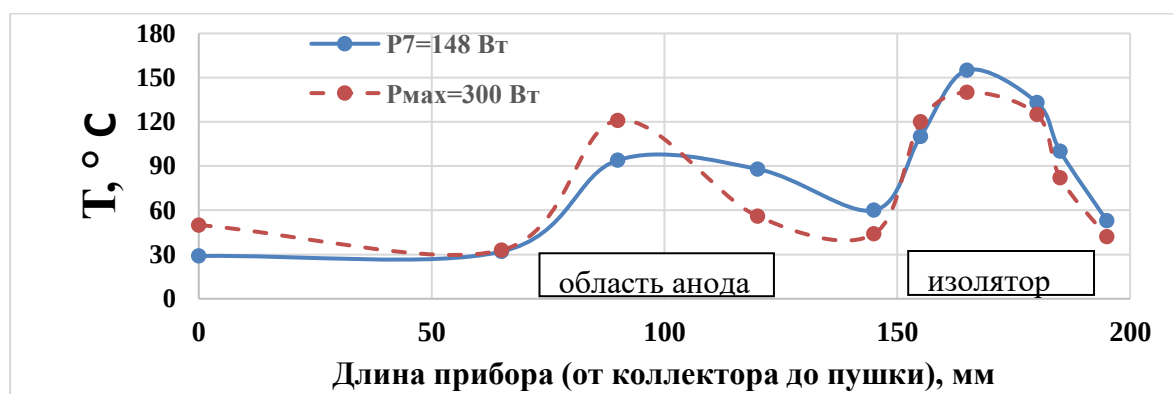


Рисунок 3. Распределение температуры вдоль поверхности прибора от рассеиваемой мощности на вакуумном промежутке «сетка-анод»: до процесса повышения напряжения до пробивного ($P_7=148$ Вт); подача пробивного напряжения ($P_{\max}=300$ Вт).

Для снижения токов утечки повышали «рывком» напряжение до пробивного (36 кВ), при этом максимальный ток утечки составлял 8,33 мА. Данная величина тока соответствовала максимальной рассеиваемой мощности 300 Вт, подаваемой на вакуумный промежуток. В результате коротких воздействий пробоями нагрев прибора в области анода увеличился, а в области керамического изолятора ЭВП снизился (рисунок 3). За счет пробоев с применением разработанной методики ток утечки уменьшился значительно согласно измеренным ВАХ (рисунок 4, а). В процессе высоковольтной тренировки учитывали безопасную температуры нагрева изолятора прибора, которая не должна превышать 170°C [8].

Прямые линии перестроенных ВАХ в координатах Фаулера-Нордгейма (рисунок 4, б) свидетельствуют о том, что токами утечки являются токи автоэлектронной эмиссии [4]. В процессе окончания высоковольтной тренировки зафиксировали процесс незначительного повышения тока утечки с 0,3 мА до 0,6 мА на вакуумном промежутке (примерно в 2 раза) во время снижения температуры прибора (в области анода) со 150 °C до 30 °C. Данное явление автор работы [5] объясняет, как изменение кристаллической решетки на поверхности электрода после высоковольтной обработки в процессе его быстрого остывания. Следует отметить, что после выдержки 24...48 часов вакуумного промежутка ЭВП в выключенном состоянии ток утечки не изменился.

Перестроив кривые (рисунок 1) в координатах температура-мощность, получили прямо пропорциональные зависимости рассеиваемой мощности от температуры поверхностей анода и керамического изолятора прибора (рисунок 5).

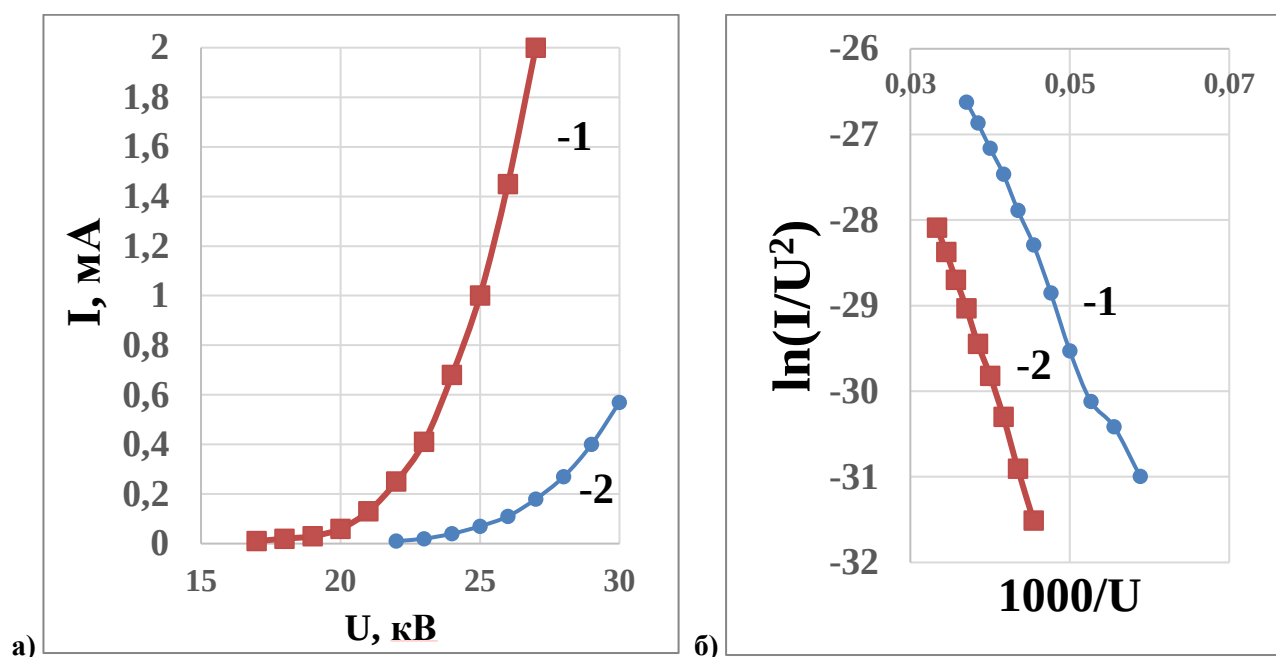


Рисунок 4. ВАХ до (1) и после (2) высоковольтной тренировки: а) в координатах ток–напряжение; б) в координатах Фаулера-Нордгейма.

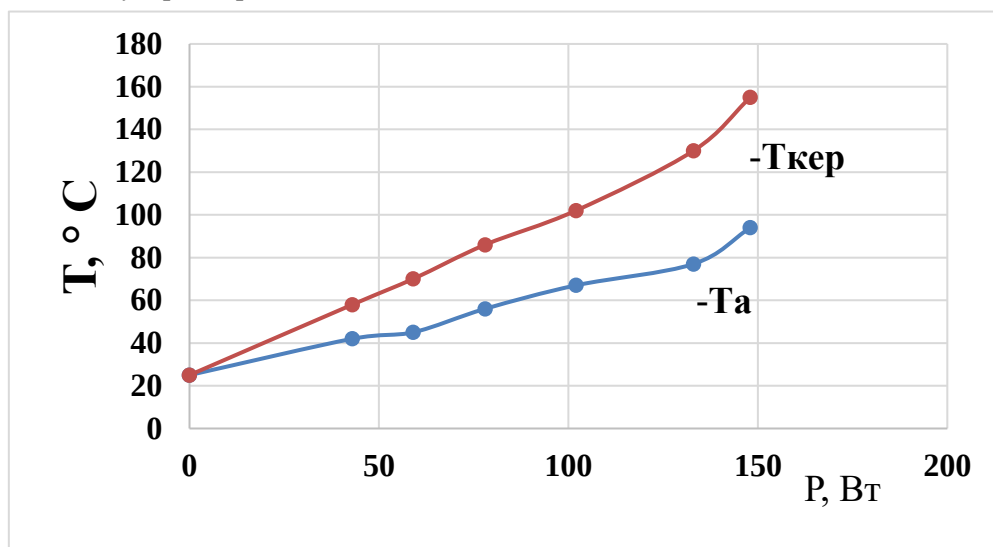


Рисунок 5. Зависимости рассеиваемой мощности от температуры поверхности прибора: $T_{\text{а}}$ – температура в области анода; $T_{\text{кер}}$ – температура в центре керамического изолятора промежутка «сетка-анод».

3. Результаты исследований

Распределение температуры по поверхности прибора в процессе высоковольтной тренировки зависит от рассеиваемой мощности на вакуумном промежутке, на котором обнаружен автоэмиссионный ток утечки. Установившаяся температура поверхности прибора изменяется от рассеиваемой мощности на вакуумном промежутке по линейному закону. Максимальное изменение температуры в процессе нагрева прибора во время высоковольтной тренировки происходит в ЭВП на керамическом изоляторе исследуемого вакуумного промежутка и поверхности ЭВП с автоэмиссионным центром в области анода. В процессе окончания высоковольтной тренировки в разогретом ЭВП токами автоэлектронной эмиссии может наблюдаться повышение тока утечки (примерно в 2 раза от окончательного значения) за счет быстрого остывания разогретого электрода (анода).

4. Выводы

Полученные результаты показывают возможность снижения значительных автоэмиссионных токов утечки с 1...10 мА до 0,5...0,6 мА (при напряжении 30 кВ). Разработанная методика высоковольтной тренировки показала свою эффективность на 20 штук МЛК, в которых токи утечки снизили до допустимых значений. Методика высоковольтной тренировки ЭВП осуществляется путем разогрева автоэмиссионных центров током утечки вакуумного промежутка, затем повышением напряжения высоковольтной тренировки до пробивного значения не выше 41...43 кВ (для схемы на рисунке 1), не превышая опасную энергию пробоя до 5...5,6 Дж и температуру нагрева керамического изолятора электронной пушки прибора до 170 °С. Температура нагрева поверхности в области анода для осуществления процесса высоковольтной тренировки МЛК находится в интервале 100...150 °С.

Список литературы

- [1] Емельянов А А и Емельянова Е А 2009 *Импульсные технологии повышения электрической прочности в вакууме*– М.: ФИЗМАТЛИТ,. – 160 с.
- [2] Черепнин Н В 1973 *Сорбционные явления в вакуумной технике*. М., «Советское радио», 324 с.
- [3] Смирнов А В, Светликина И А и Еловская Е Н В 1983 Тренировка СВЧ приборов высоковольтными пробоями//*Обзоры по электронной технике. Сер.1. Электроника СВЧ. Вып. 2 (965)*. –М.: ЦНИИ «Электроника» 55 с.
- [4] Благодарный В В 1989 *Токи утечки в ЭВП. Обзоры по электронной технике. Сер.1. Электроника СВЧ. Вып. 2 (1422)*. –М.: ЦНИИ «Электроника» 56 с.
- [5] Сливков И Н 1986 *Процессы при высоком напряжении в вакууме / М.: Энергоатомиздат 256 с.*
- [6] Буц ВП, Емельянов А А., Кузьминов Н С, Мальгин В П А.с. № 911646 СССР. *Способ повышения электрической прочности вакуумной изоляции*. – Приоритет 06.03.1980
- [7] Корепин Г Ф 2007 Термовакuumная обработка электронной пушки и вероятность электрических пробоев высоковольтных ЭВП // *Вакуумная техника и технология*, Т.17, № 2, с.123– 30
- [8] Коваленко В Ф 1975 *Теплофизические процессы и электровакуумные приборы* – М.: Советское радио –216 с.
- [9] Вилков А Н 1999 Опасность пробоев для ЭВП СВЧ О-типа в разных схемах применения и электрические факторы, требующие ограничения для защиты приборов // *Электронная техника. Сер.1. СВЧ-техника. Вып. (473) с.22-6*
- [10] Вилков А Н 1997 Электрический пробой и энерговыделение во время пробоя в ЭВП СВЧ О-типа// *Электронная техника. Сер.1. СВЧ-техника. Вып. 2 (470) с. 9-14*

Моделирование рабочих процессов бесконтактных безмасляных вакуумных насосов методами вычислительной гидрогазодинамики (CFD)

А В Бурмистров¹, А А Райков¹, С И Саликеев¹ и Е Н Капустин²

¹ Казанский национальный исследовательский технологический университет, 420015, Казань, Россия

² АО «Вакууммаш», 420054, Казань, Россия

E-mail: burm@kstu.ru

Аннотация. Разработаны численные математические модели бесконтактных безмасляных насосов – спиральных, двухроторных типа Рутс, винтовых. Моделирование проведено с помощью пакета CFD ANSYS-CFX с использованием для построения динамических сеток программы TwinMesh. Рассчитаны откачные характеристики бесконтактных насосов в условиях вязкостного режима течения с использованием SST-модели турбулентности при варьировании профилей роторов, зазоров, частоты вращения. Проведено сопоставление с экспериментальными данными, которое подтвердило адекватность разработанных CFD-моделей.

1. Введение

В конце XX века полупроводниковая промышленность стала основным драйвером развития безмасляных средств откачки [1]. Производство микро- и нанoeлектронной техники, изготовление фотоэлементной аппаратуры для солнечной энергетики, плоскопанельных дисплеев, разработка и запуск новых установок для роста различных кристаллических структур – поли- и монокристаллического кремния потребовали выхода производства вакуумных насосов на качественно новый уровень. Это касается повышения надежности при длительной непрерывной работе и повышенной газовой нагрузке, толерантности к пыли и твердым частицам, обеспечения высокой производительности и энергоэффективности в диапазоне давлений от 1000 до 0,0001 мбар [2]. Однако, в основе развития средств откачки на протяжении последних лет лежит стремление избавиться от вакуумных масел и других рабочих жидкостей в насосах. Попытки эволюционных изменений, которые долгие годы сводились к комплектованию вакуумных насосов с масляным уплотнением и паромасляных насосов различными видами ловушек, не давали кардинального решения проблемы «чистого» вакуума и, в итоге, привели к освоению промышленного производства целого ряда новых безмасляных машин, среди которых диапазон среднего вакуума закрывают спиральные, винтовые, кулачково-зубчатые, двухроторные насосы. Все эти машины объединяет один общий признак – отсутствие масла достигается за счет бесконтактного вращения роторов и, следовательно, отсутствия трения в рабочих камерах. Наличие гарантированных зазоров в роторном механизме допускает высокие частоты вращения роторов, но за счет обратных перетеканий через зазоры бесконтактные машины имеют низкую степень повышения давления. Поэтому задача повышения эффективности рабочего процесса бесконтактных безмасляных насосов становится еще более актуальной и в основе ее решения должна лежать надежная математическая модель рабочего процесса, поскольку изготовить каждый тип ротора и испытать его при различных зазорах, частотах вращения, геометрии входа и выхода и т.д. практически нереально. Кроме того, диапазон входных давлений рассматриваемых насосов может охватывать пять порядков давления и, соответственно, законы течения газа в рабочих объемах кардинально различны и изменяются от молекулярного (бесстолкновительного) через переходный до вязкостного с турбулентным теплопереносом. Естественно, в зависимости от режима течения используются различные подходы к моделированию рабочего процесса. Так в работах [3, 4] для расчетов течения газа в щелевых каналах и оптимизации профиля роторов ДВН типа Рутс использовались выражения, полученные путем аппроксимации

данных, полученных методом пробной частицы Монте-Карло для молекулярного режима течения газа. В работах [5-7] модели спиральной машины разработаны во всем диапазоне рабочих давлений, однако их существенным недостатком является раздельное рассмотрение процессов переноса газа в рабочих объемах и перетеканий через щелевые каналы с подвижными стенками.

2. Постановка задачи

На рубеже XXI века благодаря новым вычислительным ресурсам и прорыву в численных методах решения появилась возможность создания математических моделей бесконтактных машин в целом с учетом перемещения роторов.

Наиболее полную информацию о рабочем процессе можно получить методами вычислительной гидрогазодинамики (CFD). Следует учесть, что численное моделирование объемных бесконтактных насосов гораздо более сложная задача, чем расчет, например, динамических (скоростных) насосов. Переменный объем рабочих полостей с очень малыми зазорами между ними требует создания сложных сеток высокого качества, меняющихся с каждым шагом по времени. Кроме того, из-за широкого диапазона режима течения газа (от турбулентного в рабочей полости, до ламинарного или сверхзвукового в зазорах) в одной модели приходится сочетать различные уравнения движения газа (гибридные модели турбулентности).

В данной работе рассматривается возможность моделирования рабочих процессов винтовых, спиральных и двухроторных насосов типа Рутс (рисунок 1) в пакете ANSYS-CFX [8] с построением структурированных динамических сеток в пакете TwinMesh [9].

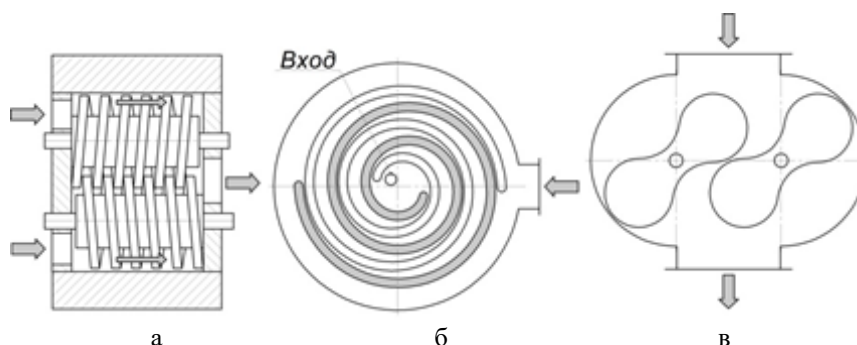


Рисунок 1. Схемы рассматриваемых насосов: а – винтовой, б – спиральный, в – ДВН типа Рутс.

В качестве расчетной области рассматривался весь внутренний объем насосов от среза сечения входного патрубка до нижнего среза выходного патрубка. Для стабилизации входящего потока дополнительно на входе добавлялся конусный участок.

3. Создание расчетных сеток

Создание сетки для расчетной области является одной из основных операций при разработке математической модели рабочего процесса. Характерные размеры рабочей полости насоса меняются от 200 мм (в отсеченном объеме) до 0,05 мм (в зазорах). Слишком высокая дискретизация сетки значительно увеличивает количество ячеек и делает невозможным проведение расчета за разумное время. Слишком низкая дискретизация не позволяет адекватно моделировать локальные эффекты, которые могут быть определяющими для расчета процесса (например, обратные перетекания в зазорах). Также объем рабочей полости изменяется в зависимости от угла поворота ротора, поэтому для каждого временного шага необходимо создание своей сетки и передача параметров газа между ними.

Рассмотрим основные методы построения сеток.

Метод перестроения сетки (Remeshing) создает новую сетку на каждом временном шаге (рисунок 2 а) [10]. При повороте ротора происходит деформация элементов сетки и при снижении качества конкретного элемента или переходе через предельный размер его удаление, разбиение или объединение с ближайшим. При этом используются неструктурированные элементы, что приводит к увеличению количества ячеек и общему снижению качества сетки. Кроме того, для использования деформируемых элементов необходимо снижать величину шага по времени, что увеличивает время

расчета. Из-за малых величин зазоров практически на каждом шаге будет происходить полное перестроение сетки, в результате будет накапливаться интерполяционная ошибка при переходе между временными шагами.

В методе погруженного тела (Immersed Solid) отдельно строится сетка для расточки корпуса (статора) и роторов (рисунок 2 б). На каждом временном шаге происходит вычитание сетки роторов из сетки статора. Таким образом, в отличие от метода перестроения и деформации итоговая сетка будет повторяться на каждом обороте. Основным недостатком этого метода, препятствующим его использованию для моделирования вакуумных насосов, является его работа только с несжимаемыми однофазными жидкостями. Кроме того, существуют сложности с дискретизацией сетки в межроторном зазоре, т.к. его положение зависит от угла поворота ротора, поэтому необходима высокая дискретизация сетки статора, что замедляет расчет.

В методе перекрывающихся (химерных) сеток (Overset Mesh), применяемом в Ansys Fluent [11], также используются отдельно сетка ротора и статора (рисунок 2 в). Однако сетка ротора охватывает некоторую область снаружи ротора. Таким образом, создание перекрывающегося интерфейса происходит в 3 этапа: вырез зон, находящихся вне области течения, уменьшение зоны перекрывания и поиск донорских расчетных ячеек (откуда берутся данные) для каждого рецептора (принимают интерполированные данные от донора). На перекрывающиеся области создаются соответствующие интерфейсы, соединяющие сеточные ячейки путем интерполяции данных в этих ячейках. Преимуществом этого метода является возможность расчета сжимаемых потоков. Основным недостатком, как и у метода Immersed Solid, является сложность построения качественной сетки в зазорах. Также в зоне перекрывающихся сеток нельзя использовать другие интерфейсы, а при интерполяции параметров потока в перекрывающихся ячейках теряется точность результата.

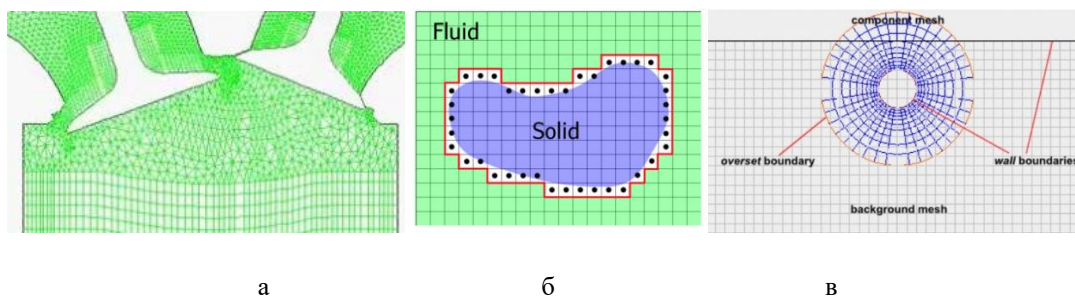


Рисунок 2. Методы построение сеток: а – перестроение, б – метод погруженного тела, в – химерные сетки.

Перечисленных недостатков лишен метод создания индивидуальной сетки (Customised Grid Generation) (рисунок 3). Для каждого временного шага создается своя сетка и происходит передача параметров газа от одного шага к другому. Для этого топология сетки должна быть постоянной, т.е. должно сохраняться число узлов и связи между ними. К недостаткам этого метода можно отнести необходимость постоянства временного шага, что несколько снижает стабильность решения.

Метод создания индивидуальной сетки реализован в пакете TwinMesh. На первом этапе создается двумерная сетка О-типа в поперечном сечении ротора. Для двухроторных машин (типа Рутс или винтовых) дополнительно строится межроторный интерфейс, разбивающий рабочую область на две части. Для построения качественной сетки используется алгоритм сглаживания, обеспечивающий ортогональность, однородное распределение узлов, пристеночное сгущение.

Сетка создается для ряда углов поворота ротора с постоянным шагом, при этом топология сетки остается неизменной. Затем для создания трехмерной сетки базовая сетка протягивается вдоль оси вращения с разделением на заданное число элементов (рисунок 3).

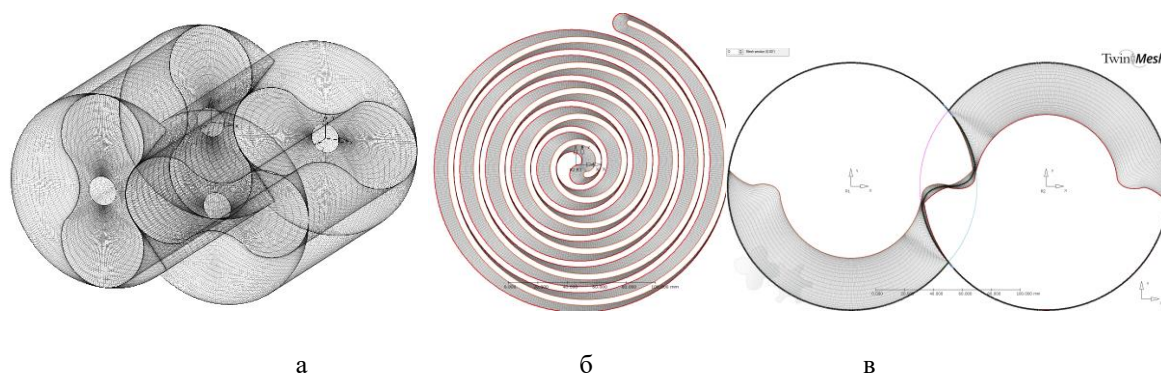


Рисунок 3. Сеточная модель рабочей полости насосов: а – двухроторный типа Рутс, б – спиральный, в – винтовой.

Отдельно в Ansys Meshing создается сетка из неструктурированных тетраэдральных и гексаэдральных элементов для недеформируемой при вращении роторов геометрии: входного и выходного трактов.

4. Моделирование рабочего процесса

Комплекс CFD ANSYS-CFX совместно с пакетом TwinMesh позволяет создать численные модели машин в целом с учетом перемещения стенок каналов и сопротивлений на входе и выходе.

В качестве рабочего тела рассматривается воздух в модели сжимаемого идеального газа. Для расчета используется SST-модель турбулентности, которая представляет собой комбинацию k-ε и k-ω моделей турбулентности. В области основного объема используются уравнения k-ε модели, а вблизи стенок и в зазорах – уравнения k-ω модели, которые хорошо описывают картину течения при достаточном разрешении сетки. Объединяются эти модели эмпирической функцией, зависящей от расстояния до ближайшей точки твердой поверхности. Однако при грубых сетках в зазоре модель SST, основанная на пристеночных функциях, дает завышение скорости и соответственно массового расхода. Поэтому для повышения точности расчета потоков в зазорах используется опция «Laminar Turbulent Blend», основанная на уравнениях ω-модели.

Кинетическая энергия турбулентности (k) [12]:

$$\frac{\partial \rho k}{\partial t} + \frac{\partial \rho U_j k}{\partial x_j} = P_k - \beta^* k \rho \omega + \frac{\partial}{\partial x_j} \left[\Gamma_k \frac{\partial k}{\partial x_j} \right], \quad (1)$$

Удельная диссипация (ω):

$$\frac{\partial \rho \omega}{\partial t} + \frac{\partial \rho U_j \omega}{\partial x_j} = \frac{\alpha}{\nu_t} P_k - \beta \rho \omega^2 + \frac{\partial}{\partial x_j} \left[\Gamma_\omega \frac{\partial \omega}{\partial x_j} \right] + 2(1 - F_1) \rho \sigma_{\omega 2} \frac{1}{\omega} \frac{\partial k}{\partial x_j} \frac{\partial \omega}{\partial x_j}, \quad (2)$$

где F_1 – функция переключения между k-ω и k-ε, β^* , β , α , $\sigma_{\omega 2}$, σ_k , P_k – коэффициенты модели, ρ – плотность, μ_t – турбулентная вихревая вязкость, u – скорость.

На входе и выходе задается открытое граничное условие (Opening) с соответствующей опцией массы и импульса и нулевым градиентом турбулентности. На стенках роторов задается соответствующая угловая скорость вращения. На стенках корпуса – условие отсутствия скольжения и теплообмена. На интерфейсах между рабочей областью и патрубками всасывания и нагнетания – условия сохранения массы и импульса, турбулентности, теплового потока.

Сходимость решения контролируется по величинам средних массовых расходов за 1 оборот на входе и выходе с течением времени.

5. Результаты расчетов

Результатом расчета является распределение давлений, температур и скоростей газа в рабочей полости на каждом временном шаге. В качестве интегральных характеристик CFD – моделирование рабочего

процесса позволяет получить массовые (объемные) расходы газа в любом сечении, индикаторную мощность и моменты сопротивления газовых сил на валах.

Для верификации CFD моделей проведены расчеты быстроты действия безмасляного спирального вакуумного насоса НВСП-12 и насоса вакуумного двухроторного типа Рутс НВД-200 производства АО «Вакууммаш» (г. Казань) [13].

Отметим, что диапазон рабочих давлений данных насосов может лежать в пределах от 1 до 10^5 Па. Причем при величине зазоров около 0,1 мм даже при давлении около 100 Па в зазорах наблюдается молекулярный режим течения газа (критерий Кнудсена $Kn > 1$) и в этих условиях CFD ANSYS-CFX не может быть использован. Поэтому расчеты проведем при давлениях выше 200-300 Па.

Представленные на рисунке 4 диаграммы наглядно пошагово демонстрируют параметры рабочего процесса в насосах. На рисунке 4а изображен момент соединения отсеченной полости с полостью нагнетания в НВД. Виден поток обратных перетеканий через межроторный канал и образование завихрения в отсеченной полости. Степень повышения давления при этом составляет 4,22, поэтому скорость газа может достигать 700-800 м/с.

Из рисунка 4 б следует, что в НВСП-12 при входном давлении 40 кПа из-за возникающего пережатия газа наибольшее давление наблюдается в предпоследней от входа рабочей полости.

Проведено сопоставление полученных расчетных данных с результатами экспериментов, проведенных работах [14, 15]. Измерение быстроты действия проводилось согласно ГОСТ 32974.1-2016. Вакуумная технология. Стандартные методы измерения характеристик вакуумных насосов. Общие положения.

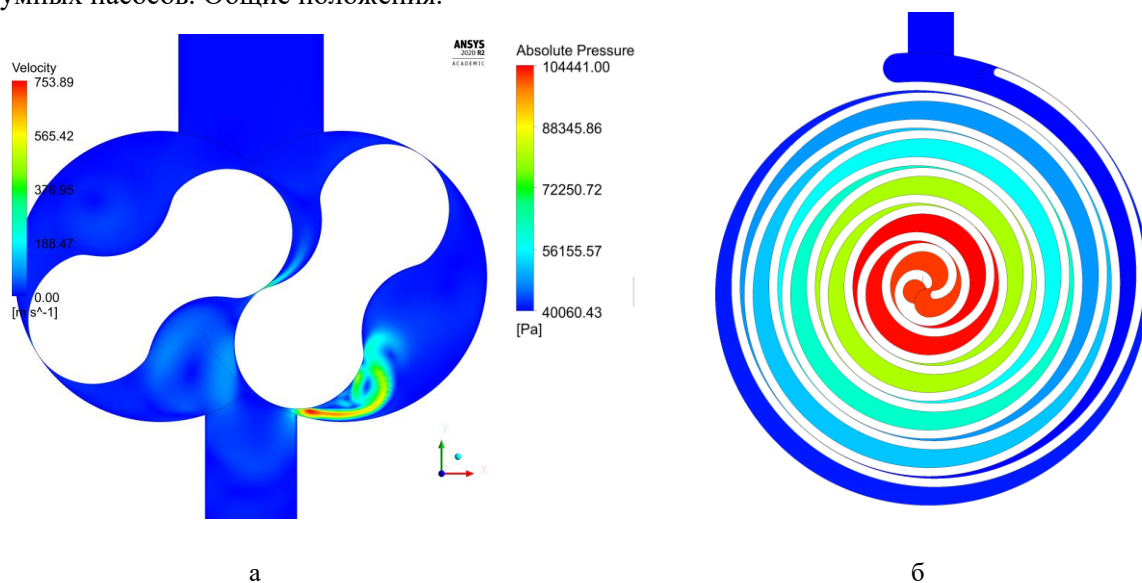


Рисунок 4. Поле скоростей в насосе типа Рутс НВД-200 (а) при давлении на входе 1,3 кПа и частоте вращения 3000 об/мин и поле давлений в спиральном насосе НВСП-12 (б) при давлении на входе 40 кПа и частоте вращения ротора 1500 об/мин.

Сопоставление расчетных и экспериментальных зависимостей быстроты действия от давления на входе представлено на рисунке 5 а, б.

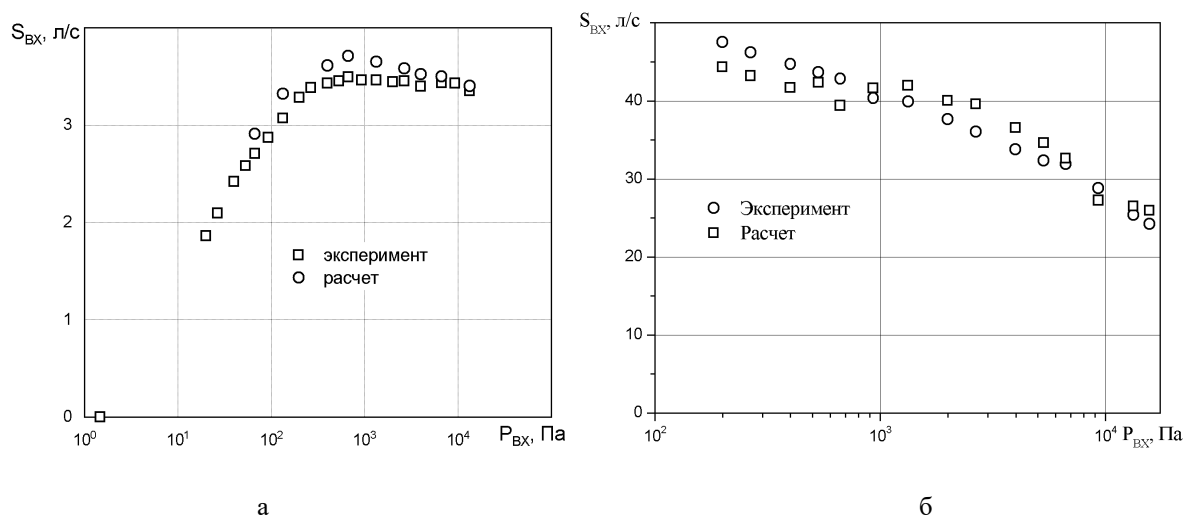


Рисунок 5. Расчетная и экспериментальная быстрота действия НВСП-12 (а) и НВД-200 (б).

Отметим, что каждой точке на рисунке 5 б отвечает своя частота вращения роторов.

Расхождение между расчетом и экспериментом для обоих насосов не превышает 10%, что подтверждает перспективность использования CFD моделирования для бесконтактных вакуумных насосов.

Список литературы

- [1] Ануфриева И В, Васильев Ю К, Кеменов В Н, Нестеров С Б и Строгова Т С 2003 Современное состояние рынка безмасляных форвакуумных средств откачки/*Вакуумная техника и технология* – Т.13, № 2. с. 93-99
- [2] Васильева Т С, Васильев Ю К и Нестеров С Б 2005 Анализ современного рынка оборудования систем создания и поддержания вакуума// *Материалы XI научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника»*. – М.: МИЭМ с. 79-86
- [3] Burmistrov A, Raykov A, Isaev A and Salikeev S Effectiveness enhancement of non-contact vacuum pumps working process // *Journal of Physics: Conference Series* 1799 (2021) 012003 IOP Publishing, doi:10.1088/1742-6596/1799/1/012003
- [4] Бурмистров А В, Караблинов Д Г и Бронштейн М Д 2004 Влияние геометрических параметров эллиптического профиля на характеристики двухроторных вакуумных насосов типа Рутс/ // *Компрессорная техника и пневматика* № 6 с. 38-40
- [5] Z Li, L Li, Y Zhao, G Bu, P Shu and Li Z 2010 Theoretical and experimental study of dry scroll vacuum pump // *Vacuum* vol.84, №3. pp. 415–21
- [6] Y Su, T Sawada, J Takemoto and S Haga 1996 Theoretical study on the pumping mechanism of a dry scroll vacuum pump/ // *Vacuum*.vol. 47 pp. 815-8
- [7] Burmistrov A, Salikeev S, Raykov A and Fomina M 2017 Mathematical model of working process of oil free scroll vacuum pump: Influence of leakage and heat transfer on pumping characteristics // *Vakuum in Forschung und Praxis* Vol. 29. Is. 6. p. 28-31
- [8] TwinMesh CFX Berlin license file for Kazan National Research Technological University c/n 13449.
- [9] Ansys, Inc. license file for Kazan National Research Technology University c/n 657938.
- [10] Hesse J, Spille-Kohoff A, Hauser J, Schulze-Beckinghausen P. 2014 Structured meshes and reliable CFD simulations: TwinMesh for positive displacement machines // *9th International Conference on Screw Machines (Dortmund)*
- [11] Ramakrishnan S, Scheidegger T 2016 Overset Meshing in ANSYS Fluent // 3th Overset Grid Symposium
- [12] Menter F, Ferraira J C, Esch T, Konno B 2003 The SST Turbulence Model with Improved Wall Treatment for Heat Transfer Predictions in Gas Turbines// *Proceedings of the International Gas Turbine Congress. Tokyo*. pp. 2-7

- [13] Спиральный насос НВСП-12 [Электронный ресурс] / АО «Вакууммаш».– 2021. – Режим доступа: <https://vacma.ru/catalog/vakuumnye-nasosy/sukhie-vakuumnye-nasosy/spiralnye-vakuumnye-nasosy-nvsp/sukhoj-spiralnyy-vakuumnyy-nasos-nvsp-12>
- [14] Тюрин А В, Райков А А, Саликеев С И, Бурмистров А В и Капустин Е Н 2020 Комплексное экспериментальное исследование параметров безмасляного спирального вакуумного насоса / // *Материалы тезисов 10й международной научно-технической конференции «Техника и технология нефтехимического и нефтегазового производства»*, Омск: ОмГТУ. с.170-1
- [15] Isaev A, Raykov A, Burmistrov A, Salikeev S and Kapustin E 2020 Development of calculation method on energy balance of thermodynamic system of variable mass body for roots pumps // *AIP Conference Proceedings* 2285, 030042 <https://doi.org/10.1063/5.0027208>

Некоторые проблемы переработки дисперсного мышьяка содержащего сырья сублимацией в вакууме

В Н Володин, С А Требухов, А В Ниценко, А А Требухов и Ф Х Тулеутай

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

E-mail: nuri_eng@mail.ru

Аннотация. На основании анализа работы разработанных к настоящему времени вакуумных электропечей для переработки дисперсных материалов сублимацией из них летучих составляющих, и проблем, связанных с технологическими процессами, предложено техническое решение, в котором перемещение концентрата осуществляется за счет реологических свойств с прямым нагревом излучением от нагревателя поверхности перемещаемого и перемешивающегося сырья. Предварительные испытания по сублимации сульфидных соединений мышьяка из гравитационного концентрата Неждановского месторождения крупностью – 1,0+0,63 мм при температуре 700°C показали извлечение мышьяка в паровую фазу более 99%.

В настоящее время существует большое количество месторождений полиметаллических сульфидных руд, в том числе золото содержащих, имеющих в своем составе мышьяк в виде сульфидов или соединений. В АО «Институт металлургии и обогащения» на протяжении нескольких десятилетий занимались проблемами извлечения соединений мышьяка из подобного рода сырья и концентратов сублимацией в вакууме, что предполагало дальнейшее использование последних в пирометаллургическом производстве в качестве флюсующих добавок или извлечения благородных металлов традиционными способами.

Перевод соединений мышьяка из золотомышьяковых и полиметаллических мышьяк содержащих концентратов в паровую фазу, а, следовательно, и в конденсат – отдельный промпродукт, сублимацией в вакууме при температурах 900-1000°C и давлении 10-60 Па не вызывает принципиальных затруднений с технологической точки зрения [1, 2]. Однако, техническая реализация процесса затруднена некоторыми особенностями разработанного к настоящему времени оборудования. Основными, связанными между собой проблемами являются: перемещение дисперсного материала в вакуумном объёме от загрузки до места выгрузки; подвод теплового потока, обеспечивающего достаточную интенсивность сублимации летучих компонентов; обеспечение достаточной поверхности для протекания процесса твёрдое – пар; организация вывода пара из сублимационного объема, его очистка от пыли и перевод в конденсированную фазу и др.

В результате ранних разработок аппаратного оформления процесса сублимации летучих составляющих из дисперсного сырья была предложена вакуумная электропечь для переработки полиметаллических концентратов во взвешенном состоянии [1, С.199-205]. Устройство представляло собой вертикальный цилиндрический вакуумный объём с соотношением высоты к диаметру, равным 8, внутри которого размещены в виде гирлянды кольцевые нагреватели, через которые просыпалось перерабатываемое сырьё. Вокруг нагревателя разместили теплоизолирующие экраны. Время перемещения материала подогретого до 300°C от места загрузки до сборника (внизу) составляло менее 1 секунды. При температуре нагревателя 1000°C дисперсный материал (флотоконцентрат) нагревался до 800°C. При этом степень возгонки летучих составляющих не превышала 70 %. Основным недостатком являлся большой пылевынос и сложность конструкции нагревательного элемента, обеспечивающего тепловой поток к материалу во взвешенном состоянии. При обработке флотоконцентрата содержащего 60 % фракции крупностью менее 0,07 мм, унос пыли в конденсатор достигал 50 %, что приводило к разубоживанию конденсата. Гранулирование перерабатываемого сырья весьма значительно снижало степень сублимации летучих из-за недостижения технологической температуры вследствие малого времени пребывания материала в зоне нагрева. В связи со сложностью

и непреодолимыми трудностями технического оформления технологического процесса исследования в этом направлении были свернуты.

В этот же период времени была разработана и изготовлена непрерывно действующая горизонтальная вакуумная сублимационная электропечь для переработки флотоконцентратов производительностью 10 т/сутки и мощностью нагревателей 90 кВт, где перемещение обрабатываемого материала осуществляли вращением шнека [3]. Оборудование оказалось не работоспособным из-за многочисленных недостатков, в том числе, вследствие прогиба вала шнека, частых заклиниваний, спекания слоя концентрата между шнеком и корпусом печи и большого пыления.

На сегодняшний день перемещение сыпучего материала в вакуумных аппаратах обеспечивают принудительно, в основном, псевдоожижением направленной вибрацией и прососом потока газа через слой дисперсного материала [4].

Вакуумным аппаратам кипящего слоя свойственны высокий тепло- и массообмен, большая удельная производительность, малый расход оживающего газа и, следовательно, меньший по сравнению с таковыми при атмосферном давлении вынос пыли, меньшее разбавление паровой смеси и улучшение условий конденсации, а также возможность реализации процесса сублимации соединений при высоких температурах, ограниченных температурой спекания материалов [5]. Минимально достижимое технологическое давление составляет величину 2,0-2,7 кПа. Максимальная удельная производительность опробованных аппаратов ВКС для разного вида сыпучих материалов достигала 12-19 т/(м²·сут). Подвод теплового потока к обрабатываемому материалу реализован преимущественно излучением, так как конвективные потоки в разреженной среде и направленной эвакуации газовой фазы отсутствуют.

Особые требования, в этом случае, предъявляются к гранулометрическому составу перерабатываемого в вакуумкипящем слое материала. Наиболее приемлемыми для термической обработки в вакууме при организации процесса псевдоожижения являются размеры гранул класса –1,0+0,2 мм. Использование исходного флотоконцентрата в состоянии поставки сопровождается пылевыносом, достигающим 40 % от загруженного. Заметное влияние на технологический процесс деарсенации дисперсного сырья имеют температура спекания, летучесть спекающего минерала и насыпная плотность материала. Если температуру спекания можно повысить нанесением на гранулы тонкого слоя более тугоплавкого компонента, например каолина, то относительно большая насыпная плотность влечет за собой увеличения расхода оживающего газа и, как следствие, повышение технологического давления в вакуумном объеме со снижением степени возгонки летучих. Так при увеличении давления с 10 до 133 Па при 700 °С и выдержке 30 мин степень возгонки мышьяка из золото-сурьмяной руды снижается с 43 до 23 % [1, С.139]. При образовании спёков из легколетучих компонентов после некоторой выдержки и сублимации последних возможен переход материала в псевдоожиженное состояние. Спекание нелетучих соединений приводит к аварийной остановке технологического процесса.

Наиболее проработанным конструктивным оформлением переработки дисперсных материалов псевдоожижением являются вибровacuумные электропечи, прошедшие опытно-промышленные и промышленные испытания [2]. Перемещение материала и его нагрев осуществляют на винтовом виброконвейере, имеющем внутреннюю полость, в которой размещен нагреватель и которая не сообщается с вакуумным печным пространством. Перемещение по вибрационной колонне может быть реализовано как сверху вниз, так и снизу вверх направленными колебаниями вибратора. Последнее увеличивает время пребывания материала в сублимационной зоне. На установке производительностью до 5 т концентрата в сутки отработаны узлы загрузки, выгрузки, пылеулавливания, конденсации паров сульфидов мышьяка и придание конденсату компактной формы для захоронения [6]. Для реализации процесса сублимации мышьяка содержащих соединений характерен относительно невысокий пылеунос.

Опытно-промышленные испытания технологии и вибровacuумного оборудования на примере флотационного золото-мышьяково-углистого концентрата Бакырчикского месторождения и флотационного и гравитационного концентратов Нежданинского месторождения, проведенные при 620-760 °С и давлении 4,67-6,67 кПа обеспечили на 96 % в первом случае и на 93% - во втором перевод мышьяка в паровую фазу и конденсат. Остаточное содержание мышьяка не превышало 0,3 % [7].

Основными недостатками такого типа оборудования являются процесс передачи тепла к дисперсному материалу через стальную трубу виброконвейера, что приводит к сильному перегреву со стороны нагревателя и появлению в ней остаточных деформаций, и сульфидирование при относительно продолжительной эксплуатации конструкционного материала виброжелоба.

Анализируя проблемные моменты технического оформления сублимационных процессов вакуумной переработки дисперсного мышьяк содержащего сырья можно выделить непреодолимые проблемы понижения давления, свойственные для вакуумкипящего слоя, и повышения температуры процесса при передаче тепла к обрабатываемому материалу, а также термо- и коррозионной стойкости специальных сталей в вибровакuumных печах.

В этой связи нами предпринята попытка разработки оборудования, где перемещение материала в сублимационной зоне печи обеспечивается за счет реологических свойств, что открывает возможность использовать инертные по отношению к сульфидной атмосфере материалы и реализовать передачу тепла излучением на открытые участки дисперсного материала.

Схема первого варианта пилотной сублимационной установки для переработки дисперсных сульфидных мышьяк содержащих материалов приведена на рисунке 1.

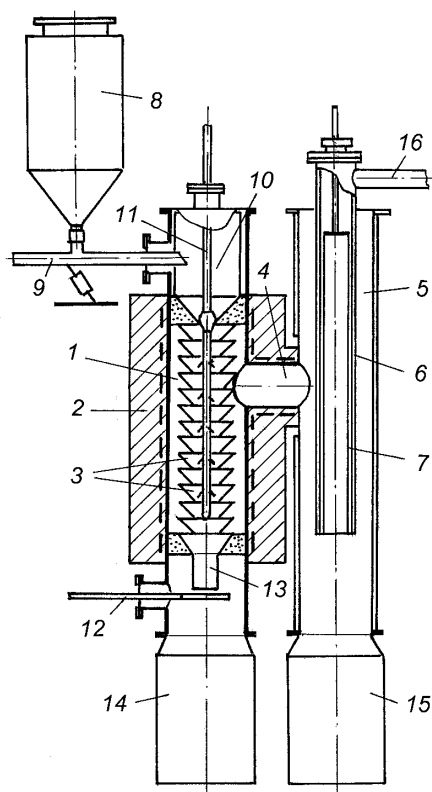


Рисунок 1. Схема вакуумной сублимационной установки для переработки дисперсных мышьяк содержащих материалов: 1 – испаритель; 2 – электропечь; 3 – обечайки; 4 – паропровод; 5 – конденсатор; 6 – труба; 7 – фильтр тканевый; 8 – бункер для исходного сырья; 9 – загрузчик вибрационный; 10 – емкость промежуточная; 11 – шток с конусным затвором; 12 – разгрузчик вибрационный; 13 – устье нижней обечайки; 14 – приемный бункер остатка; 15 – приемный бункер конденсата; 16 – вакуум-провод.

Установка представляет собой испаритель (1), обогреваемый электропечью (2), внутри которого размещены усеченные конические (или цилиндроконические) бóльшим основанием вверх обечайки (3) с углом конуса, бóльшим чем угол естественного откоса сыпучего материала. Обечайки расположены с зазором между собой таким образом, чтобы сыпавшийся под углом естественного откоса из меньшего диаметра верхней обечайки материал не «перетекал» верхний край бóльшего основания ниже расположенной обечайки. Испаритель соединен обогреваемым паропроводом (4) с водоохлаждаемым конденсатором (5). Внутри конденсатора коаксиально смонтирована охлаждаемая водой труба (6) внутри которой размещен тканевый фильтр (7) для улавливания тонкодисперсного конденсата. Аппарат снабжен бункером (8) для исходного сырья и вибропитателем (9) для подачи последнего в промежуточную емкость (10). Промежуточная емкость отделена от пространства испарителя подвижным полым штоком с конусным затвором (11), внутри которого размещена термopара. Ниже испарителя размещен вибразгрузчик (12), который совместно с сыпучим

материалом в устье нижней обечайки (13) образует затвор, отделяющий приемный бункер остатка от переработки (14) от сублиматора. Осыпавшиеся со стенок конденсатора сульфиды мышьяка накапливаются в бункере (15). Газы из аппарата эвакуируют через вакуумпровод (16).

При проведении технологического испытания дисперсный материал из бункера для исходного сырья посредством вибрационного питателя подавали в промежуточную емкость над сублиматором, откуда непрерывно или периодически заполняли полость, образованную обечайками. Нагрев обрабатываемого материала осуществляли излучением на открытых участках, образованных дисперсным материалом за счет естественного пересыпания и обращенных к внешнему нагревателю. Время обработки регулировали вибрационным разгрузчиком, расположенным с зазором относительно устья нижней обечайки. Дисперсный материал в устье и на разгрузчике образовывали затвор, отделяющий сублимационный объем от бункерного пространства и предотвращающий проникновение и конденсацию в последнем сульфидной паровой фазы. Паровую фазу из сублиматора через паропровод направляли на твердофазную конденсацию сульфидов мышьяка в водоохлаждаемый конденсатор циклонного типа.

При разработке конструкции сублимационной электропечи не рассматривалось техническое оформление процессов непрерывной загрузки исходного сырья и выгрузки продуктов переработки.

Испытания оборудования на инертном материале – песке показали возможность переработки материала при температуре до 1000°C и давлении 60 Па. Предварительные технологические испытания с пробой гравитационного концентрата Нежданинского месторождения (Российская Федерация) крупностью –1,0+0,63 мм при температуре 700°C и давлении (на входе в вакуумный насос) 1,3 кПа показали высокое, более 99 % извлечение мышьяка (по остатку) в паровую фазу. При этом следует иметь в виду, что технологическое давление в сублиматоре определяется давлением насыщенного пара летучих сульфидов перерабатываемого сырья при этой температуре.

Таким образом, предложенное реологическое перемещение дисперсного материала в зоне сублимации сульфидов мышьяка в сочетании с прямым нагревом излучением открытой поверхности обрабатываемого материала подтвердили перспективность подобного конструктивного оформления технологического процесса.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Республики Казахстан (грант ИРН АР09258805).

Список литературы

- [1] Исакова Р А, Нестеров В Н и Челохсаев Л С. 1973 *Основы вакуумной тироселекции полиметаллического сырья*. Алма-Ата, Наука. с. 130-43
- [2] Храпунов В Е и Исакова Р А. 2002 *Переработка упорных золотомышьяковых концентратов с применением вакуума*. Алматы, Ғылым. с. 252
- [3] Клеандров Т Н, Мельников С М, Барсуков В В и Зайцев М Г 1971 *Вакуумные процессы в цветной металлургии*. Алма-Ата, Наука. с. 268-72
- [4] Исакова Р А, Храпунов В Е и Володин В Н. 2012 *Цветные металлы*. **10** с. 69-74
- [5] Храпунов В Е, Исакова Р А, Абрамов А С и Володин В Н. 2004 *Переработка ртутьсодержащего минерального и техногенного сырья при пониженном давлении*. Алматы, Комплекс. с. 236-79
- [6] Храпунов В Е, Требухов С А, Исакова Р А, Жумабекова Н Н и Колчанов М Л. 2012 *Комплексное использование минерального сырья*. **4** с. 73-80
- [7] Храпунов В Е, Исакова Р А, Требухов С А, Ниценко А В и Марки И А. 2014 *В сборнике: Прогрессивные методы обогащения и комплексной переработки природного и техногенного минерального сырья. Плаксинские чтения*. с. 328-330

Переработка полиметаллического концентрата мусороперерабатывающих заводов дистилляцией в вакууме

С А Требухов¹, В Н Володин¹, О В Уланова², Н М Бурабаева¹ и Ф Х Тулеутай¹

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

² «DHZ» AG, 8154, Oberglatt, Swiss Confederation

E-mail: vohubert@mail.ru

Аннотация. На основании анализа физико-химических свойств основных металлов: меди, цинка, свинца и олова, содержащихся в металлическом концентрате от переработки мусора, в том числе построения полных диаграмм состояния двойных систем меди со свинцом и цинком, включающих фазовый переход расплав – пар в вакууме, предложена последовательность операций по переработки вторичного сырья. Предлагаемая технология включает предварительную плавку концентрата на черновую латунь для усреднения состава и последующее дистилляционное извлечение свинца и цинка каждого в черновые металлы при температуре более 1000 °С с понижением давления от атмосферного до 30 Па. Кубовый остаток на основе меди может быть переработан в медном производстве. Технологические исследования подтвердили принципиальную возможность такой технологической схемы.

1. Введение

Проблемы твёрдых бытовых отходов обуславливают совершенствование технологий их переработки [1]. Одной из таких является сжигание, в результате которого образуется шлак, где концентрируются черные (до 8%) и цветные металлы (2-3%) [2]. Существующие технологии позволяют разделять шлаки на концентраты черных и цветных металлов [3]. Швейцарская компания DHZ AG, занимающаяся переработкой шлаков [4], получает несколько сотен тонн металлического гранулированного концентрата, реализуемого как медный лом, в котором 20-40% меди, 40-50% латуни и 20-30% цинка. В латуни может содержаться до 5% олова и до 10% свинца. Одной из целесообразных операций в технологической схеме переработки подобного сырья может быть дистилляционное извлечение цинка и свинца в отдельный продукт.

Сопоставительный анализ физических свойств, в частности, температур кипения и давлений пара летучих свинца и цинка с мало летучими медью и оловом [5], не предполагает переход последних при дистилляции в паровую фазу из-за большой разницы в этих величинах.

Вместе с тем, дистилляционное разделение летучих металлов от нелетучих, сопровождается изменением концентрации их в расплаве в широком диапазоне, что обусловлено переходом одних металлов паровую фазу и накоплением вторых в кубовом остатке. Кроме того, понижение давления сопровождается сдвигом границ фазового перехода жидкость – пар по температуре на сотни градусов, что может повлечь за собой кристаллизационные процессы в расплаве.

Причем, если рассматриваемые системы свинец – олово [6] и цинк – олово являются легкоплавкими с относительно низкими температурами линии ликвидуса и процесс появления кристаллов маловероятен, то для систем меди со свинцом и цинком процесс образования твердой фазы имеет место, а в системе Cu – Zn возможно смещение температуры кипения на область твердых растворов. В этих обстоятельствах важен выбор технологических условий дистилляционного процесса – температуры и давления.

2. Выбор технологических условий дистилляционного процесса

Наиболее полную информацию о поведении металлов при нагревании в вакууме могут дать фазовые переходы жидкость – пар, границы которых: температуры кипения и состав пара позволяют определить условия технологического процесса. В связи с тем, что испарение цинка и свинца из

расплавов проводят, как правило, при 1-100 Па, нами построены полные фазовые диаграммы, включающие паровую фазу, систем медь – свинец и медь – цинк для указанных давлений.

При расчете границ фазовых переходов жидкость – пар за точку кипения принимали температуру, при которой сумма парциальных давлений меди и свинца или меди и цинка равна 1 или 100 Па, а состав паровой фазы как доля парциального давления металла в суммарном давлении. Изменение температуры фазовых переходов конденсированной фазы, которое по нашим расчетам составляет менее $5,6 \cdot 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}$, при построении диаграммы не учитывали. Давление пара металлов в системе медь – цинк заимствовано из работы [7], в системе медь – свинец – из [8]. Границы полей сосуществования жидкости и пара ($L+V$) при 100 и 1 Па (последние заштрихованы) нанесены на диаграммы состояния из справочного издания [9] (рисунки 1 и 2).

На диаграмме состояния Cu – Pb (рисунок 1) линия температуры кипения расплавов при 100 Па находится в поле жидких растворов, при концентрации $\sim 20 - 60 \text{ at. \% Pb}$ в области расслаивания L_1+L_2 , менее $\sim 10 \text{ at. \%}$ - в двухфазной области $(Cu)+L$. При давлении, равном 1 Па, кривая кипения расплава размещена в поле $(Cu)+L$, причем состав жидкой фазы соответствует составу расплава в точке пересечения кривой ликвидуса $\sim 94 \text{ at. \% Pb}$.

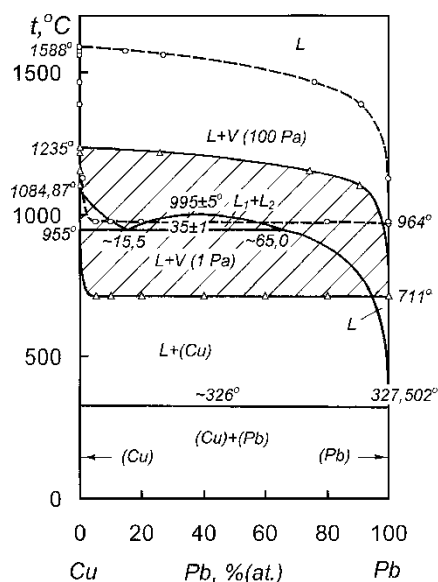


Рисунок 1. Диаграмма состояния системы медь – свинец.

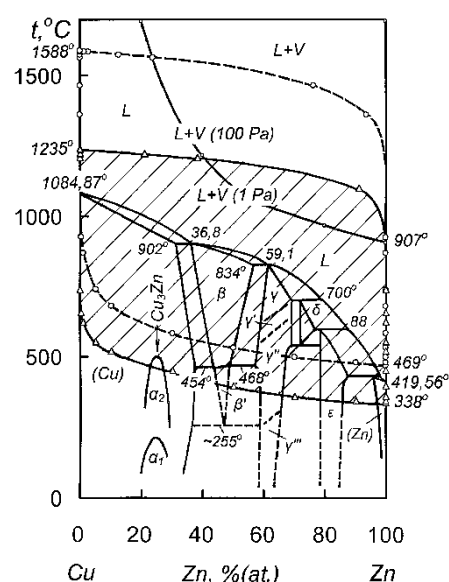


Рисунок 2. Диаграмма состояния системы медь – цинк.

То есть испарение свинца будет протекать из богатого по его содержанию сплава. По мере испарения свинца при 1 Па будет изменяться лишь количественное соотношение фаз (Cu) и L . Исходя из положения границ полей парожидкостного равновесия, технологических затруднений при дистилляционном разделении свинца от меди не предполагается. Паровая фаза будет представлена практически полностью свинцом.

В системе Cu – Zn (рисунок 2) область существования жидких растворов при атмосферном давлении между линией ликвидуса и кривой кипения не велика по температуре, особенно в области концентраций, соответствующих составу латуней. Температуры кипения в вакууме накладываются на области существования твердых фаз ϵ , γ , β , Cu_3Zn , (Cu) и их растворов. Лишь при давлении 100 Па кривая кипения расплавов пересекает малое по концентрации меди поле жидкости (L) и двухфазное поле $(\epsilon+L)$. Перевод цинка в паровую фазу из его сплавов с медью будет процессом сублимации преимущественно из кристаллических фаз, что значительно снижает технологическую интенсивность процесса разделения. Процесс испарения цинка из жидких растворов с медью в равновесных условиях в форвакууме возможен лишь при очень малой его концентрации – 0.51 и $1 \cdot 10^{-3} \text{ \%}$ при 100 и 1 Па соответственно. Для реализации процесса испарения цинка из расплава необходимо значительное повышение давления над жидкой ванной. Температура плавления даже богатых по содержанию цинка

латуней (до 30%) близка к температуре кипения цинка при атмосферном давлении (907 °С). Следовательно, испарительное извлечение цинка при расплавлении подобного металлического концентрата возможно лишь при атмосферном давлении. Паровая фаза при этом более чем на 99,9% будет представлена цинком

Анализируя диаграммы состояния при низком давлении в контексте дистилляционного разделения компонентов, могут быть рассмотрены две схемы разделения металлов концентрата. Первая из них включает раздельное извлечение цинка дистилляцией при атмосферном давлении и последующее извлечение свинца дистилляцией в форвакууме с раздельной конденсацией цинка и свинца (в двух конденсаторах) и накоплением меди в кубовом остатке. Вторая – совместное испарение вначале, преимущественно, цинка, затем свинца и цинка при медленном понижении давления от атмосферного до форвакуума и совместную конденсацию паровой фазы в одном конденсаторе. В пользу второго варианта свидетельствует возможность получения свинца с примесью цинка (до 2 %) и цинка с примесью свинца (до 1%) за счет расслаивания коллективного конденсата при осаждении паровой фазы в жидком виде при давлении более 30 Па и температуре более 420 °С. Последующее возможное, как следует из более раннего нашего исследования [10], реиспарение цинка из свинцово-цинкового конденсата будет в значительной мере предотвращено более высоким давлением пара в зоне испарения, подводом пара в зону конденсации, что сдвинет реакцию пар (Zn_v) → жидкость (Zn_l) в сторону образования жидкой фазы. Однако, предотвратить образование некоторого количества цинковой пыли – пусьерры, исходя из промышленной практики конденсации цинкового пара, не представляется возможным из-за твердофазной конденсации в объеме и выносе образовавшихся частиц парогазовым потоком вне пределов конденсатора.

Помимо проблем, обусловленных переводом цинка и свинца в паровую фазу, присутствуют трудности образования ванны расплава, подлежащего испарительному разделению. При сжигании мусора образуются шлаки, в которых распределены оплавленные частицы сплавов различного состава. При механическом измельчении шлака, по предварительным данным, на поверхности частиц – гранул, размером менее 10 мм, образуются пленки, состоящие из тугоплавких соединений, в том числе карбидов и оксидов, препятствующих коалесценции с получением жидкой ванны расплава. Последнее является значимым препятствием при техническом оформлении процесса выгрузки кубового остатка. В этой связи представляется целесообразной предварительная плавка полиметаллического концентрата на черновую латунь с последующим разделением металлов дистилляцией.

На основании этого переработку металлического концентрата предложено проводить с предварительной плавкой на черновую латунь, затем (или одновременно) вести вначале дистилляцию цинка при температурах выше 1000 °С с постепенным понижением давления от атмосферного до 30-300 Па, что обеспечит последующую дистилляцию свинца, и совместной конденсацией паровой фазы в одном конденсаторе. При организации жидкофазной конденсации пара при температуре более 420 °С и давлении выше 30 Па возможно самопроизвольное разделение свинцово-цинкового конденсата расслоением в жидкой фазе.

3. Технологические испытания

Технологические исследования по переработке металлического концентрата выполнены с предварительной плавкой на черновую латунь в индукционной печи с контролируемой атмосферой (в аргоне) при температуре 1000 – 1100 °С. В процессе плавки на черновую латунь наблюдали испарение цинка в количестве до 10-15 % от количества его в концентрате. Разделение сплава дистилляцией осуществляли в вакуумной электропечи, снабженной тигельным испарителем и обогреваемым конденсатором, соединенных между собой обогреваемым паропроводом. Обогреваемые части испарителя, паропровода и конденсатора выполнены из кварца, тигельный испаритель – из графита. Коллективный конденсат из конденсатора сливался в не обогреваемый тигель. Продукты дистилляционной переработки извлекали из вакуумной печи в твердом виде после заполнения ее инертным газом и охлаждения. Коллективный конденсат извлекали и переплавляли в атмосфере аргона для разделения на цинковый и свинцовый слои. Продукты переработки взвешивали и анализировали. Количество свинцового и цинкового конденсата рассчитывали без разделения слитка коллективного конденсата: по объему слоев и плотности металлов – цинка и свинца. Опробование состава слоев слитка выполнено: свинцового со стороны донной части, цинкового – с поверхности. Испытания

подтвердили в основном правильность выбора технологических условий и параметров с получением ожидаемых результатов.

В качестве примера распределения металлов при вакуумной дистилляции черновой латуни приведен баланс (таблица 1) вакуумной плавки при температуре 1000 - 1050 °С в течение 4 часов с медленным понижением давления от 92 кПа (690 мм рт. ст. давления на уровне г. Алматы) до 30 Па в конце процесса. Площадь испарения $1,13 \cdot 10^{-2} \text{ м}^2$.

Таблица 1. Баланс дистилляционной переработки черновой латуни.

Статьи баланса	Масса		Цинк		Свинец	
	кг	%	Содержание, %	Распределение, %	Содержание, %	Распределение, %
<i>Загружено:</i>						
Латунь черновая	3,130	100	16,60	100	4,07	100
<i>Получено:</i>						
Цинк черновой	0,530	16,93	98,70	102,14	0,95	3,95
Свинец черновой	0,126	4,03	1,74	0,42	96,35	95,29
Остаток кубовый	2,431	77,67	0,22	1,04	0,21	4,01
Итого:	3,087	98,63		103,60		103,25
Невязка:	-0,043	-1,37		+3,60		+3,25

Статьи баланса	Масса		Медь		Олово	
	кг	%	Содержание, %	Распределение, %	Содержание, %	Распределение, %
<i>Загружено:</i>						
Латунь черновая	3,130	100	77,40	100	1,80	100
<i>Получено:</i>						
Цинк черновой	0,530	16,93	$5 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-4}$	0,47
Свинец черновой	0,126	4,03	$2 \cdot 10^{-4}$	$1,0 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-4}$	0,11
Остаток кубовый	2,431	77,67	97,01	97,44	2,14	92,40
Итого:	3,087	98,63		97,45		92,98
Невязка:	-0,043	-1,37		-2,55		-7,02

Видно, что цинк и свинец с высоким извлечением выведены в черновые промпродукты. Кубовый остаток, представляющий собой черновую медь, может быть переработан в электролизом в медном производстве.

4. Выводы

На основании приведенных результатов можно сделать вывод о принципиальной возможности разделения полиметаллического концентрата на отдельные продукты: цинковый и свинцовый конденсаты – черновые металлы и кубовый остаток, где сконцентрирована медь, которые после рафинирования могут быть реализованы как товарные продукты. Следует отметить высокое извлечение каждого из металлов в одноименный промпродукт. Вместе с тем, технология переработки и конструктивное оформление схемы требуют значительной доработки.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Республики Казахстан (грант AP 08855494).

Список литературы

- [1] Кириллов Ю А, Славин А М и Шишигина Т Н *Современные наукоёмкие технологии*. 2005. №5. С.68. <http://top-technologies.ru/ru/article/view?id=22945> (in Rus.)
- [2] Friedrich B.// *Conference: Workshop “Norwegian-German Business Cooperation”*. May 2019. <http://dx.doi.org/10.13140/RG.2.2.12328.83207> (in Eng.)

- [3] Gisbertz K and Friedrich B // *Conference: Berliner Konferenz: Mineralische Nebenprodukte und Abfälle - Aschen, Schlacken, Stäube und Baurestmassen* - At: Berlin/Germany, May 2015. <http://dx.doi.org/10.13140/RG.2.2.17194.21443> (in Eng.)
- [4] Welcome to the supersort®technology DHZs processing technology for MSWI bottom ash and shredder residues. [Electronic resource]. - URL: <https://www.supersort.ch/en/> (date of treatment 11/02/2020). (in Eng.)
- [5] Малышев В П, Турдукожаева А М, Оспанов Е А и Саркенов Б. 2010 *Испаряемость и кипение простых веществ*. М.: Научный мир. с.293-8. <https://www.twirpx.com/file/2378796/> (in Rus.)
- [6] Trebukhov S A, Volodin V N, Ulanova O V, Nitsenko A V and Burabaeva N M. 2021. *Kompleksnoe ispol'zovanie mineral'nogo syr'a*. No.1 (316). P.82-90. <https://doi.org/10.31643/2021/6445.10> (in Eng.)
- [7] Yong Nian Dai and Bing Yang 2000 *Vacuum Metallurgy of Non-Ferrous Metals*. Beijing: Metallurgical Ind. Press. V.3. P.516-43. (in Eng.)
- [8] Timuçin M. *Metall. Trans.* 1980. V.11B, № 3. P.503-10. (in Eng.)
- [9] Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник. Под ред. Лякишева Н.П. М.: Машиностроение. 2001. Т.3. Кн.1, 872 с. <http://www.vixri.com/?p=4635> (in Rus.)
- [10] Volodin V N, Khrapunov V E and Marki I A. 2011. *Russian Journal of Physical Chemistry A*. Vol.85, Iss.7, P.1285-1287. <https://doi.org/10.1134/S0036024411070363> (in Eng.)

Оптическая диагностика разряда вдоль поверхности диэлектрика в управляемом вакуумном разряднике при использовании разных материалов диэлектрика

С Г Давыдов, А Н Долгов, А А Козлов, В А Максимов и Р Х Якубов

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова» (ВНИИА), 127030, Москва, Россия

E-mail: vniia4@vniia.ru

Аннотация. Методами скоростной фотосъемки и стереоскопической в видимом диапазоне спектра микроскопии проведены исследования, которые позволили выявить различия в протекании искрового разряда вдоль поверхности диэлектрика в управляемом вакуумном разряднике при использовании разных материалов диэлектрика (слюда мусковит и керамика типа корунд). Анализ фотографий разряда и эрозии электродных систем показывает, что в случае разряда по поверхности керамики в качестве плазмообразующего вещества в большей степени задействован материал электродов, а для слюды – материал диэлектрика.

1. Введение

Эффект возникновения дугового разряда в вакууме, инициированного поджигающим искровым разрядом по поверхности диэлектрика, уже давно и широко используется в рентгеновских трубках, нейтронных трубках и разрядниках [1]. Такое удачное сочетание этих двух типов разрядов позволило сделать момент возникновения дугового разряда управляемым, с временной точностью порядка десятка наносекунд. Технические характеристики приборов в основе которых лежит данный эффект (время задержки срабатывания, напряжение срабатывания, стабильность напряжения срабатывания, коммутируемые токи) несомненно связаны с особенностями протекания инициирующего искрового разряда вдоль поверхности диэлектрика. Существенное влияние на параметры данного искрового разряда оказывает материал диэлектрика, вдоль которого он протекает. В связи с этим, целью настоящей работы являлось определение различий в протекании разряда по поверхности диэлектрика в управляемом вакуумном разряднике при использовании разных материалов диэлектрика.

2. Постановка эксперимента

В большинстве случаев управляемый вакуумный разрядник представляют собой систему из трех электродов: катод, инициирующий (или поджигающий электрод) и анод, размещенную в вакуумном объеме при давлении остаточных газов не хуже 10^{-3} Па. Катод и поджигающий электрод отделены друг от друга диэлектриком и составляют поджигающую систему разрядника. Анод отделен от катода вакуумным промежутком [1]. Катод заземлен, анод находится под положительным потенциалом в несколько киловольт, для инициирования срабатывания прибора – возникновения дугового разряда в промежутке катод-анод, на поджигающий электрод подается управляющий импульс напряжения положительной относительно катода полярности.

Так как предметом исследования являлся искровой разряд вдоль поверхности диэлектрика, в экспериментах использовалась только поджигающая система разрядника, которая представляла собой электродную систему, сформированную методом магнетронного напыления тонкопленочного металлического покрытия на поверхность диэлектрической подложки, так как показано на рисунке 1.

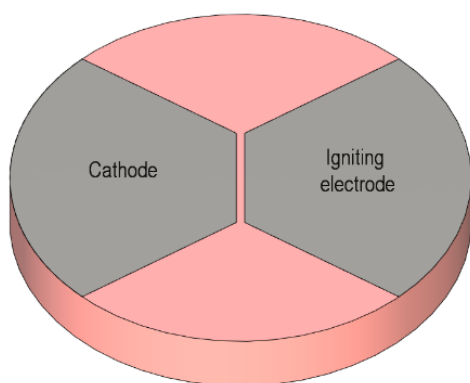


Рисунок 1. 3D-изображение поджигающей системы, сформированной методом магнетронного напыления на поверхности керамики.

В качестве материала подложки использовались наиболее часто применяемые типы диэлектрика в вакуумных разрядниках: керамика и слюда. Ширина диэлектрического промежутка составляет 140–160 мкм, толщина напыленного покрытия – 2 мкм, материал покрытия – титан.

В результате подачи импульса напряжения между катодом и поджигающим электродом возникал искровой разряд по поверхности диэлектрика. Импульсное напряжение пробоя, при котором возникал разряд – 3 кВ, длительность разряда – 30 нс, максимальное значение тока разряда в случае использования керамики в качестве диэлектрической подложки составляло 3.6 А в случае использования слюды – 6 А.

Скоростная фотосъемка производилась при помощи цифровой фотокамеры на основе ПЗС-матрицы, которая позволяла регистрировать изображения разряда в диапазоне длин волн 190–1100 нм с пространственным разрешением 1928×1448 пикселей и минимальным временем экспозиции – 60 мкс. Для фотосъемки использовалась специальная оправка, показанная на рисунке 2а, которая позволяла разместить исследуемую поджигающую систему в поле зрения фотокамеры (рисунок 2б) обеспечив надежный электрический контакт.

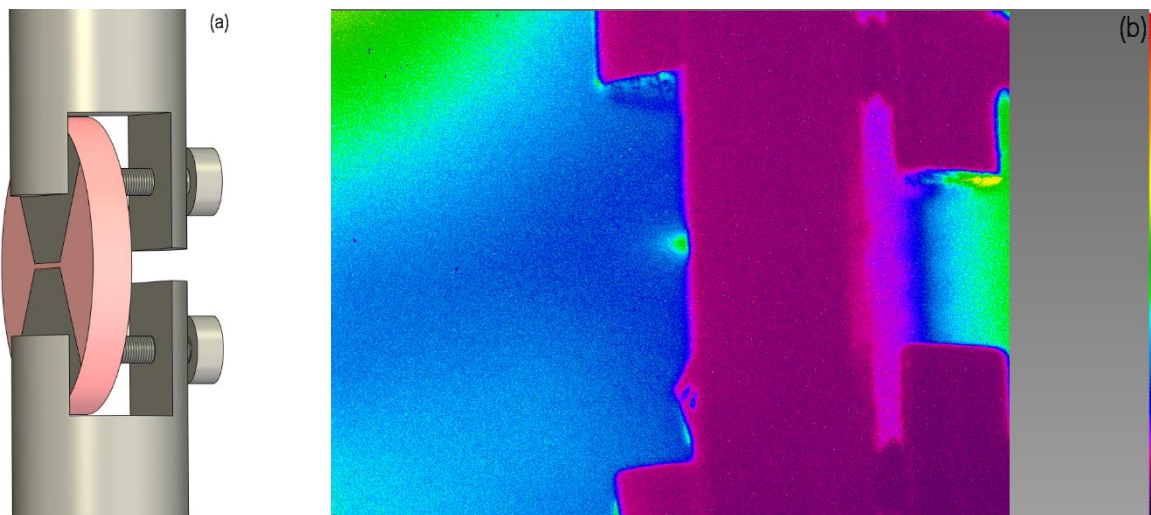


Рисунок 2. 3D-изображение поджигающей системы, размещенной в оправке для фотосъемки (а), поле зрения фотокамеры при включенном источнике подсветки (б).

3. Сравнительный анализ изображений разряда полученных при использовании разных материалов диэлектрической подложки

При времени экспозиции 60 мкс были получены изображения искрового разряда по поверхности слюды (рисунок 3а) и керамики (рисунок 3б).

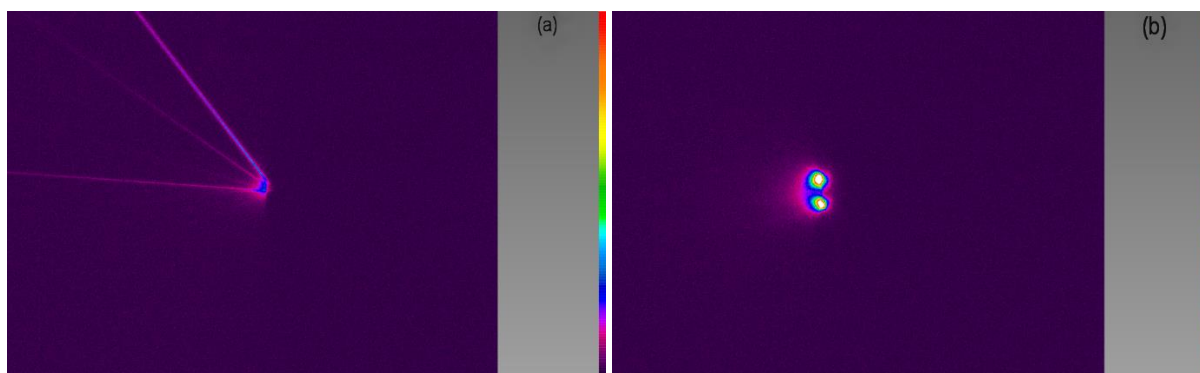


Рисунок 3. Фотография искрового разряда по поверхности слюды (а) и керамики (b).

Анализ полученных изображений позволил выявить ряд особенностей, отличающих разряд по керамике от разряда по слюде:

- для разряда по поверхности слюды характерна единая компактная область свечения, центр которой совпадает с диэлектрическим промежутком; в случае разряда по поверхности керамики наблюдается формирование двух областей свечения, соответствующих катодному пятну (на катоде) и анодному пятну (на поджигающем электроде);
- протекания разряда по слюде сопровождается появлением многочисленных ярких изображений светящихся треков макрочастиц (капель жидкого металла – материала катода); в случае разряда по поверхности керамики треков макрочастиц не наблюдается;
- интенсивность наблюдаемого свечения в случае разряда по керамике заметно больше, чем при разряде по слюде, несмотря на идентичные значения импульсного напряжения пробоя и больший ток разряда в случае слюды.

4. Сравнительный анализ картины эрозии поджигающих систем

После фотосъемки был проведен анализ эрозии поджигающих систем под действием разряда с использованием стереоскопической микроскопии. Картины эрозии электродных систем на поверхности слюды и керамики представлены на рисунках 5а и 5b соответственно.

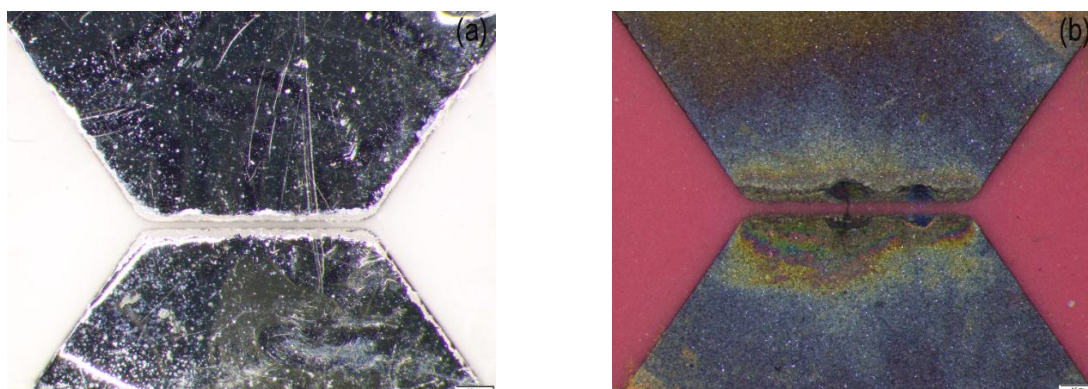


Рисунок 5. Фотографии эрозии поджигающих систем, сформированных на поверхности слюды (а) и керамики (b).

На photographиях видно, что масштаб эрозии электродов под действием разряда значительно больше для поджигающей системы, сформированной на поверхности керамики, в случае слюды эрозии подверглась лишь узкая кромка электродов. Также заметно, что в случае слюды граница эрозии более ровная, чем в случае керамики.

5. Результаты и обсуждения

Столь разные наблюдаемые картины эрозии поджигающих систем и протекания разряда по поверхности двух диэлектриков можно объяснить следующим образом.

Керамика – тугоплавкий материал: ее температура плавления – 2047°C, температура сублимации – 2980°C. Поверхность керамики – пористая. В порах находится некоторое количество сорбированного газа. При развитии разряда по поверхности керамики из-за нагревания вещество покидает поры. Температура электронов при формировании катодного слоя составит ~15 эВ или несколько больше, что достаточно для эффективной ионизации газа. При указанной температуре ионов материала катода их средняя тепловая скорость составит $8 \cdot 10^3$ м/с. За время порядка 10 нс плазма из центра взрывной эмиссии электронов расширится до размера $\sim 10^{-4}$ м и образует над поверхностью диэлектрика проводящий канал с толщиной ~ 100 мкм и длиной приблизительно равной длине диэлектрического промежутка ~ 140 мкм. Канал должен в конечном итоге пропустить ток ~ 4 А. При шероховатости поверхности $\sim 2,5$ мкм на всей поверхности с учетом пористости может быть сорбировано примерно $3 \cdot 10^{11}$ частиц. Попав в канал разряда эти частицы образуют плазму с концентрацией уже заряженных частиц примерно 10^{23} м⁻³ [2, 3]. Скорость токового дрейфа электронов составит при этом $\sim 3 \cdot 10^4$ м/с, что больше средней тепловой скорости ионов и, следовательно, много больше скорости ионного звука. В такой ситуации развивается так называемая ионно-звуковая неустойчивость, вследствие которой электроны, кроме потери энергии при парных столкновениях с ионами, теряют энергию раскачивая колебания. Учитывая, что средняя длина пробега частиц в разряде $\lambda \approx 10^{-4}$ м слишком велика (для того чтобы разогревать газ в порах), чтобы молекулы газа вылетели из пор, необходимо прогреть диэлектрик. За время ~ 30 нс (порядка длительности импульса тока) керамика прогреется на глубину порядка ~ 1 мкм и соответственно будет десорбирована только часть молекул, находящихся на поверхности, следовательно, условия для протекания тока могут быть хуже, чем предполагалось. Недостаток заряженных частиц в канале тока может быть возмещен только за счет эрозии материала электродов – катода и поджигающего электрода, и только тогда окажется возможным переход разряда в режим короткого замыкания.

Иная картина складывается в случае разряда по поверхности слюды. При 700 °C произойдет почти полное обезвоживание слюды, ее вспучивание и выход паров воды наружу. За время порядка длительности импульса тока слюда прогреется на глубину $0,2 \cdot 10^{-6}$ м. При температуре 1145-1400 °C произойдет плавление слюды, при 1997 °C – будет происходить разложение одного из основных компонентов слюды – двуокиси кремния SiO₂ (минимальная зафиксированная температура вещества в области катодного пятна – 0.8 эВ [4]). Таким образом, слюда с самого начала разряда, по-видимому, является источником поступления газообразных продуктов эрозии в канал тока (это помимо десорбции газа с поверхности). При концентрации частиц в твердом теле порядка 10^{22} – 10^{23} см⁻³ можно получить в канале тока над поверхностью диэлектрика порядка 10^{13} – 10^{14} частиц. Соответственно увеличится концентрация частиц и упадет скорость токового дрейфа электронов. При полной ионизации требуемая скорость токового дрейфа электронов составит 10^2 – 10^3 м/с, что будет меньше скорости звука в плазме, и, следовательно, частиц в разряде окажется достаточно для перехода в режим дуги.

Наличие изначально хорошо проводящей плазмы в случае разряда по поверхности слюды требует участия в разряде только узкой кромки электродов (рисунок 5а). Свою роль играет поступление плазмообразующего вещества с поверхности диэлектрика. В случае разряда по поверхности керамики недостаточное количество носителей заряда, поступающих в плазму с поверхности диэлектрика, будет приводить к необходимости вовлечения в разряд большей площади поверхности электродов (рисунок 5б).

Вероятно, рассмотренный механизм объясняет и локализацию разряда в разных точках при использовании разных диэлектриков. Свечение разряда в случае использования слюды локализовано над поверхностью диэлектрического промежутка потому, что проводящая среда разряда формируется из продуктов эрозии диэлектрического промежутка по слюде. При использовании керамики свечение разряда локализовано над поверхностями электродов в связи с тем, что они являются основным источником вещества для создания проводящей среды разряда.

6. Выводы

Фотосъемка показала, что источником проводящей среды в случае разряда по поверхности слюды является в первую очередь сам диэлектрик. В случае разряда по поверхности керамики – материал электродов. Указанные обстоятельства приводят к существенно различающейся картине эрозии электродов и диэлектрика.

Список литературы

- [1] Долгов А Н, Давыдов С Г, Козлов А А, Якубов Р Х. 2021. *Наноиндустрия*. **14** с. 407–13
- [2] Месяц Г А 2011 *Взрывная электронная эмиссия* (Москва: Издательство физико-математической литературы) 280 с.
- [3] Kumada A. 2018 *28th International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum* (ISDEIV) (Greifswald, Germany) с. 307–12
- [4] Lyubimov G A and Rakhovskii V I 1978 *Sov. Phys. Usp.* **21** с. 693–745

Метрологические характеристики датчиков МИДА-ДА-15-Э в условиях вакуума

Ю А Васьков¹, Е Г Савченко¹, В М Стучебников¹, А В Тюрин² и С И Саликеев³

¹ ООО МИДАУС, 432035, Ульяновск, Россия

² АО «Вакууммаш», 420054, Казань, Россия

³ ВТЭУ КНИТУ (КХТИ), 420015, Казань, Россия

E-mail: mida@mv.ru, seg@midaus.com

Аннотация. Приведены характеристики высокоточных цифровых (RS485/Modbus) датчиков абсолютного давления на основе структур «кремний на сапфире» для вакуумной техники.

С 2019 г. в Промышленной Группе МИДА выпускаются эталонные датчики абсолютного, избыточного давления, разрежения, давления-разрежения разрежения с приведённой погрешностью 0,05 %. Для применения в вакуумной технике разработан эталонный датчик абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э с фланцевым присоединением KF25 (рисунки 1,2).

В эталонных датчиках используются тензопреобразователи на основе гетероэпитаксиальных структур «кремний на сапфире», что обеспечивает высокую точность, стабильность и надежность приборов [1]. Эти датчики обеспечивают приведённую погрешность не более 0,05 % в диапазоне давлений от атмосферного до $1 \cdot 10^{-2}$ мм рт.ст. при температуре окружающей среды от +10 °С до +40 °С [2]. На практике датчики демонстрируют погрешность не хуже ± 6 Па во всём диапазоне измерений. Коррекция нелинейности и температурной погрешности выполняется в электронном блоке датчика, при этом термочувствительным элементом является мостовая измерительная схема тензопреобразователя, что позволяет снять вопрос о равенстве температуры преобразователя и термочувствительного элемента. Настройка и последующее считывание результатов измерений осуществляется посредством интерфейсов RS-485. Для взаимодействия с датчиками используется протокол Modbus.



Рисунок 1. Эталонный датчик абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э с фланцем KF25.

Следует отметить высокое быстродействие таких датчиков, достигаемое за счет применения производительного микроконтроллера и высокоскоростного АЦП. Так, минимальное время обновления результатов измерения для датчиков МИДА-15 равно 25 мс. Максимальное время ответа зависит от таких настроек, как количество точек усреднения, использование аппаратного фильтра, интервал проведения измерений. Разрешающую способность датчика удалось улучшить до 0,3 Па по сравнению с разрешением около 2 Па у более ранних приборов при диапазоне датчика 40 (100) кПа [2].



Рисунок 2. Эталонный датчик абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э с хомутом для присоединения к вакуумной системе.

Датчики МИДА-15-Э внесены в реестр средств измерений РФ. В конце 2019 года произошло расширение аккредитации метрологической службы ООО МИДАУС, и теперь предприятие имеет право на самостоятельную первичную и периодическую поверку приборов давления класса 0,05 %.

В лаборатории Испытаний и Перспективных Исследований АО «Вакууммаш» и лаборатории Бесконтактные вакуумные насосы каф. ВТЭУ КНИТУ (КХТИ) было проведено сличение датчика МИДА-ДА-15-Э на давление 100 кПа с поверочной установкой ВОУ-2 по вакуумметру Мак-Леода, а также с датчиком INFICON CDG025D с метрологическими характеристиками, приведенными в таблице 1.

Таблица 1. Метрологические характеристики датчика INFICON CDG025D.

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений давления, мм рт.ст.	от $7,5 \cdot 10^{-5}$ до 0,1
	от $7,5 \cdot 10^{-4}$ до 10
	от $7,5 \cdot 10^{-3}$ до 1000
Пределы допускаемой основной относительной погрешностью измерений давления, %	± 10

Сличение проводилось в нормальных климатических условиях. В процессе измерений помимо погрешности оценивались такие показатели как: колебания показаний, влияние вибрации на показания датчиков, необходимость «обнуления» датчика перед началом измерения.

Результаты сличения показаний датчика МИДА-ДА-15-Э, установленного через гибкий подвес, с поверочной установкой ВОУ-2 приведены в таблице 2.

Таблица 2. Результат сличения датчика МИДА и поверочной установки ВОУ-2.

Давление в камере по эталону ВОУ-2, мм рт.ст.	Показания датчика МИДА-ДА-15-Э, мм рт.ст.	Относительная погрешность, %	Колебания показаний		
			min	max	%
2,17E-02	2,25E-02	3,7	0,02198	0,02296	4,46
2,20E-02	2,11E-02	-4,1	0,02080	0,02131	2,45
4,20E-02	4,19E-02	-0,4	0,04164	0,04212	1,15
4,32E-02	4,24E-02	-1,9	0,04194	0,04289	2,27
5,36E-02	5,11E-02	-4,8	0,05069	0,05142	1,44
5,34E-02	5,19E-02	-2,8	0,05170	0,05208	0,74
7,95E-02	7,90E-02	-0,6	0,07867	0,07936	0,88
7,98E-02	7,98E-02	0,0	0,07959	0,08001	0,53
9,36E-02	9,45E-02	0,9	0,09424	0,09466	0,45
9,35E-02	9,51E-02	1,6	0,09489	0,09523	0,36
9,33E-02	9,51E-02	1,9	0,09498	0,09517	0,20
2,06E-01	2,08E-01	1,0	0,20795	0,20841	0,22
4,76E-01	4,83E-01	1,4	0,48272	0,48307	0,07
7,90E-01	8,01E-01	1,4	0,80059	0,80107	0,06
1,19E+00	1,21E+00	1,2	1,20597	1,20645	0,04
2,78E+00	2,83E+00	1,9	2,83442	2,83518	0,03

На рисунке 3 данные из таблицы представлены в графическом виде. Планки указывают величину колебаний показаний датчика.

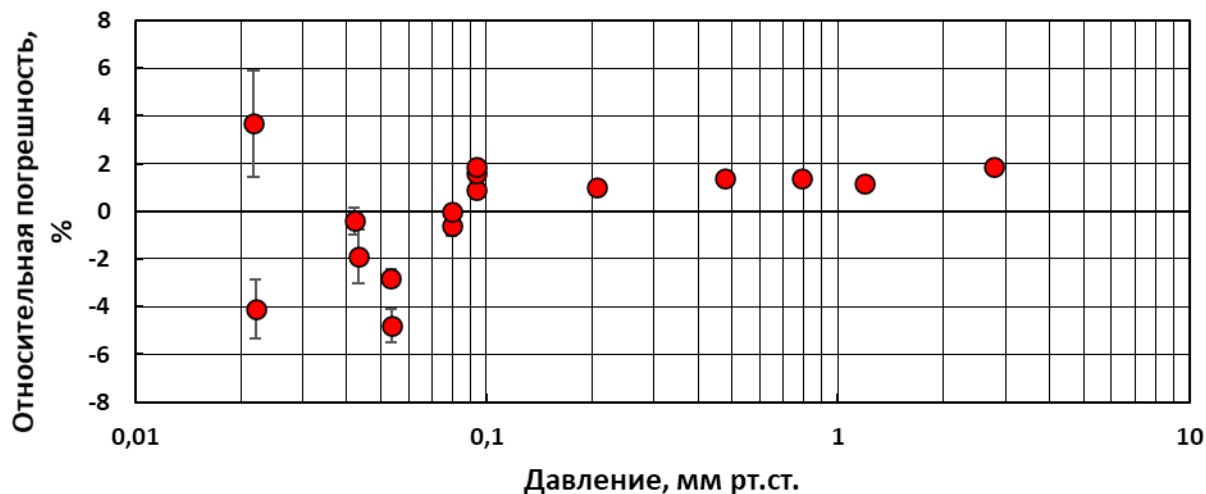


Рисунок 3. Относительная погрешность датчика давления МИДА-ДА-15-Э в диапазоне давлений от 0,02 до 3 мм рт.ст. при сличении с поверочной установкой ВОУ-2.

Погрешность датчика МИДА при сличении показаний с датчиком INFICON CDG025D продемонстрирована на рисунке 4.

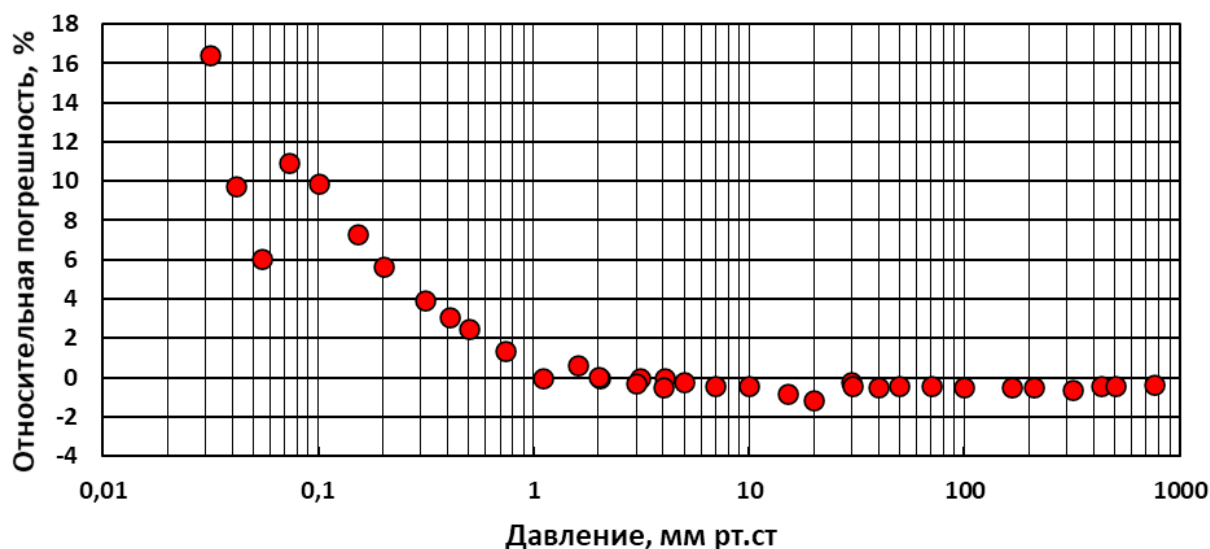


Рисунок 4. Относительная погрешность датчика давления МИДА-ДА-15-Э при сличении с датчиком INFICON.

Добиться таких результатов, помимо оптимизации конструкции и технологических процессов при производстве тензопреобразователей для данных датчиков, помог переход на АЦП большей разрядности (24 bit вместо 16 bit).

Представленные выше результаты получены после «обнуления» датчика МИДА, которое возможно проводить как с помощью откачки до глубокого вакуума, так и путём корректировки показаний по атмосферному давлению. Оба варианта «обнуления» реализованы в ПО МИДА [3]. Результаты измерений датчика МИДА-ДА-15-Э (до и после «обнуления») по показаниям датчика INFICON CDG025D приведены в таблице 3.

Таблица 3. Показания датчика МИДА до и после «обнуления».

	Давление в камере по INFICON мм рт.ст.	Показания датчика МИДА-ДА-15-Э мм рт.ст.	Относительная погрешность %
до «обнуления»	2,32E-02	4,92E-02	112,36
после «обнуления»	3,16E-02	3,68E-02	16,45

Выводы

Датчики МИДА-ДА-15-Э обеспечивают приемлемую точность измерения в диапазоне давлений от атмосферного до $1 \cdot 10^{-1}$ мм рт.ст.; в случае, если на датчик не будет передаваться вибрация, возможно снизить диапазон измерений до $1 \cdot 10^{-2}$ мм рт.ст. Датчики МИДА-ДА-15-Э охватывают широкий диапазон давлений одним датчиком, в отличие от датчиков INFICON, где для этих целей использовалось три датчика. Наличие цифрового выходного сигнала также является ощутимым достоинством.

Из отрицательных моментов надо отметить зависимость точности показаний от вибрации (что свойственно любым измерителям давления мембранного типа). Также для получения приемлемой точности перед каждым измерением необходимо «обнулять» датчик.

Также стоит отметить, что на сегодняшний день датчики МИДА-ДА-15-Э успешно прошли предварительную проверку для контроля вакуума в термобарокамере и эксплуатируются у одного из заказчиков (ООО «СТиКС»).

Список литературы

- [1] Стучебников В М 2005 Структуры «Кремний на сапфире» как материал для тензопреобразователей механических величин // *Радиотехника и электроника*, т.50, №6, с. 678-96
- [2] Васьков Ю А, Савченко Е Г и Стучебников В М 2019 Высокоточные датчики абсолютного давления МИДА-ДА-15-Э на основе Структур «кремний на сапфире» // *«Вакуумная техника и технология – 2019»*. Труды 26-й Всероссийской научно-технической конференции, СПб. 2019. с. 48-50
- [3] <http://www.midaus.com/dokumentatsiya/programmnoe-obespechenie-dlya-priborov-mida.html>

Термовакuumные испытания составных частей космических аппаратов на уровне гелиевых температур (обзор)

А В Хахленков

АО «Информационные Спутниковые Системы» имени академика М.Ф. Решетнева»,
662972, Железногорск, Россия

E-mail: hahlenkov@iss-reshetnev.ru

Аннотация. Рассмотрены технологии термовакuumных испытаний на гелиевом температурном уровне, применяемые в российских и зарубежных компаниях космической отрасли.

В интересах Астрокосмического центра Физического института Академии наук (АКЦ ФИАН) АО «ИСС» принимает участие в создании космической обсерватории «Миллиметрон». Часть опытно-конструкторских работ предполагает проведение автономных испытаний составных частей обсерватории в вакууме, при температурах на уровне (4-6) К [1]. Кроме того, тенденции в современных направлениях развития конструкций космических аппаратов связаны, в том числе с применением на борту приборов, работающих в температурном диапазоне, близком к абсолютному нулю и материалов, требующих подтверждения геометрической стабильности при температурах эксплуатации на этапе наземной экспериментальной отработки и изготовления. В связи с этим в АО «ИСС» разработана концепция рабочего места, обеспечивающего испытания элементов космических аппаратов в вакууме при давлении не более $5 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст. в диапазоне температур от минус 268 до плюс 160 °С.

Рабочее место оборудуется на базе имеющейся в АО «ИСС» вакуумной установки ВУ-180, которая имеет в составе две проставки №1 и №2 высотой 6500 мм и 3300 мм соответственно, с помощью которых можно собрать четыре различных по полезному объему конфигурации. Каждая проставка снабжена собственным азотным криогенным экраном (рисунок 1).

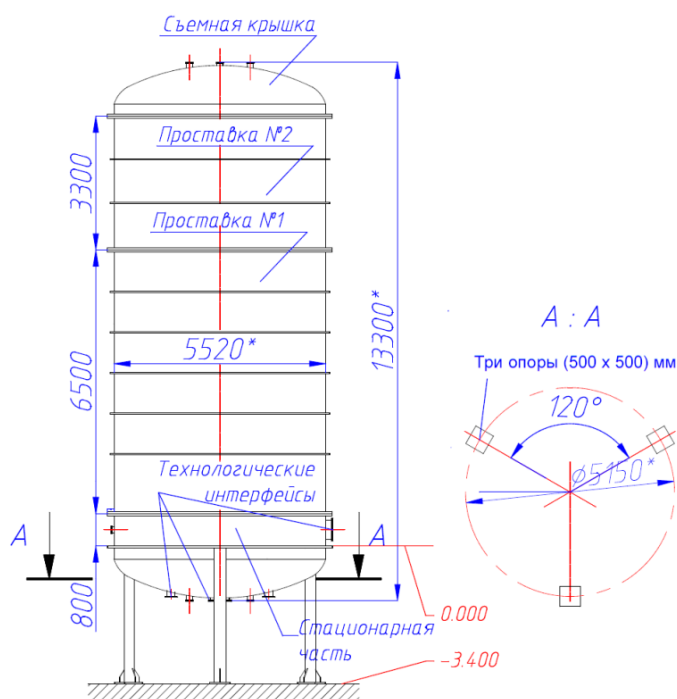


Рисунок 1. Вакуумная установка ВУ-180.

Для испытаний на уровне гелиевых температур планируется применять две конфигурации:

1. Стационарная часть + Крышка;
2. Стационарная часть + Проставка №1 + Крышка.

Чтобы обеспечить создание температур на объекте испытаний на уровне (4-10) К вакуумная камера оборудуется дополнительным гелиевым криогенным экраном, повторяющим контур азотного криогенного экрана с полезным диаметром не менее 4600 мм (рисунок 2). В первой конфигурации требуется обеспечить температуру поверхности гелиевых экранов не выше 4,2 К, во второй – не выше 10 К.

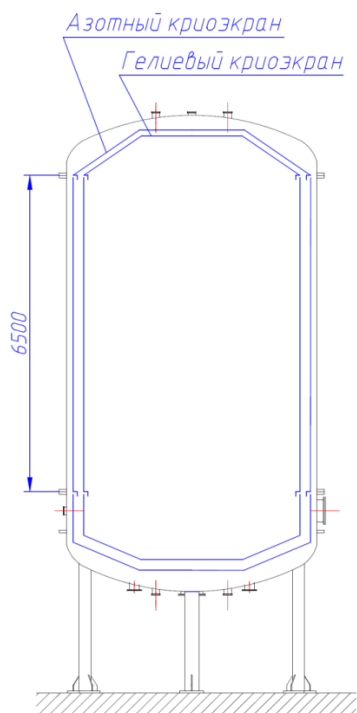


Рисунок 2. Вакуумная установка ВУ-180 с азотным и гелиевым криоэкранами.

Также требуется создание инфраструктурного оборудования – системы хранения, циркуляции и ожижения гелия, способной обеспечить расход жидкого гелия до 240 л/ч. Данная система должна позволять осуществлять предварительное захлаживание гелиевого экрана жидким азотом. Ориентировочный срок завершения работ 2025 год.

По результатам поиска в общедоступных источниках информации о схожем по характеристикам полезного объема оборудовании составлен следующий перечень организаций:

1. David Florida Laboratory, Canadian Space Agency;
2. Liège Space Center, University of Liège;
3. Jonson Space Center, NASA.

Термовакuumная установка TV3 в David Florida Laboratory (2500 x 2500 мм) создает в полезном объеме высокий вакуум до $1,3 \cdot 10^{-5}$ Па с температурой $\pm 140^\circ$ С в режиме циркуляции газообразного азота через криогенные экраны и -186° С в режиме захлаживания криогенных экранов жидким азотом. В TV3 также имеется возможность использовать дополнительный цилиндрический экран для газообразного гелия внутри основного азотного криоэкрана, обеспечивающий охлаждение до 20 К.

Для проведения испытаний оборудования James Webb Space Telescope, TV3 в 2008 году была оснащена гелиевой системой охлаждения. Во-первых, создан тепловой экран для газообразного гелия, выдерживающий рабочую температуру от 17 К до 293 К, и температуру дегазации 425 К. Экран спроектирован таким образом, чтобы при минимальной температуре 17 К обеспечивать отклонение температуры на его поверхности не более ± 4 К, при равномерно распределенной тепловой нагрузке до 400 Вт. Во-вторых, экран оборудован четырьмя активно охлаждаемыми смотровыми портами с катающимися заглушками, выполненными в виде алюминиевых шиберных затворов. Заглушки приводятся в движение криогенным шаговым двигателем и катятся на колесах с сухими

подшипниками по рельсам из нержавеющей стали. В-третьих, для монтажа объекта испытаний разработана активно охлаждаемая алюминиевая плита, с рабочим диапазоном температур как у экрана. С целью обеспечения требований по отклонению температуры по поверхности плиты не более ± 4 К, оборудована противоточная система циркуляции, направляющая гелий в противоположных направлениях. Плита выдерживает вес объекта испытаний до 8896,44 Н. Наконец, для установки TV3 разработан гелиевый рефрижератор, компрессорная система, соответствующие трубопроводы и вводы в камеру. Резервуар для хранения газообразного гелия размещен горизонтально и имеет объем 964,3 л. Рефрижератор спроектирован на тепловую нагрузку 560 Вт с учетом тепловых потерь. Система охлаждения создана американской компанией XL Technology Systems, Inc.

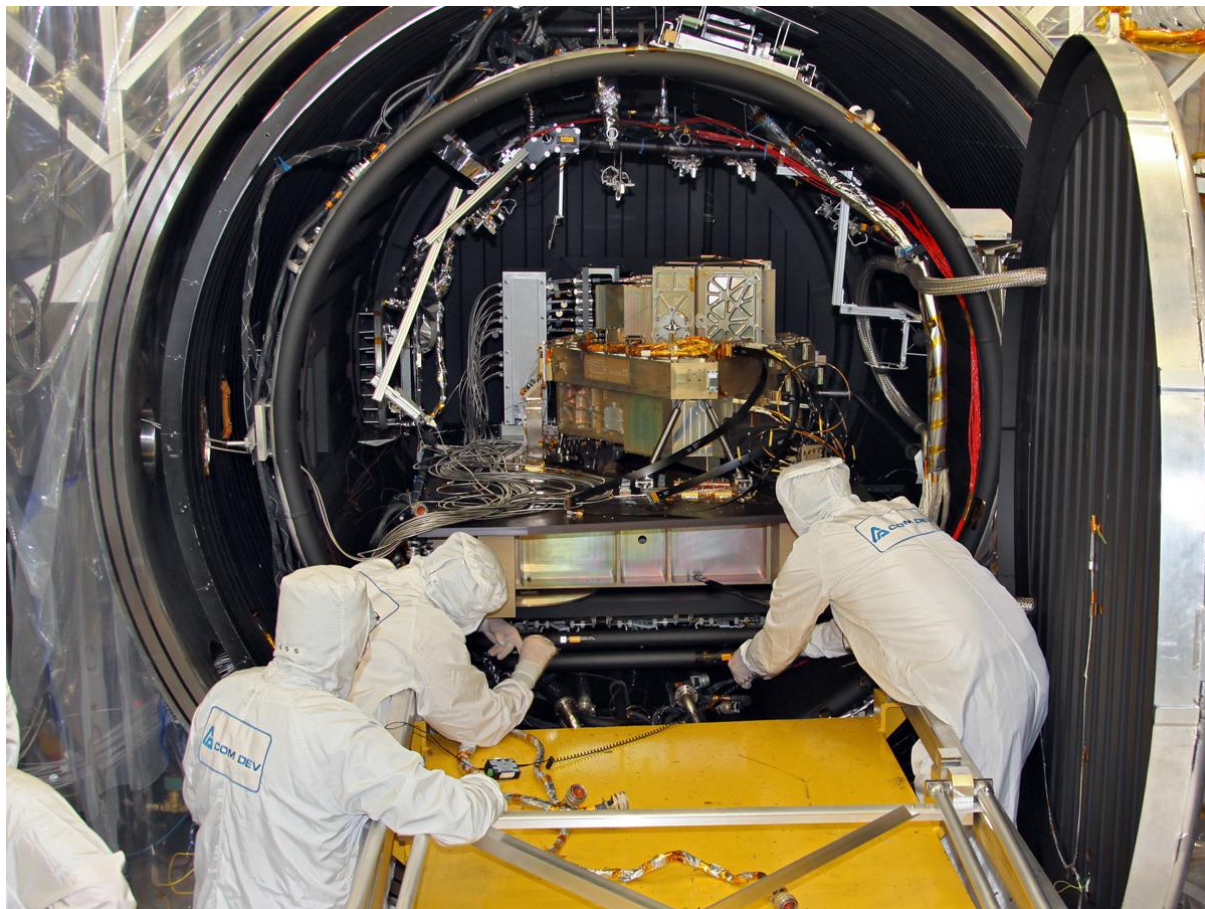


Рисунок 3. Вакуумная установка TV3 [2,3].

В рамках научной миссии по созданию космических аппаратов Гершель и Планк в Liège Space Center были специально модернизированы вакуумные установки Focal XXL и Focal 5.

Модифицированная установка Focal X, называемая теперь Focal XXL, представляет собой камеру из нержавеющей стали, состоящую из трех частей:

- Нижняя часть: состоит из нижней части Focal X, вырезанной на уровне пола чистого помещения и нового фланца диаметром 6500 мм, приваренного к нижней части. Общая высота этой секции составляет 2956 мм. Эта часть оснащена большинством интерфейсных фланцев;
- Средняя часть: 2560 мм в высоту, оснащена порталом;
- Крышка: высота 1570 мм.

Общая высота корпуса составляет 7106 мм. Однако полезная высота внутри камеры (от верхнего фланца до оптического стенда) составляет 4368 мм.



Рисунок 4. Вакуумная установка Focal XXL.

Установка Focal 5 – горизонтальная камера диаметром 5000 мм и длиной 6000 мм, модернизирована для комплексных испытаний телескопа Планк. Основной модификацией является установка двойной рельсовой системы как внутри, так и снаружи камеры.

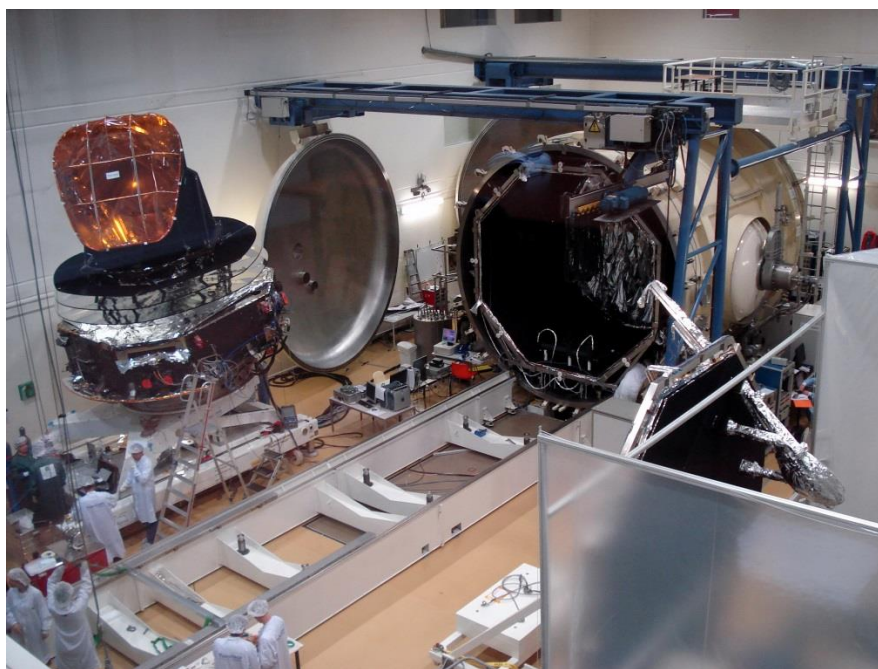


Рисунок 5. Вакуумная установка Focal 5.

Установки Focal XXL и Focal 5 оснащены системами поддержания температуры собственного изготовления, позволяющей автоматически регулировать 10 независимых контуров циркуляции азота. Если через линию циркулирует газообразный азот, то его температура может регулироваться в

диапазоне от 123 К до 353 К, при циркуляции жидкого азота, его температура составляет 83 К. Кроме того, добавлен контур циркуляции газообразного гелия. Гелий охлаждается ожижителем/рефрижератором производительностью около 50 л/ч жидкого гелия или холодопроизводительностью 72 Вт при 5 К, или 200 Вт при 15 К, или 300 Вт при 18 К [4].



Рисунок 6. Ожижитель/рефрижератор Linde TCF 20, Liège Space Center.

Система распределения гелия состоит из сети трубопроводов, соединяющей все установки испытательного центра с распределительным блоком клапанов, соединенным с ожижителем/рефрижератором [5].

«Камера А» является самой большой термовакuumной установкой в Jonson Space Center и одним из крупнейших имитаторов космического пространства в мире. Диаметр камеры составляет 19800 мм, высота 36600 мм. Она оснащена азотным и гелиевым криогенными экранами. Построена установка в середине 1960-х годов для испытаний командного и служебного отсека космического корабля «Аполлон».

К 2012 году для испытаний James Webb Space Telescope камера претерпела глубокую модернизацию. Модифицирована высоковакуумная система откачки, установлены дополнительные азотные криозкраны, повышены автономность и надежность системы циркуляции жидкого азота, установлена новая экранно/рефрижераторная система с целью обеспечить более низкотемпературный, стабильный и равномерный теплоотвод, а элементы системы управления обновлены, чтобы повысить уровень автоматизации и усовершенствовать интерфейс оператора.

Для создания условий проведения испытаний с верхней части Камеры А была удалена инфраструктура имитатора солнечного излучения и смонтированы азотный и гелиевый криогенный экраны.

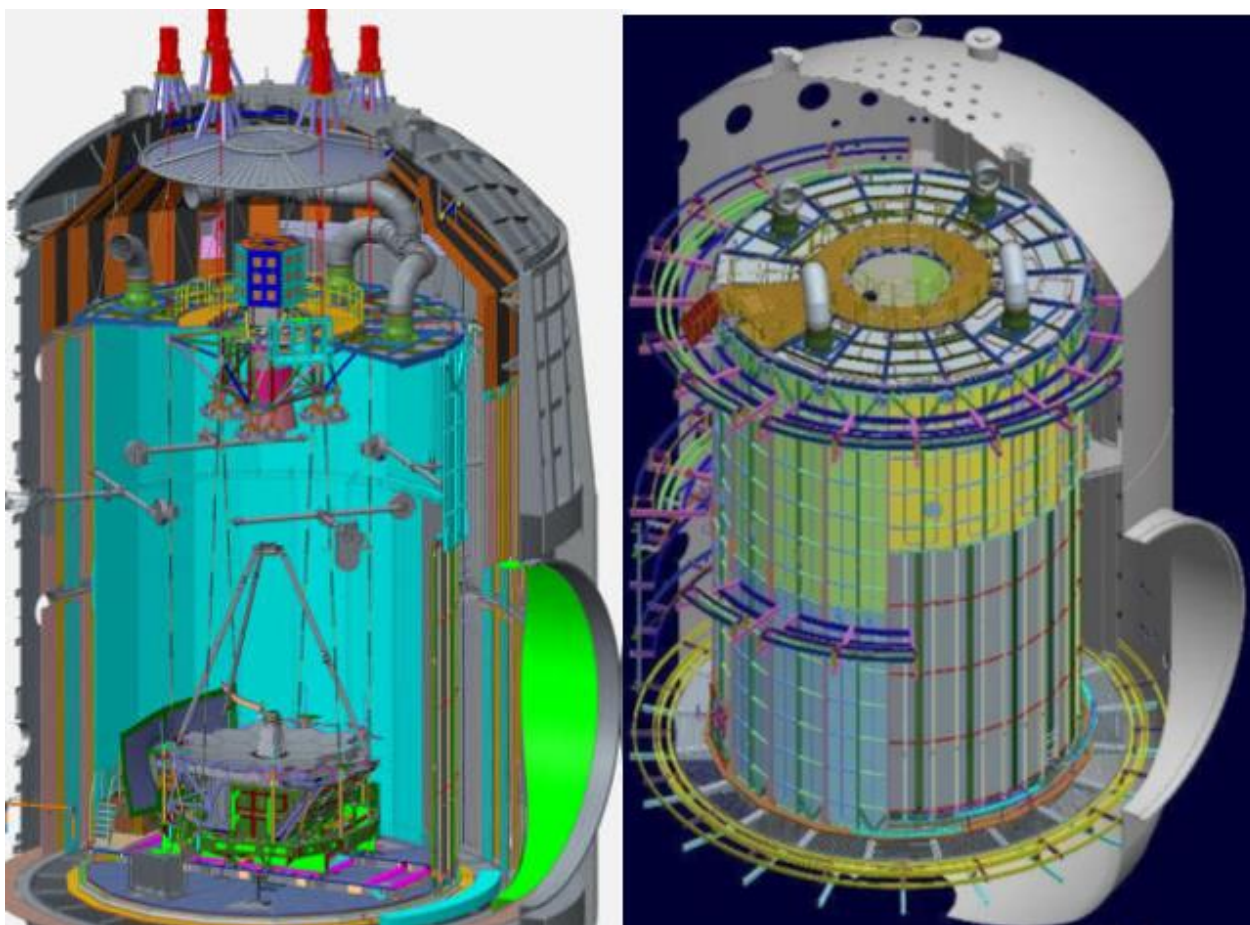


Рисунок 7. Камера А с гелиевыми криоэкранами.

Гелиевый рефрижератор состоит из следующих подсистем: гелиевое хранилище, компрессорный блок, система удаления масла, атмосферный теплообменник, нагреватель для обезгаживания, криогенный блок и трубопроводы с вакуумной рубашкой.

Ниже приведен список необходимых режимов работы камеры для гелиевой рефрижераторной системы, цели программы и достигнутые результаты:

- Обезгаживание: цель состояла в том, чтобы нагреть гелиевые экраны в среднем до 330 ± 5 К. В ходе испытаний была достигнута средняя температура 333 К с возможностью достижения более высокой средней температуры.
- Скорость охлаждения: требование для скорости охлаждения новых гелиевых экранов (50 тонн алюминия) до 20 К в пределах 48 часов. Во время тестирования требуемая температура была достигнута почти за 24 часа.
- Установившаяся температура: требовалось достичь температуры 20 К на поверхности гелиевых экранов. Во время испытаний рефрижератор охладил экраны до 14 К.
- Стабильность температуры: требовалось поддерживать стабильность $\pm 0,25$ К в установившемся состоянии для термобалансных испытаний. В ходе испытаний рефрижератор достиг стабильности $\pm 0,05$ К.
- Контролируемый диапазон температур: программа испытаний требовала, чтобы гелиевый рефрижератор контролировал температуру поверхности гелиевого экрана в диапазоне от 20 до 330 К. На протяжении всей серии испытаний рефрижератор демонстрировал точный контроль охлаждения, прогрева с заданной скоростью и позволял медленно выпускать сконденсированный воздух из гелиевых оболочек.
- Тепловые нагрузки: гелиевый рефрижератор справился с тестовыми нагрузками в камере от 4 кВт при 20 К в условиях высокого вакуума до 7,5 кВт при 20 К с напуском гелия в камеру до $1e-3$ Торр для конвективного охлаждения испытуемого изделия.

- Производительность системы: гелиевый рефрижератор продемонстрировал выдающийся диапазон нагрузок от 11,2 кВт при 15 К до 118 кВт при 100 К [6].

Представленная в работе информация свидетельствует о том, что задача проведения испытаний при гелиевом уровне температур в космической промышленности ставится не впервые и способы решения этих задач в каждом случае индивидуальны: от создания специальных тепловых боксов для изделий, локализующих температурные условия вокруг них, до объемных криогенных экранов, повторяющих корпус вакуумных камер. АО «ИСС» при составлении концепции вакуумной установки для испытаний на уровне гелиевых температур ориентировалось на необходимость обеспечить разные уровни температур на объектах разных величин. Поэтому целесообразно иметь испытательную установку способную работать в различных конфигурациях и обеспечивать разные уровни температур тестируемых изделий.

Список литературы

- [1] Bakurov E Y, Vshivkov A Y, Ubiennikh A V, Shilkin O V and Kolesnikov A P 2015 Thermal vacuum tests of low-scale test model passive cooling system at millimetron observatory space telescopes *Reshetnevskie Chtenia* **1** 187-9
- [2] Jablonski A M, Momciu A and Showalter D 2017 Advances in assembly, integration and test (AIT) services and risk reduction methodology at the David Florida Laboratory *AIAA Space Forum* (<http://arc.aiaa.org> | DOI: 10.2514/6.2017-5325)
- [3] Heald J C and O'Grady M FGS-TF ground testing prior to long-term operation in orbit about L2 2009' *ESMATS 2009*'
- [4] Marquet B 2019 Wide range thermal cycling facility *Journées liquéficateurs 2019 - CERN*
- [5] Tychon I, Domken I, Cucchiaro A, Thome M, Jamotton P and Grodent C Herschel/Planck environmental tests in the CSL facilities 2004 *Proceedings of the 5th International Symposium on Environmental Testing for Space Programmes 2004* (2004ESASP.558..505T)
- [6] Homan J L, Cerimele M P, Montz M E, Bachtel R, Speed J and O'Rear P 2013 Creating the deep space environment for testing the James Webb Space Telescope at NASA Johnson Space Center's Chamber A *American Institute of Aeronautics and Astronautics* (20130014030)

Концептуальное проектирование малогабаритного криoadсорбционного вакуумного насоса для применения в портативном газовом хромато-масс-спектрометре: обзор существующих решений и выбор конструктивной схемы

У С Гордеева¹

¹ МГТУ им. Н.Э. Баумана (Кафедра «Вакуумная и компрессорная техника»), 105005, Москва, Россия

E-mail: tests.ibmes@gmail.com

Аннотация. Проведен анализ применяемых в настоящее время вакуумных насосов для портативных газовых хромато-масс-спектрометров. На основе проведенного анализа был обоснован выбор конструктивной схемы вакуумного. Предложен алгоритм проектирования малогабаритного криoadсорбционного вакуумного насоса для применения в портативном газовом хромато-масс-спектрометре.

1. Введение

Высоковакуумные насосы с поглощающим принципом действия находят все большее применение в промышленных процессах производства [1], требующих создания и поддержания сверхвысокого уровня вакуума и отсутствия загрязнения откачиваемой среды парами углеводородов, таких как [2]:

- производство полупроводниковых приборов;
- солнечных батарей;
- напылительного оборудования;
- испытательных установок.

Крионасосы классифицируются на криосорбционные и конденсационные вакуумные насосы [3]. Принцип действия криoadсорбционного вакуумного насоса основан на температурной обратимости физической адсорбции, т.е. поглощении газа твердым адсорбентом при снижении температуры и выделении его адсорбентом при повышении температуры. Криосорбционные вакуумные насосы имеют определенные преимущества такие как [4]: высокая скорость откачки водяного пара, высокая пропускная способность, низкие эксплуатационные расходы, возможность выбора ориентации насоса для монтажа.

2. Обзор вакуумных насосов для портативных газовых хромато-масс-спектрометров

В настоящее время высоковакуумные насосы также широко применяются в научной и лабораторной деятельности [5]. В частности, наиболее распространенным решением для лабораторных газовых хромато-масс-спектрометров является применение турбомолекулярных вакуумных насосов в сочетании с мембранными вакуумными насосами в качестве форвакуумных для создания и поддержания вакуума порядка 10^{-3} - 10^{-4} Па в ионном источнике масс-спектрометра. Криосорбционные вакуумные насосы не создают шумового загрязнения, не используют электроэнергию для работы, а также обеспечивают уровень вакуума порядка 10^{-4} Па, что дает им преимущество для использования в портативных газовых хромато-масс-спектрометрах. Также в настоящее время широкое практическое применение приобретают портативные газовые хромато-масс-спектрометры (рисунок 1 а, б)[6,7].

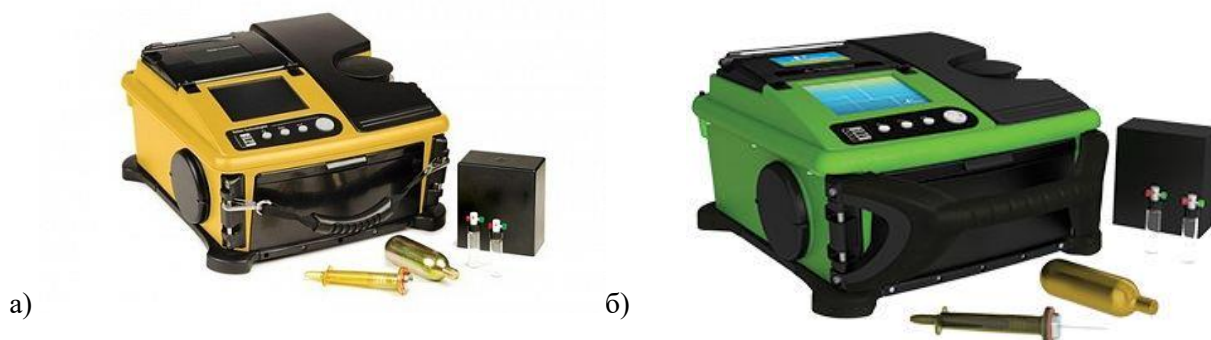


Рисунок 1. а) Портативный экспресс анализатор ГХ/МС TRIDION-9; б) Портативный экспресс анализатор ГХ/МС Torion T-9.

Портативный газовый хромато-масс-спектрометр выполнен в защищенном исполнении для использования в полевых условиях. Масса прибора составляет порядка 15 кг вместе с батареей для питания в т.ч. вакуумного оборудования. Использование криoadсорбционного вакуумного насоса, не требующего электрического питания, позволит уменьшить массу прибора. В отличие от механических средств откачки, в криoadсорбционном вакуумном насосе отсутствуют высокоскоростные подвижные части, что гарантирует высокую надежность эксплуатации. На процесс откачки не влияет наличие внешних вибраций, что является значительным преимуществом криoadсорбционных вакуумных насосов для использования в портативных газовых хромато-масс-спектрометрах. Был проведен анализ рынка портативных газовых хромато-масс-спектрометров. Технические характеристики представлены в таблице 1.

Таблица 1. Технические характеристики существующих портативных газовых хромато-масс-спектрометров.

Производитель	Bruker Instr.	Inficon	PerkinElmer	Torion Technologies Inc.	Viking Instr.
Модель	EM540, EM640S	Haptise	Torion T-9	TRIDION-9	Spectra 572
Газ-носитель	N ₂ , He	N ₂	He	He	N ₂ , He, H ₂
Диапазон масс, а.е.м	1-640	1-300	45-500	45-500	1,6-700
Вакуумная система	Геттерный насос	Геттерный насос	Турбомолекулярный и диафрагменный насосы		
Вес, кг	60	16	14,5	14,5	34
Высота, ширина, глубина; см.	55x45x35	18x43x46	42 x 39 x 24	39 x 38 x 22	46x61x29

Анализ существующих исследований показал отсутствие разработанных малогабаритных криoadсорбционных вакуумных насосов, соответственно задачи по проектированию малогабаритного криoadсорбционного насоса и разработке метода расчета его основных параметров являются актуальными.

3. Выбор конструктивной схемы

Предложена структурная компоновка малогабаритного криoadсорбционного вакуумного насоса. 3Д модель представлена на рисунке 2. Что принципиально, проточная часть выполнена по схеме двухконтурного слоя тканого сорбента, размещенного в виде намотки на емкости с хладагентом,

выполненные из нержавеющей стали. С внешней стороны адсорбент закрыт пористым экраном. Корпусные детали выполнены из нержавеющей стали.

В верхней части корпуса располагается всасывающий фланец с установленным экраном. Форвакуумный фланец расположен на боковой поверхности корпуса. Также на корпусе выполнен фланец, аналогичный форвакуумному, предназначенный для установки предохранительной мембраны.

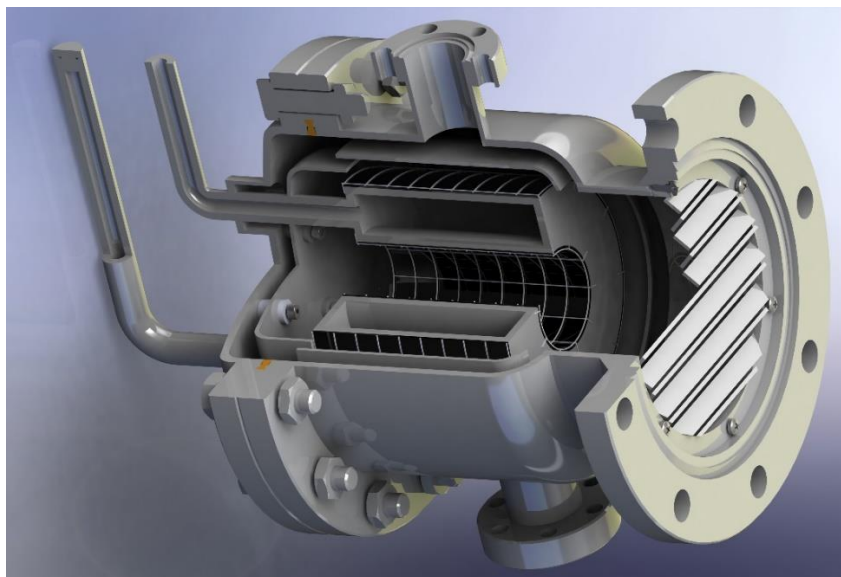


Рисунок 2. Конструктивная схема малогабаритного криoadсорбционного вакуумного насоса.

Определению массогабаритных характеристик и основных параметров предложенного насоса будут посвящены дальнейшие исследования.

Выбор конструктивной схемы высоковакуумного криoadсорбционного насоса обусловлен необходимостью обеспечения откачки заданного потока газа при ограничении максимального рабочего давления и обеспечении заданного времени автономной работы.

Для осуществления технического проектирования криoadсорбционного вакуумного насоса на основе предложенной конструктивной схемы был разработан алгоритм проектирования, представленный на рисунке 3.

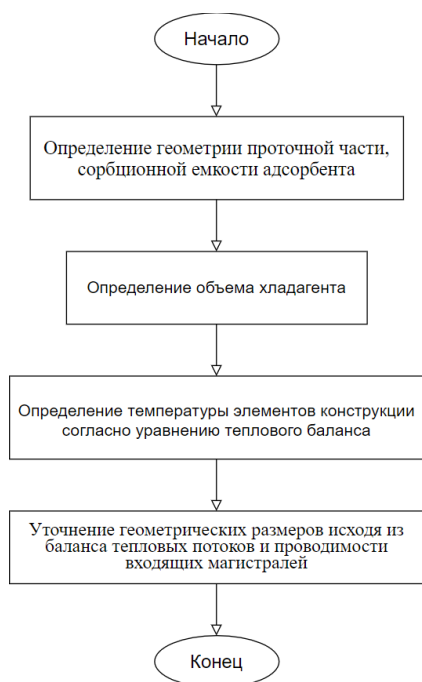


Рисунок 3. Алгоритм технического проектирования малогабаритного криoadсорбционного вакуумного насоса.

Предложенный алгоритм позволяет определить габаритные размеры, быстроту действия и время непрерывной работы, криoadсорбционного вакуумного насоса, а также расход хладагента для охлаждения адсорбента.

Криoadсорбционный вакуумный насос отличается простотой конструкции, надежностью и легкостью в обслуживании. Отсутствие собственных вибраций, а также нечувствительность к внешним вибрациям позволяют использовать данные насосы в портативных газовых хромато-масс-спектрометрах.

Перечисленные выше достоинства способны обеспечить данный агрегат конкурентоспособностью на рынке.

4. Выводы

В соответствии с широким распространением газовой хроматографии и масс-спектрометрии в области экологического мониторинга окружающей среды, обнаружения взрывчатых, наркотических и боевых отравляющих веществ, нефтехимической промышленности, а также, в связи с необходимостью создания и поддержания вакуума в ионном источнике хромато-масс спектрометра проведен анализ применяемых в настоящее время вакуумных насосов. На основе проведенного анализа обоснован выбор конструктивной схемы. В данной работе также предложен алгоритм проектирования криoadсорбционного вакуумного насоса для применения в портативном газовом хромато-масс-спектрометре.

Благодарность

Автор выражает признательность коллективу компании ООО «Форвакуум» за содействие в подборе аналитических данных при подготовке данной статьи и лично генеральному директору ООО «Форвакуум» Р.Н. Иванову за оказанную помощь при проведении данного исследования.

Список литературы

- [1] Arkharov I A, Kakorin I D 2020 *Measurement Techniques* 549–58
- [2] Gordeeva U S, Demikhov K E, Ochkov A A, 2019 *AIP Conference Proceedings* 150-5.
- [3] Demikhov K E, Panfilov Yu V, Nikulin N K and Avtonomova I V 2009 *Mechanical Engineering* 590.
- [4] Gordeeva U S, Demikhov K E, Ochkov A A 2020 *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*.
- [5] Leffler W L, *Petroleum refining in nontechnical language* (PennWell Books, Oklahoma, 2008) 270.
- [6] Arkharov I A, Navasardyan E S, Krotov A S, Samokhvalov Y V 2020 *Chemical and Petroleum Engineering* 56(5-6) 351–59
- [7] Navasardyan E S, Arkharov I A, Mokhov K V 2019 *Chemical and Petroleum Engineering* 54(11-12), 821–26

Термоядерный синтез в механике и таблица Менделеева

Е А Деулин, Д В Копытов и Д С Синельников
МГТУ им. Н.Э. Баумана, 105005, Москва, Россия

E-mail: deulin@bmstu.ru, dima.sds@mail.ru, trakdanil@gmail.com

Аннотация. Произведённый на атомарном уровне анализ процессов газообмена в материалах пар так называемого сухого трения различных механизмов позволяет описывать и объяснять процессы появления всех трех изотопов водорода в приповерхностных слоях трущихся поверхностей, генерации рентгеновского излучения парами трения и рождения (термоядерного синтеза) изотопов водорода- мельчайших элементов материи, появляющихся на базе Эфира (торсионных полей физического вакуума) согласно теоретическим понятиям, рожденных гением Д.И.Менделеева.

Авторы считают, что изучение работы вакуумных механизмов дало им понимание физических процессов происходящих при работе пар трения любых механизмов, что позволило им сделать целый открытий (не побоимся этого термина) в научной группе МГТУ с участием авторов[1].

Перечислим обнаруженные авторами новые физические явления:

- 1) Возникновение рентгеновского излучения при контакте (электронных оболочек атомов) материалов пары трения. [2,3], что в США повторили с полугодовым отставанием [4].
- 2) Выделение всех изотопов водорода при трении:
 - выделение и растворение протия в материалах пары трения [5] (стр. 62);
 - выделение и растворение дейтерия в материалах пары трения [5] (стр. 63);
 - выделение и растворение трития в материалах пары трения [1] (стр. 365).
- 3) Генерация (холодный термоядерный синтез) всех изотопов водорода в процессе «сухого» трения [1] (стр.375).

Мы начнем с рентгеновского излучения при трении, поскольку процесс легко воспринимается даже школьниками старших классов и студентами, которые демонстрировали его много раз в лаборатории МГТУ и выступали с докладом на Всероссийской студенческой конференции в Казани [2,3], схема появления которого наглядно представлена на рисунке 1. Согласно нашей концепции «механо-стимулированное рентгеновское излучение» -это удар термо (или гипер)-электрона, находящегося в оболочке атома одной поверхности твердого тела об электронную оболочку поверхности другого твердого тела с выделением кванта излучения, обозначенного индексом $\hbar$. Результаты полученные студентами при использовании различных материалов в парах трения представлены в таблице 1, которая показывает, что излучение зависит от материалов и шероховатости контактирующих поверхностей.

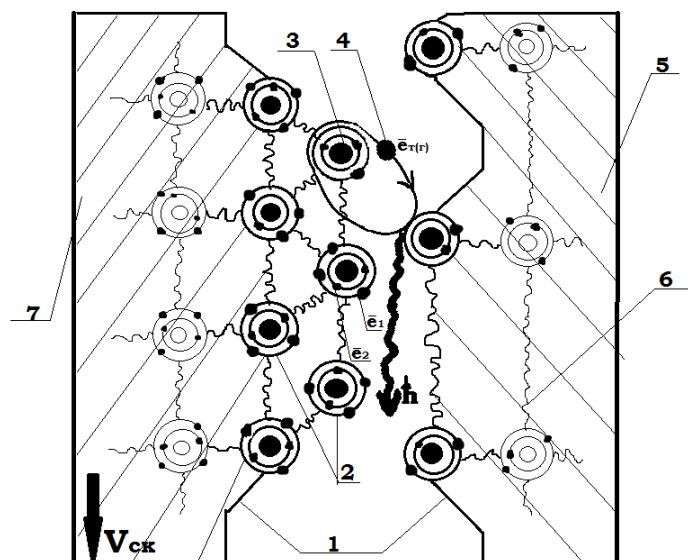


Рисунок 1. Схема генерации РИ при взаимодействии электронных оболочек контактной пары на наномасштабном уровне : 1-Профиль микро шероховатостей образцов; 2-атомы у поверхности образца №1; 3-Атом-источник термо (гипер) электронов; 4-термо электрон или гипер-электрон [10]; 5-образец №2; 6-межатомные связи в материале образца №2; 7-образец №1. Индексы: h_i – фотон; $e_1, e_2, e_t(\gamma)$ – символы орбитальных электронов, $V_{ск}$ – скорость скольжения.

Таблица 1. Результаты измерения РИ от различных источников трения.

Источник РИ	Дата	Номер замера	Интенсивность РИ, A_d мкР/ч	Среднее значение	Дозиметр
Точило-сталь 20	15.01.15	1	13.18 (фон 12.44)	13.5 (фон 13.3)	Радиаскан701, МКС-05 «Терра»
	19.01.15	2	14.01 (фон 13.46)		
	29.01.15	3	13.40 (фон 13.05)		
Резец Т15К6-Сталь 40	2008 год	1	14.0 (фон 13.05)	13,5	МКС-01Р
Кремниевые пластины ЭЛТ персонального компьютера	29.03.15	1	13.32 (фон 13.09)	13.6 (фон 13.2)	Радиаскан701, МКС-05 «Терра»
	27.05.15	2	13.87 (фон 13.23)		
	04.03.15	1	15.65 (фон 13.09)	17.3	Радиаскан701, МКС-05 «Терра»
		2	18.98		

Выделение всех трех изотопов водорода при трении, как и процесс газообмена в материалах пары трения описан в теории газообмена, и подробно изложен в монографиях [1,5] на стр. 56-58 и стр.60, 61, соответственно. Результаты этого процесса, полученные в МГТУ им. Н.Э. Баумана для различных изотопов водорода представлены в соответствующих монографиях указанных ниже:

- выделение и растворение протия в материалах пары трения [5] (стр.62);
- выделение и растворение дейтерия в материалах пары трения [5] (стр.63);
- выделение и растворение трития в материалах пары трения [1] (стр.365) [6].

Авторы убеждены, что все процессы регистрируемого ими появления изотопов водорода является следствием другого процесса –процесса их генерации в парах трения при «сухом трении», поскольку этот процесс хорошо объясняется Теорией Физического Вакуума [7], утверждающей, что атомы водорода, как простейший вид материи могут появиться (генерироваться) в торсионных полях эфира под влиянием переменных : электрических [10], магнитных, гравитационных полей, то есть явлений , происходящих на атомарном уровне при сухом трении. Помимо упомянутых электрических и магнитных полей воздействующих на торсионные поля «эфира» авторы теории ФВ отводят роль и

гравитационным полям, участвующим в построении атомных ядер (изотопов водорода) и в изменении плотности «эфира» («амера»-окружающего нас материального пространства). Энергии взаимодействия E , приведенные в таблице 2, авторы теории ФВ представляют как тороидальный поток «эфира», который у протона больше, чем у нейтрона, констатируя положение, что результирующая часть тороидального потока выходит во внешнюю среду, и воспринимается как электрическое поле самого протона, так и дейтрона (ядра дейтерия) в целом.

Таблица 2. Параметры ядерных составляющих изотопов водорода.

Составляющие частицы ядер	Структура		μ/μ_n	$\pm E$, MeV
p	p	1/2	2,792743±0	-
n	n	1/2	-1,913139±45	-
2 D	p + n	1	0,8574073±2	2,27463
3 T	p+2n	1/2	2,97884±1	8,48212

Обозначения символов таблицы: Р-протон, n-нейтрон, **D-дейтерий**, **T-тритий**, μ/μ_n – соотношение магнитных моментов протона и нейтрона, E-энергия взаимодействия составляющих

Метод расчета взаимодействия электрона и позитрона созданный академиком А.Д. Сахаровым в 1947г. [8] основывается на следующих дословно цитируемых нами замечаниях:

а) Взаимодействие электрона и позитрона существенно сказывается на вероятности лишь при малой относительной скорости компонент в конечном состоянии и такое взаимодействие можно трактовать в системе центра тяжести электрона и позитрона как простое кулоновское взаимодействие

б) Это взаимодействие нельзя трактовать как возмущение, а необходимо учитывать при вычислении собственных функций электронно-позитронной системы, что видно из найденного нами поправочного фактора в который заряд электрона входит существенно трансцендентным образом.

Как известно, реальный контакт двух твердых тел осуществляется на поверхностях отдельных микровыступов, при этом контактные напряжения в зоне истинного контакта достигают величины микротвердости и значительно превосходят временные напряжения при разрушении макроскопического образца. Кристаллические решетки контактирующих тел на площадках истинного контакта сближаются на расстояния, соизмеримые с параметром решетки, когда начинают проявляться силы межатомного взаимодействия между атомами обоих тел. При этом адсорбированные атомы оказываются зажатыми между двумя кристаллическими решетками, образующими как бы одно целое. Взаимодействие между атомами обоих тел приводит к изменению энергетического состояния адсорбированных атомов газа: понижаются энергетические барьеры между состояниями адсорбированного атома и атома, растворенного в кристаллической решетке, а также уменьшается глубина энергетического колодца адсорбированного атома. Это способствует растворению адсорбированных атомов в кристаллической решетке»

Генерация материи (изотопов водорода) невозможна без понятия «Эфир» [9], который нашим Российским гением Д.И. Менделеевым был представлен как простейший химический (материальный) элемент, находящийся в его таблице (рисунок 2) слева от водорода, и возглавляющий «Нулевую Группу» химических элементов (инертных газов) [11], перенесенную после его смерти вправо (на восьмое место) научными борцами со «лженаукой».

Здесь по мнению Д.И Менделеева должен быть Эфир

Периодическая система элементов по группам и рядам.

Гр.	ГРУППЫ ЭЛЕМЕНТОВ:		VIII						
	0	I	II	III	IV	V	VI	VII	
1		Водород. H 1,008							
2	Гелий. He 4,0	Литий. Li 7,00	Бериллий. Be 9,1	Бор. B 11,0	Углерод. C 12,0	Азот. N 14,01	Кислород. O 16,00	Фтор. F 19,0	
3	Неон. Ne 19,9	Натрий. Na 23,00	Магний. Mg 24,30	Алюминий. Al 27,1	Кремний. Si 28,2	Фосфор. P 31,0	Сера. S 32,06	Хлор. Cl 35,45	
4	Аргон. Ar 39,9	Калий. K 39,10	Кальций. Ca 40,1	Скандий. Sc 44,1	Титан. Ti 48,1	Ванадий. V 51,2	Хром. Cr 52,1	Марганец. Mn 55,0	Железо. Fe 55,8
5		Цинк. Zn 65,4	Галлий. Ga 70,0	Германий. Ge 72,6	Мышьяк. As 75	Селен. Se 79,2	Бром. Br 79,90		
6	Криптон. Kr 81,8	Рубидий. Rb 85,5	Стронций. Sr 87,6	Йттрий. Y 89,0	Цирконий. Zr 90,6	Ниобий. Nb 94,0	Молибден. Mo 96,0		
7		Серебро. Ag 107,90	Кадмий. Cd 112,4	Индий. In 115,0	Олово. Sn 119,0	Сурьма. Sb 120,2	Теллур. Te 127	Иод. I 127	
8	Ксенон. Xe 128	Цезий. Cs 132,9	Барий. Ba 137,4	Лантан. La 138,9	Церий. Ce 140,2				
9									
10				Иттербий. Yb 173	Тантал. Ta 182	Вольфрам. W 184			
11		Золото. Au 197,2	Ртуть. Hg 200,0	Таллий. Tl 204,1	Свинец. Pb 206,9	Висмут. Bi 208,5			
12			Радий. Ra 226		Торий. Th 232,0		Уран. U 238,5		

Воспользуемся следующими обозначениями:

R R⁰ RO R⁰ RO² R⁰ RO³ RO⁵ RO⁷ RO⁸

Воспользуемся следующими обозначениями:

RH⁴ RH⁵ RH⁷ RH⁸

Д. Менделеев.
1869 — 1905.

Рисунок 2. Вариант «Периодической таблицы химических элементов Менделеева», который автор считал самым удачным, так как этот вариант начинается с Эфира - исходного (базового) элемента окружающей нас «материи».

Теория ФВ напоминает, что масса нейтрона, равная $1,67482 \cdot 10^{-27}$ кг, больше, массы протона, равной $1,67252 \cdot 10^{-27}$ кг на величину $0,0023 \cdot 10^{-27}$ кг, и дополняет это тем, что эфир, входящий в состав пограничного слоя нейтрона учитывается в его массе, в то время как эфир, движущийся вокруг протона, движение которого воспринимается как электромагнитное поле протона, и в массе протона не учитывается. Создатель отечественной водородной бомбы [8] также отметил в своих трудах роль электронно-позитронного взаимодействия при образовании «структур» ядер различных изотопов водорода. Ниже мы продолжим цитирование его статьи: «Простейшим составным ядром является дейтрон -ядро атома тяжелого водорода с атомным весом 2, который состоит из протона и нейтрона. Присоединение к дейтрону еще одного нейтрона дает тритон— ядро атома трития, тяжелого водорода с атомным весом 3; присоединение же к дейтрону второго протона дает ядро изотопа гелия-3; соединение двух дейтронов дает ядро гелия-4, иначе называемого альфа-частицей. Центральный поток эфира у протона больше, чем у нейтрона, то результирующая часть тороидального потока выходит во внешнюю среду, что воспринимается как электрическое поле как самого протона, так и дейтрона в целом».

Далее мы процитируем выдержки из «Общей эфиродинамики»[9], сохраняя символы и нумерацию формул оригинала: «Е-энергия взаимодействия нуклонов у протона магнитный момент составляет 2,79 ядерного магнетона, а у нейтрона только 1,91 ядерного магнетона. Масса нейтрона, равная $1,67482 \cdot 10^{-27}$ кг, больше, чем масса протона, равная $1,67252 \cdot 10^{-27}$ кг на величину $0,0023 \cdot 10^{-27}$ кг. Это легко объясняется тем, что эфир, входящий в состав пограничного слоя нейтрона, учитывается в его массе, в то время как эфир, движущийся вокруг протона, движение которого воспринимается как электромагнитное поле протона, и в массе протона не учитывается Магнитный момент дейтрона, как известно, равен:

$$\mu D = 0,86 \mu_{\text{я}} \approx \mu_p + \mu_n = 2,792743 \cdot \mu_{\text{я}} - 1,913139 \cdot \mu_{\text{я}} = 0,879604 \cdot \mu_{\text{я}} \quad (6.44)$$

где $\mu_{\text{я}}$ – ядерный магнетон. Разница в 2% может быть отнесена за счет поглощения части тороидального движения в межнуклонной зоне.

При присоединении к дейтрону второго нейтрона образуется тритон – ядро трития. Его магнитный момент приблизительно равен магнитному моменту протона, поскольку два нейтрона ориентированы в ядре антипараллельно и их магнитные моменты взаимно компенсируются:

$$\mu_T = 2,9797 \cdot \mu_n \approx \mu_p = 2,792743 \cdot \mu_n. \quad (6.45)$$

Здесь некоторый избыток магнитного момента (около 8%) может быть отнесен за счет неполного вычитания магнитных моментов двух нейтронов, входящих в ядро тритона. Внутренний спин тритона равен $\frac{1}{2}$, что естественно, так как при антипараллельной ориентации нейтронов их внутренние спины компенсируются, и остается только спин протона.

Энергия взаимодействия тритона составляет примерно 8,48 МэВ, число поверхностей взаимодействия нуклонов между собой равно 3. Избыток энергии взаимодействия, если сравнить с энергией взаимодействия трех дейтронов по 2,27463 МэВ, составляет:

$$\Delta E = 8,48212 - 3 \cdot 2,27463 = 1,65823 \text{ МэВ}. \quad (6.46)$$

Несмотря на малое содержание атомарного водорода в атмосфере (около $3 \cdot 10^{-4}$ тор) получение протия, являющегося первым изотопом водорода, не представляет проблем и обычно демонстрируется на уроках физики средней школы, в то время как получение двух других изотопов (дейтерия и трития) сложно и важно для ядерных технологий, для которых наибольший интерес представляет получение Трития. Содержание изотопов водорода в природной воде, приведенное в таблице 3 может незначительно колебаться, т.к. регулируется природными условиями.

Таблица 3. Содержание изотопов водорода в природной воде и параметры вариантов воды.

Изотоп, обозначение	Содержание, %	Массовое число	Вид излучения	Т кипения соотв. воды	Т плавлен. соотв. воды
Протий H ₂	99,9885	2	-	373,45K (100 ⁰ C)	273,45K (0 ⁰ C)
Дейтерий D ₂	0,0115	4	-	374,88K (101,3 ⁰ C)	272,31K (3,8 ⁰ C)
Тритий T ₃	$3,2 \cdot 10^{-19}$	6	β - излучение	375,05K (101,5 ⁰ C)	278,7K (3,2 ⁰ C)

Справочная литература дает значение концентрации трития на 7 порядков меньшее чем дейтерия и на 14 порядков чем для протия.

С другой стороны обнаружение появления трития в зоне трения **облегчается** тем, что он является радиоактивным элементом, генерирующим бета излучение. Результаты появления трития в парах трения, полученные методом ВИМС-анализа в Черноголовке представлены на рисунке 4, который показал увеличение концентрации трития в резце стали Т15К6 после трении (резании) резца о болванку из стали 20.

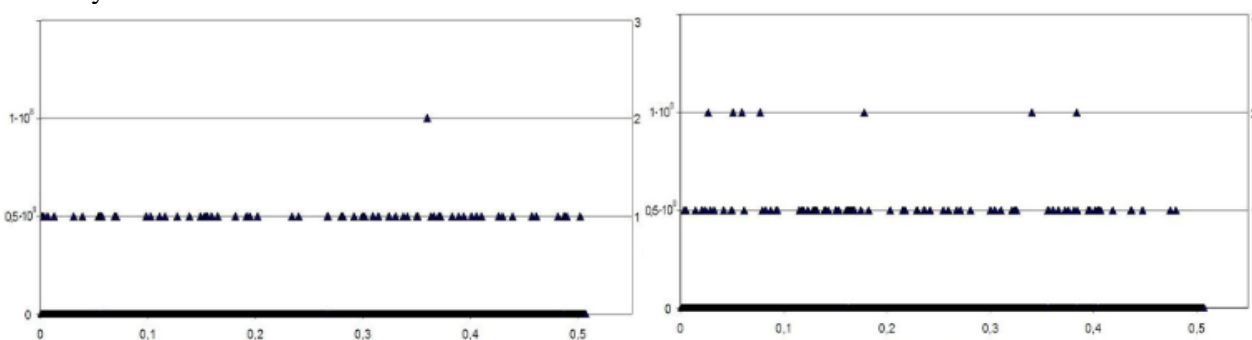


Рисунок 3. Распределение концентрации атомов трития в резце из сплава Т15К6: до начала резания *слева), и после резания в течении 20 секунд (справа).

Указанные выше полученные в МГТУ результаты появления всех изотопов водорода в парах трения: 1- протия, см.[5] (стр.62), 2- дейтерия, см. [5](стр.63), 3- трития, см. [1] (стр.365) обычно не убеждают оппонентов в том, что это- результат процесса генерации изотопов, т.к. их традиционным аргументом является тезис: «в стали всегда много водорода, и полученные данные являются результатом диффузии атомов из центра к поверхности образца». Подобные аргументы опровергаются

диаграммами упомянутых результатов, на которых видно, что градиент объемной концентрации атомов изотопов водорода, уменьшается от зоны трения (поверхности) вглубь образцов.

Убедительный эксперимент, фиксирующий появление трития в результате трения был выполнен в МГТУ с использованием датчика Радиаскан 701, фиксирующего интенсивность β - излучения, характерного для трития, появляющегося в замкнутом стеклянном объеме при трении пары сталь-рубин с площадью поверхности трения 1 мкм^2 . Упомянутые результаты β - излучения трития, накопленного в замкнутом стеклянном объеме в течении 300 суток, в результате непрерывной работы фрикционной пары представлены на рисунке 4.

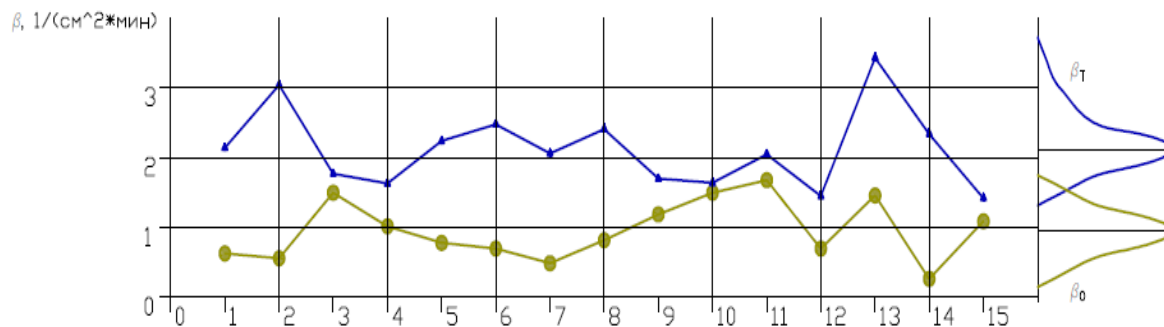


Рисунок 4. Функции распределения значений β -излучения трития, накопленного за 300 дней работы пары трения сталь-рубин в стеклянной камере (верхняя диаграмма) и фонового значения β -излучения (нижняя диаграмма) на рисунке справа.

Результаты а показывают, что интенсивность излучения в месте накопления трития (верхняя диаграмма) почти в 2 раза превышает фоновое бета-излучение, что является результатом генерации трития, но не его газовой выделения т.к. в связанном химическом состоянии он не мог бы прекратить бета-излучение. Обобщение приведенных результатов убеждает нас в том, что увеличение бета излучения в присутствии постоянно работающей фрикционной пары, есть результат генерации изотопов водорода при «сухом» трении. Обнаруженные в МГТУ физические эффекты позволяют авторам в ближайшем будущем патентовать опережающие мировой уровень технологии и устройства в областях медицины, ядерной техники и обороны, например: 1 сверх-миниатюрные рентгеновские аппараты, 2- технологии промышленного производства дейтерия и трития, 3- малогабаритные инициаторы (взрыватели) термоядерного синтеза и т.п. устройства.

Общей задачей данной статьи –показать возможность промышленного и дешевого получения дейтерия и трития простыми инженерными технологическими методами, несмотря на сложность задачи, решаемой сейчас в Мин Атоме традиционными трудоемкими и дорогими методами.

Выводы

В МГТУ выполнен ряд экспериментов, доказывающих существование процесса генерации изотопов водорода при трении на примере трития, как радиоактивного элемента, легко определяемого датчиками бета-излучения.

Комплекс физических явлений обнаруженных научной группой кафедры МТ-11 МГТУ им. Н.Э. Баумана, опережающих мировой уровень является показателем высокого научного уровня вузовских исследований и высоким потенциалом Российской Вузовской Науки. Талантливость исследователей РФ вызывает интерес и подражание. Пример- доклад студентов [2,3] об обнаруженном РИ датированный 20.04 2015г, Реакция в РФ на это открытие была равна нулю, но в США с опозданием на 5 месяцев (!) в сентябре 2015 уже активно рекламируют [7] «обнаруженное» ими РИ как «Big Step» в развитии технологий.

Показана возможность промышленного и дешевого получения дейтерия и трития простыми инженерными технологическими методами

Список литературы

- [1] Деулин Е А и Басманов М С 2019 Вакуумные механизмы ядерной и космической техники.-М: Горячая линия- Телеком с. 388
- [2] Гункин Е А (рук. проф. Деулин Е А) 2015 Исследование рентгеновского излучения при работе механизмов в вакууме и в атмосфере/*Труды Седьмой Российской студенческой научно-технической конференции “Вакуумная техника и технология”* 20-23 04 с. 82-3
- [3] Огнев О В (рук. проф. Деулин Е А) 2015 Физическая модель рентгеновского излучения при сухом трении в вакууме и атмосфере/*Труды Седьмой Российской студенческой научно-технической конференции “Вакуумная техника и технология”*, 20-23 04. с. 84-5
- [4] The Next Big Step In X-Rays fluorescence.Sept.2015.www.tribogenics.com
- [5] Deulin E A et.al. 2010 Mechanics and Physics of Precise Vacuum Mechanisms/*Springer edition* p. 234
- [6] Deulin E A, Nevshoupa R A 1999 Deuterium Penetration Into The Bulk Of A Steel Ball Of A Ball Bearing Due To Its Rotation In Vacuum.- *Applied Surface Science*, 144-145, pp.268
- [7] Шипов Г И 1997 Теория физического вакуума. Теория, эксперименты и технологии. 2е издание М.:Наука
- [8] Сахаров А Д 1947 Взаимодействие электрона и позитрона при рождении пар// *Успехи физических наук/ том 161*, с 35, с. 29-33
- [9] Ацюковский В А 2003 Общая эфиродинамика. Моделирование структур вещества и полей на основе представлений о газоподобном эфире. *Издание второе. М.: Энергоатомиздат*, с. 584 с.ISBN 5-283-03229-9
- [10] Нектаров Е С и Сычев В В 2005 Развитие гиператомной физики в России/*Оптика атмосферы и океана. т.18 №11* с. 2-7
- [11] Менделеев Д И 1905 Попытка химического понимания мирового эфира. / *Типо-литография М.П. Фроловой*

К 30-ти летнему юбилею компании ФЕРРИ ВАТТ

Я О Желонкин, А А Бикташев и О В Желонкин

ООО «ФЕРРИ ВАТТ», 420087, Казань, Россия

E-mail: zhelonkin.ya@ferryvatt.ru

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

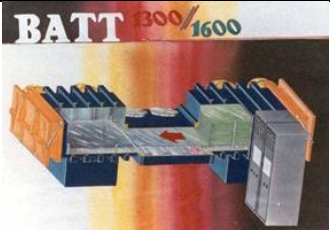
История предприятия начинается с 1991 г., когда группа инициативных сотрудников, разваливающегося в те годы НИИ «ВАКУУММАШ», создали предприятие «Квазар», в последствии переименованное в МП «ВАТТ» и уже в последствии - «ФЕРРИ ВАТТ». Название компании «ФЕРРИ ВАТТ» состоит из 2-х частей, где первая часть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

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

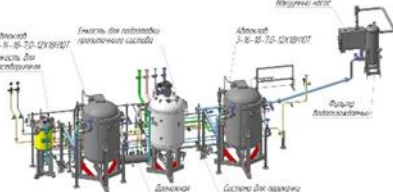
- Технологии вакуумного и плазменного напыления тонких пленок и покрытий: PVD, CVD, PECVD, ALD и др.;
- Технологии обработки различных материалов в ВЧ плазме пониженного давления (ССР, ICP);
- Вакуумное оборудование для формования композитных материалов и вакуумной пропитки изделий смолами и лаками;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

Далее представлены основные исторические вехи в жизни компании в таблице 1.

Таблица 1.

Год	Изображение	Описание этапа
1991 г.		Основание компании. Первое поколение вакуумных установок «ФЕРРИ БАТТ». Серия установок БАТТ 1200. Открытие с 1993 г. участка нанесения покрытий.
1995 г.		Серия установок БАТТ 1600 («Казанская бочка»).
1998 г.		Самая популярная серия установок первого поколения, более 35 единиц в различной комплектации: магнетронное, дуговое, термическое напыление, плазменная обработка, имитация космоса и др.
2000 г.		Выход на рынки СНГ и Восточной Европы , поставки оборудования в Казахстан, Болгарию, Узбекистан, Молдавию, Белоруссию, Украину и др. страны.
2005 г.		Ребрендинг компании. Запуск второго поколения вакуумных установок, многие из которых представляют уникальные единицы вакуумного технологического оборудования для индивидуальных задач науки и производства.
2007 г.		Выход на международные рынки Западной Европы и Ближнего Востока, поставки установок в Швейцарию, Испанию, Кувейт, Сирию и др. страны.
2006 - 2009 гг.		Серия напылительных установок БАТТ 900 для различных задач нанесения декоративных и функциональных покрытий. В дальнейшем на ее базе создана серия установок БАТТ 700.
		Первые проходные вакуумные установки БАТТ 600х1200М-ЭД и БАТТ 600-6 ИМД.

Продолжение таблицы 1.

Год	Изображение	Описание этапа
2012 г.		Серия установок зонной плавки монокристаллов тугоплавких металлов БАТТ УЗП-800. Самая большая в истории компании вакуумная установка БАТТ 4500-4М, для нанесения покрытий на подложки размерами 3x1,5 м и весом до 5 т.
2013-2014 гг.		Серия вакуумных установок для рулонных материалов БАТТ 4000 ПТ Плазма и БАТТ 5000 Б Плазма. Активное развитие направления оборудования и технологий плазменной обработки .
2015 г.		Автоматизированная вакуумная линия пропитки пористых сплавов БАТТ-5-ВКП2,8. Открытие направления вакуумной пропитки и формования композитных материалов.
2019 г.		Ребрендинг компании. Запуск третьего поколения вакуумных установок «ФЕРРИ БАТТ».

За годы многолетней работы компании создан тесный сплоченный коллектив, готовый решать любые и, в том числе, нестандартные задачи. Наши сотрудники являются выпускниками ведущих Российских кафедр вакуумной и плазменной техники КНИТУ-КХТИ, МГТУ им. Н.Э. Баумана. Профессионализм нашей команды подтверждается многочисленными научными статьями, дипломами и наградами, а также выбором Заказчика - госкорпораций, университетов, научно-исследовательских центров, производственных предприятий. Компания является постоянным участником и многократным победителем Международной выставки вакуумного оборудования VacuumTechExpo. Также, имеется опыт работы с зарубежными партнерами и заказчиками – установки компании «ФЕРРИ БАТТ» эксплуатируются в 12 странах: Япония, Китай, Швейцария, Испания, Кувейт, Сирия, Украина, Молдавия, Белоруссия, Узбекистан, Казахстан.

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

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

- Инжиниринговые процессы разработки оборудования выполняются с применением современных средств автоматизации проектирования (САПР), что позволяет качественно и в кратчайшие сроки решать уникальные проектные задачи любой сложности;
- Моделирование и расчет физических процессов вакуумной и плазменной техники: механические, газо- и гидродинамические, электромагнитные, процессы теплопередачи, плазмодинамики. Позволяют на этапах проектной разработки новых изделий проверить

результаты аналитических расчетов на 3D-моделях с учетом всех конструктивных нюансов и исключить возможные издержки производства;

- Современные средства автоматизации технологических процессов (АСУ ТП): собственная разработка SCADA систем управления, ручное и автоматическое управление, контроль всех параметров на мнемосхеме, программирование технологических циклов, протоколирование всех параметров, формирование отчетов, удаленное управление, многоуровневый доступ;
- Производственные возможности компании включают участки заготовительные, металлообрабатывающие, сварочные, сборочные, испытательные;
- Ресурсный центр компании является лабораторной площадкой для отработки новых технологий и пилотных установок.

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

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

Список литературы

- [1] Zhelonkin Ya O, Biktashev A A, Salikeev S I, Sungatullin I A and Zhelonkin O V 2019 Modern engineering tools for the development of new samples of vacuum process equipment // *IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1313 (2019) 01206, doi:10.1088*
- [2] Желонкин Я О, Бикташев А А, Саликеев С И, Сунгатуллин И А и Желонкин О В 2019 Современные инженеринговые инструменты разработки новых образцов вакуумного технологического оборудования/*НОВЕЛЛА* с. 25-31
- [3] Zhelonkin Ya O, Biktashev A A, Salikeev S I, Sungatullin I A and Zhelonkin O V 2019 Modern engineering tools for the development of new samples of vacuum process equipment // *18-20 июня 2019 г. / СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ»* с. 80-4
- [4] Шаймарданов Р Р, Косенков Д В, Пальцев А В, Гаврилов А В, Аляев В А 2019 «Установка вакуумной сушки поверхностно-активных веществ / *Казань: Издательство КНИТУ* с. 154-5
- [5] Желонкин Я О, Бикташев А А, Сунгатуллин И А, Желонкин О В 2019 «Инструменты и методы разработки новых образцов вакуумного технологического оборудования / *Казань: Издательство КНИТУ* с. 39-46
- [6] Желонкин Я О, Бикташев А А, Желонкин О В, Саликеев С И 2018 Вакуумное оборудование для обработки полимерных рулонных материалов /*«Электровакуумная техника и технология», М.: НОВЕЛЛА* с. 123-6
- [7] Желонкин Я О 2018 пМодульное плазменное оборудование для научных исследований // *«Электровакуумная техника и технология», под редакцией руководителя Семинара А.В. Горина. М.: НОВЕЛЛА* с. 127-30.
- [8] Желонкин Я О, Муртазин Р Н, Саликеев С И, Бикташев А А, Пальцев А В, Сунгатуллин И А 2017 «Разработка технологии изготовления высокопрочных отливок...»//*Материалы конференции «МНТК «ИМТОМ–2017». Ч. 2. – Казань* с. 31-4
- [9] Глинкин В А, Бикташев А А и Муртазин Р Н 2014 Установка для нанесения прозрачных пленок оксида индия магнетронным методом.// *Вестник Казан. Технол. Ун-та. Т.17 №21.* с. 269-73
- [10] Глинкин В А, Бикташев А А и Муртазин Р Н 2014 Вакуумная установка для нанесения покрытий методом атомно-послойного осаждения.// *Вестник Казан. Технол. Ун-та. Т.17 №19* с. 276-9
- [11] Бикташев А А и Глинкин В А 2013 Вакуумная установка для нанесения селективных покрытий.//*Вестник Казан. Технол. Ун-та. Т.16 №21* с. 225-8
- [12] Бикташев А А, Глинкин В А и Желонкин О В 2012 Промышленные и исследовательские установки для нанесения наноструктурных и наноразмерных покрытий// *Труды семинара «Электровакуумная техника и технология». М.: НИИ ЭМ МГТУ им. Н.Э. Баумана* с.157-61
- [13] Бикташев А А и Глинкин В А 2009 Новые российские вакуумные установки для нанесения твердых покрытий серии ВАТТ// *Материалы IV международной н-техн. конф. «Вакуумная техника, материалы и технологии». М.: ОМР.ПРИНТ* с.50-6

- [14] Бикташев А А, Глинкин В А и Желонкин О В 2008 Установка «ВАТТ 600х1200 – ЭД»././ Сб. докладов Харьковской нанотехнологической ассамблеи-2008, т.1, Харьков.: ННЦ ХФТИ с. 282-3
- [15] Бикташев А А, Глинкин В А и Желонкин О В 2008 Новая концепция установки нанесения упрочняющих покрытий серии «ВАТТ»././ Тезисы докладов конференции «Нанотехнологии - производству - 2008». Фрязино.: «Янус-К» с. 116-7
- [16] Бикташев А А, Желонкин О В, Глинкин В А и Ляпин А П 2006 Новое поколение вакуумных напылительных установок ЗАО «Ферри Ватт»././ Сб. докладов 7-й Международной конференции «Вакуумные нанотехнологии и оборудование». Харьков: ННЦ «ХФТИ», ИПП «Контраст»
- [17] Бикташев А А, Глинкин В А, Желонкин О В и Ляпин А П 2006 Напылительные установки ЗАО «Ферри Ватт»././ Труды научно-технического семинара «Электровacuумная техника и технология». Т.3.-М.: МГТУ им. Баумана с.128-37
- [18] Biktashev A A, Zhelonkin O V, Glinkin V A and Lyapin A P 2006 Coating plants from "FERRI VATT" Ltd././ Труды научно-технического семинара «Электровacuумная техника и технология» Т.3.-М.: МГТУ им. Баумана с. 138-47
- [19] Бикташев А А, Глинкин В А, Желонкин О В и Ляпин А П 2006 Современные установки серии ВАТТ././Труды международной н-техн. конф. «Нанотехнологии – производству 2006», Фрязино: «Концерн Наноиндустрия», с. 222-6
- [20] Бикташев А А, Желонкин О В, Бурмистров А В и Глинкин В А 2003 Современные принципы конструирования вакуумных установок для нанесения покрытий на стекла больших форматов и критерии выбора оборудования././ Сб докладов международного научно-практического симпозиума «Функциональные покрытия на стеклах», Харьков с.74-80
- [21] Бикташев А А, Желонкин О В, Бурмистров А В и Глинкин В А 2003 Опыт проектирования вакуумных установок для нанесения покрытий на стекла больших форматов. // Труды научно-техн. семинара «Электровacuумная техника и технология». Т.2. М. с. 151-6
- [22] Бикташев А А, Желонкин О В, Бурмистров А В и Глинкин В А 2001 Оборудование для нанесения различных функциональных покрытий на стекло. // Сборник докладов 4-го Международного симпозиума «Вакуумные технологии и оборудование». - Харьков: ИПЦ «Контраст»

Алгоритм испытаний в целях утверждения типа современных средств измерений низких абсолютных давлений и вакуума

Р А Тетерук, И И Родинов и А А Чернышенко

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», 190005, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: R.A.Teteruk@vniim.ru, I.I.Rodinov@vniim.ru, vacuum@vniim.ru

Аннотация. В статье приведена информация о действующей в Российской Федерации нормативной документации, регламентирующей порядок утверждения типа средств измерений, разъяснена процедура проведения испытаний в целях утверждения типа вакуумметров в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», обобщена информация о современных высокоточных тепловых (диапазон измерений $(1 \cdot 10^{-2} \dots 1.08 \cdot 10^5)$ Па, пределы допускаемой относительной погрешности измерений $\pm(10 \dots 50)\%$) и ионизационных (диапазон измерений $(1 \cdot 10^{-7} \dots 1.3)$ Па, пределы допускаемой относительной погрешности измерений $\pm(20 \dots 50)\%$) вакуумметрах, которые прошли испытания в целях утверждения типа с 2016 года. Сведения о приведенных в настоящей статье вакуумметрах внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

1. Введение

Исходя из информации, приведенной в [1], можно сделать вывод, что количество поверяемых вакуумметров резко возросло в 2018-2019 годах, что в свою очередь свидетельствует о повышении спроса на вакуумметры, используемые в сфере государственного регулирования, – вакуумметры утвержденного типа.

Исходя из информации, приведенной в [2], можно сделать вывод, что наибольшим спросом в сфере государственного регулирования пользуются современные высокоточные тепловые (согласно [3] – приборы, в которых для измерения низких давлений используются процессы теплопередачи; принцип действия согласно [4] основан на зависимости теплопередачи через разреженный газ от давления) и ионизационные (согласно [3] – приборы, охватывающие очень широкий диапазон давлений – от $(10^{-10} \dots 10^{-9})$ Па до $(10^2 \dots 10^4)$ Па, действие которых основано на зависимости числа ионизированных в объеме соответствующего преобразователя молекул от давления газа; принцип действия согласно [4] основан на пропорциональности между давлением и ионным током, образовавшимся в результате ионизации молекул газа) вакуумметры (далее – вакуумметры) зарубежного производства; сведения о вакуумметрах отечественного производства в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (далее – ФИФ) согласно [2] отсутствуют.

По результатам доклада [2] на Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2020» большинство вопросов относились не к технической составляющей статьи (например, принцип действия, метрологические характеристики), но к процедуре испытаний вакуумметров в целях утверждения типа.

В связи с этим настоящая статья призвана:

- информировать изготовителей и потребителей вакуумметров о действующей в Российской Федерации нормативной документации, регламентирующей порядок утверждения типа средств измерений;
- разъяснить изготовителям и потребителям вакуумметров порядок проведения испытаний в целях утверждения типа средств измерений в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»;
- обобщить информацию об утвержденных типах вакуумметров, свести данную информацию в удобную для восприятия таблицу для более полного информирования изготовителей и потребителей вакуумметров.

2. Основная часть

Согласно [2], утверждение типа средств измерений (далее – СИ) в соответствии со статьей 11 главы 3 документа [5] является одной из форм государственного регулирования в области обеспечения единства измерений. Решение об утверждении типа СИ принимается Федеральным органом исполнительной власти (далее – Росстандарт) на основании положительных результатов испытаний СИ в целях утверждения типа в соответствии с пунктом 2 статьи 12 главы 3 документа [5]. Сведения об утвержденных типах СИ в соответствии с документом [6] вносятся в ФИФ. Утверждение типа СИ в соответствии с пунктом 15 приложения 2 документа [6] и перечислением к) пункта 5, пунктами 20 и 21 документа [7] удостоверяется записью в ФИФ и в соответствии с приложением 3 документа [6] – сертификатом об утверждении типа. Период действия утвержденного типа, как правило, составляет 5 лет от даты подписания приказа Росстандарта об утверждении типа средств измерений. Обязательным этапом испытаний в целях утверждения типа средств измерений в соответствии с пунктом 22 документа [6] является разработка или выбор методики поверки средств измерений и ее опробование. Установление методики поверки осуществляется в соответствии с приложением 2 документа [8].

Испытаниями вакуумметров в целях утверждения типа (далее – испытания) в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» занимаются две лаборатории, входящие в состав научно-исследовательского отдела госэталонов в области измерений давления: лаборатория перспективных разработок и испытаний в области давления и научно-исследовательская лаборатория госэталонов и научных исследований в области измерений низкого абсолютного давления вакуума. В этих лабораториях проводится весь комплекс работ по испытаниям, в том числе анализ заявки на испытания, разработка программы испытаний, проведение испытаний, разработка или выбор и опробование методики поверки вакуумметров, оформление протоколов и акта по результатам испытаний вакуумметров в целях утверждения типа. Общий алгоритм и перечень этапов испытаний вакуумметров в целях утверждения типа приведены на рисунках 1 и 2. Для информации на рисунках 3 и 4 приведены примеры некоторых документов, оформляемых при испытаниях вакуумметров в целях утверждения типа, – заявки на испытания в целях утверждения типа и протокола испытаний соответственно.

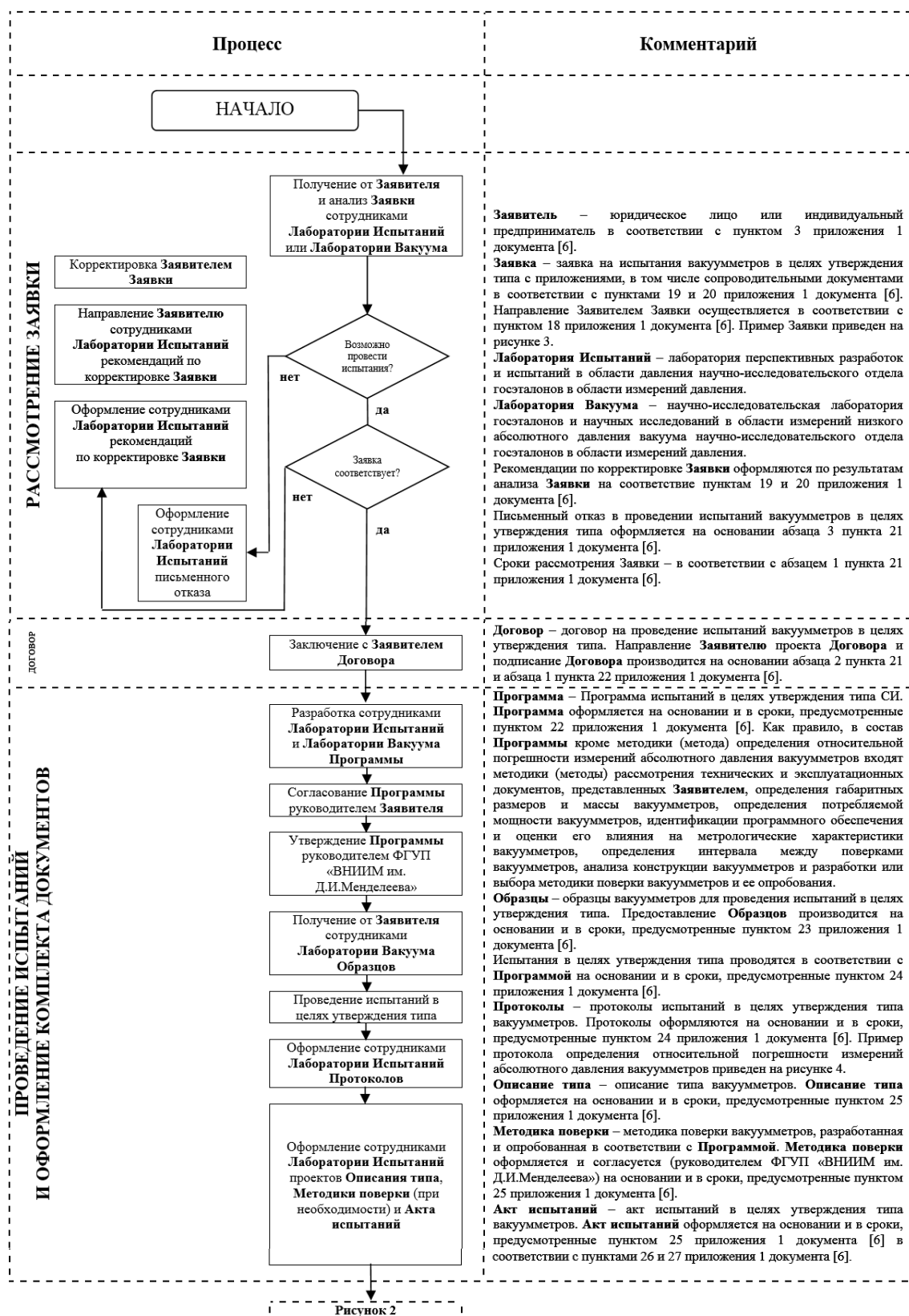


Рисунок 1. Общий алгоритм и перечень этапов испытаний.

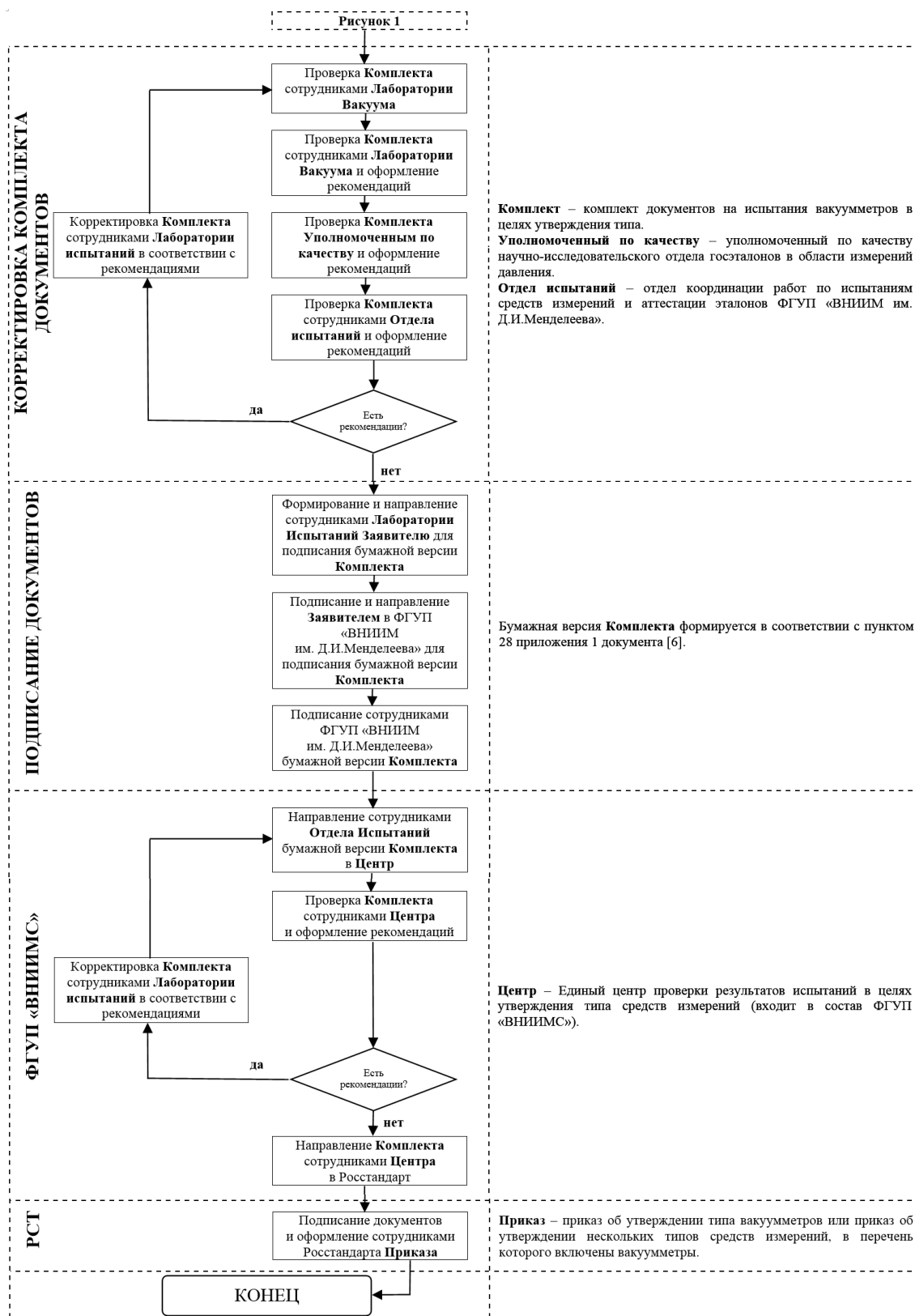


Рисунок 2. Общий алгоритм и перечень этапов испытаний.

Бланк Заявителя

Исх. № _____ от «__» ____ 20__ г.

И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
А.Н. Пронину

Заявка на испытания средства измерений в целях утверждения типа

1	Наименование Заявителя:	Общество с ограниченной ответственностью «Компания» (ООО «Компания»)
	Местонахождение Заявителя:	123456, г. Москва, переулок Уличный, дом 1, строение 3, помещение 7 <почтовый адрес Заявителя>
	Адрес Заявителя:	123456, г. Москва, переулок Уличный, дом 1, строение 3, помещение 7 <юридический адрес Заявителя>
2	Сведения о документе, подтверждающем полномочия Заявителя:	нет / есть доверенность от изготовителя на заявителя / есть приказ о назначении руководителем Изготовителя копия - Приложение № 1 <не требуется, если Изготовитель является Заявителем или испытывается единственный экземпляр>
3	Наименование Изготовителя:	Зарубежный Изготовитель: Фирма/Компания/... «Izgotovitel'», _____ <страна Изготовителя кириллицей> Отечественный Изготовитель: Общество с ограниченной ответственностью «Компания» (ООО «Компания»), г. _____ <город Изготовителя кириллицей>
	Местонахождение Изготовителя:	Зарубежный Изготовитель: 1234 Avenue, DC 12345, _____ <страна Изготovitel' a латиницей> Отечественный Изготовитель: Общество с ограниченной ответственностью «Компания» (ООО «Компания»), г. _____ <город Изготовителя кириллицей> <адрес непосредственного места изготовления средства измерений>

Бланк Заявителя

	Адрес Изготовителя:	Зарубежный Изготовитель: 1234 Avenue, DC 12345, _____ <страна Изготovitel' a латиницей> Отечественный Изготовитель: Общество с ограниченной ответственностью «Компания» (ООО «Компания»), г. _____ <город Изготовителя кириллицей> <адрес головного офиса, управляющей компании Изготовителя средства измерений (при наличии, если нет – то же, что и в графе «Местонахождение Изготовителя») >
4	Наименование средства измерений:	Вакуумметры магнитные электроразрядные
	Обозначение средства измерений:	Vacuum
5	Модификации (исполнения) средства измерений:	AAAAA, BBBB, CCCCC
6	Назначение средства измерений:	предназначены для измерений абсолютного давления негорючих газов
7	Область применения средства измерений:	общепромышленное применение, авиационно-космическая отрасль, различные применения в области вакуумной техники
8	Характер производства:	единичное/серийное
9	Сведения о наличии ПО:	нет / есть, _____ <номер версии программного обеспечения>
10	Метрологические и технические характеристики средства измерений:	Приложение № 2
11	Сведения о методике поверки:	нет / есть, _____ <номер документа>
12	Сведения о документах на изготовление средства измерений:	Зарубежный Изготовитель: техническая документация Фирмы/Компании/... «Izgotovitel'», _____ <страна Изготовителя кириллицей> Отечественный Изготовитель: Технические условия _____ <номер документа>

Бланк Заявителя

13	Заводские/серийные номера средства измерений:	есть/нет
	Заводские/серийные номера заявляемых на испытания средств измерений:	111111, 222222, 333333
14	Сведения о наличии протоколов предварительных испытаний:	есть/нет
15	Обязательные метрологические и технические требования к средству измерений:	Испытания средства измерений: нет Испытания средства измерений, применяемого в качестве эталона: есть, _____ <номер документа, в том числе государственной поверочной схемы>
16	Уведомление о начале осуществления деятельности по производству средств измерений:	Зарубежный Изготовитель: нет Отечественный Изготовитель: есть, _____ <номер Уведомления>
17	Заключения Минпромторга РФ о подтверждении производства средства измерений на территории РФ	Зарубежный Изготовитель: нет Отечественный Изготовитель: есть, _____ <номер Заключения>

Оплату работ по испытаниям гарантирую в соответствии с условиями договора.

Реквизиты:

Приложения:

- 1 Копия доверенности от изготовителя / приказа о назначении руководителем Изготовителя;
- 2 Метрологические и технические характеристики;
- 3 Копия Уведомления о начале осуществления деятельности по производству средств измерений;
- 4 Копия Заключения Минпромторга РФ о подтверждении производства средства измерений на территории РФ;
- 5 Комплект эксплуатационных документов (руководство по эксплуатации, паспорт, формуляр) на русском языке;
- 6 Технические условия;
- 7 Фотографии общего вида СИ, проспекты.

Генеральный директор

И.В. Заявитель

М.п.

Бланк Заявителя

Приложение № 2. Метрологические и технические характеристики средства измерений

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение		
	AAAAA	BBBBB	CCCCC
Диапазон показаний абсолютного давления, Па	от $1,0 \cdot 10^{-4}$ до $1,5 \cdot 10^{-1}$		
Диапазон измерений абсолютного давления, Па	от $1,0 \cdot 10^{-2}$ до $1,5 \cdot 10^{-1}$		
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений абсолютного давления, %	±40		

Таблица 2 – Основные технические характеристики

Наименование характеристики	Значение		
	AAAAA	BBBBB	CCCCC
Количество каналов	1		
Интерфейсы связи	RS-485, USB		
Параметры электрического питания: - напряжение постоянного тока, В	от 22 до 26		
Потребляемая мощность, В·А, не более	7		
Габаритные размеры, мм, не более (диаметр×длина)	72×167		
Масса, кг, не более	0,9		
Присоединительные фланцы	3/4" NPT; NW25		
Условия эксплуатации: - диапазон рабочих температур окружающего воздуха, °C - относительная влажность воздуха, %, не более - атмосферное давление, кПа	от +15 до +35 80 от 84 до 106,7		
Средняя наработка на отказ, ч	15000		
Средний срок службы, лет	8		

Рисунок 3. Пример заявки на испытания вакуумметров в целях утверждения типа.

	ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» Уникальный номер записи об аккредитации в реестре аккредитованных лиц RA.RU.311541
---	--

Лист № 1
Всего листов 2

Протокол испытаний № 231-___-__

1 Дата проведения испытаний: __. __. 20__

2 Условия проведения испытаний: приведены в таблице 1.

Таблица 1

Температура окружающего воздуха, °C	
Относительная влажность воздуха, %	
Атмосферное давление, кПа	

3 Наименование этапа испытаний: испытания по ПП, п. __. Определение относительной погрешности измерений абсолютного давления.

4 Нормированные значения контролируемых метрологических (технических) характеристик, параметров:

Таблица 2 – Нормированные значения контролируемых метрологических (технических) характеристик, параметров вакуумметра ВВВВВ

Наименование характеристики	Значение
Диапазон показаний абсолютного давления, Па	от $1,0 \cdot 10^{-4}$ до $1,5 \cdot 10^{-1}$
Диапазон измерений абсолютного давления, Па	от $1,0 \cdot 10^{-4}$ до $1,5 \cdot 10^{-1}$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений абсолютного давления, %	± 40

5 Эталоны, средства измерений:

Государственный рабочий эталон 1 разряда единиц давления для области низких абсолютных давлений в диапазоне $1 \cdot 10^{-2}$ – $1 \cdot 10^3$ Па (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 3.1.ZZB.0050.2015), относительная погрешность (на границах диапазона) не более $\pm(7-3)$ %, свидетельство об аттестации № 231-0050/2019, действительно до 14.07.2021, выдано ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева».

Термогигрометр ИВА-6Н-Д (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 46434-11), зав. № 9E82, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 98 %, абсолютная погрешность в диапазоне измерений относительной влажности от 0 до 90 % при 23 °C: ± 2 %, дополнительная абсолютная погрешность при изменении температуры на 1 °C: $\pm 0,1$ %; диапазон измерений температуры от 0 до 60 °C, абсолютная погрешность $\pm 0,3$ °C; диапазон измерений атмосферного давления от 300 до 1100 гПа, абсолютная погрешность в диапазоне измерений атмосферного давления от 700 до 1100 гПа: $\pm 2,5$ гПа, свидетельство о поверке № 2540/0673-2020, действительно до 31.05.2021, выдано ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева».

6 Методика (метод) испытаний: «Вакуумметры магнитные электроразрядные Вавиш». Программа испытаний в целях утверждения типа».

Руководитель НИЛ
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

А.А. Чернышенко

	ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» Уникальный номер записи об аккредитации в реестре аккредитованных лиц RA.RU.311541
---	--

Лист № 2
Всего листов 2

7 Результаты испытаний: приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Результаты испытаний вакуумметра ВВВВВ

Декада, Па	Показание эталона $P_{\text{эт}}, \text{Па}$	Показание испытываемого вакуумметра $P_{\text{изм}}, \text{Па}$	Относительная погрешность $\Delta_0, \%$
от $1 \cdot 10^{-2}$ до $1 \cdot 10^{-4}$			
св. $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$			
св. $1 \cdot 10^{-2}$ до $1 \cdot 10^{-1}$			
св. $1 \cdot 10^{-1}$ до $1,5 \cdot 10^{-1}$			

8 Вывод: каждое из значений относительной погрешности измерений абсолютного давления Δ_0 для вакуумметра ВВВВВ зав. № _____ соответствует требованиям заявки на испытания и технической документации изготовителя.

Руководитель НИЛ
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

А.А. Чернышенко

Рисунок 4. Пример протокола определения относительной погрешности измерений абсолютного давления вакуумметров.

На основании информации, приведенной в [2] и анализа актуальных сведений о вакуумметрах, внесенных в ФИФ, в таблицах 1 и 2 обобщены сведения о вакуумметрах, которые прошли испытания в целях утверждения типа с 2016 года и могут применяться в сфере государственного регулирования. Сведения о вакуумметрах, которые прошли испытания в целях утверждения типа с 2008 по 2018 год, приведены в [9].

Таблица 1. Утвержденные типы тепловых вакуумметров.

№	Обозначение типа	Диапазон измерений, Па	Относительная погрешность, %	Изготовитель	№ ФИФ
1	TPR,TPG 201, PPT 200	от $1 \cdot 10^{-2}$ до $1 \cdot 10^3$	$\pm(30...50)$	Компания Pfeiffer Vacuum GmbH, Германия	63031-16
2	ERSTEVAK (модификация MTP4D)	от $2 \cdot 10^{-1}$ до $1 \cdot 10^5$	$\pm(10...30)$	Компания «Thyracont Vacuum Instruments GmbH», Германия	64910-16
3	THERMOVAC	от $5 \cdot 10^{-2}$ до $1,5 \cdot 10^5$	$\pm(10...50)$	Фирма «Leybold GmbH», Германия	68784-17
4	VSP 3000, VACUUM VIEW extended	от $1 \cdot 10^{-1}$ до $1,08 \cdot 10^5$	$\pm(15...30)$	«VACUUBRAND GMBH + CO KG», Германия	80636-20

Таблица 2. Утвержденные типы ионизационных вакуумметров.

№	Обозначение типа	Диапазон измерений, Па	Относительная погрешность, %	Изготовитель	№ ФИФ
1	CCM	от $1.3 \cdot 10^{-7}$ до 1.3	± 30	Компания «InstruTech, Inc.», США	66042-16
2	Ionivac IE414, Ionivac IE514	от $2 \cdot 10^{-7}$ до 1	± 20	Компания Leybold GmbH, Германия	78832-20
3	IKR	от $1 \cdot 10^{-7}$ до $1 \cdot 10^{-1}$	± 50	Фирма Pfeiffer Vacuum GmbH, Германия	80739-20

3. Выводы

В результате проведенной работы в настоящей статье:

- приведена информация о действующей в Российской Федерации нормативной документации, регламентирующей порядок утверждения вакуумметров в качестве средств измерений;
- разъяснена процедура проведения испытаний в целях утверждения типа средств измерений на примере испытаний вакуумметров в лаборатории перспективных разработок и испытаний в области давления и научно-исследовательской лаборатории госэталонов и научных исследований в области измерений низкого абсолютного давления вакуума научно-исследовательского отдела госэталонов в области измерений давления ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»;
- обобщена и сведена в таблицы 1 и 2 информация об утвержденных с 2016 года типах вакуумметров.

Список литературы

- [1] Сенатов Д Е и Чернышенко А А 2020 Некоторые вопросы совершенствования установки эталонной 1-го разряда вакуумметрической редукционной ВОУ-1 *Труды 27-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2020»* (СПб. : Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ») сс 36-9
- [2] Горобей В Н, Родинов И И и Чернышенко А А 2020 Испытания современных вакуумметров, датчиков вакуумных и установок вакуумметрических с целью утверждения типа за последние 5 лет *Труды 27-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2020»* (СПб. : Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ») сс 28-32
- [3] Кузьмин В В 1992 *Вакуумные измерения* (М. : Изд-во стандартов) с 30
- [4] Розанов Л Н 1990 *Вакуумная техника* (М. : Высшая школа) с 141
- [5] Федеральный закон от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» (ред. от 08.12.2020)
- [6] Приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 28.08.2020 № 2905 «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений»
- [7] Приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 28.08.2020 № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные

- сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»
- [8] Приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 28.08.2020 № 2907 «Об утверждении порядка установления и изменения интервала между поверками средств измерений, порядка установления, отмены методик поверки и внесения изменений в них, требований к методикам поверки средств измерений»
- [9] Анцукова А И, Горобей В Н, Пименова А А и Чернышенко А А 2018 Испытания современных вакуумметров с целью утверждения типа за последние 10 лет *Труды 25-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2018»* (СПб. : Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ») сс 113-7

Модернизация программно-аппаратного комплекса отдела государственных эталонов в области измерения давления для проведения калибровки вакуумметров и разработка поверочного тренажера

Р Э Кувандыков и А А Чернышенко

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», 190005, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: ruskuw@mail.ru, vacuum@vniim.ru

Аннотация. В статье приводятся сведения об особенностях и алгоритме модернизации программно-аппаратного комплекса для автоматизации процесса калибровки вакуумметров, предлагается программное обеспечение, как тренажер для обучения процедуре поверки вакуумметров и эффективной подготовки поверителей. Показано, что проведенная в отделе государственных эталонов в области измерения давления ФГУП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева модернизация позволяет снизить трудоемкость процедуры поверки, снизить влияние «человеческого фактора», увеличить производительность труда поверителя и сократить время обучения поверителей в области вакуумных измерений.

1. Введение

В целях увеличения производительности труда, улучшения качества проводимых работ требуется осуществить модернизацию процедуры калибровки средств измерений вакуума путем внедрения программно-аппаратного комплекса для автоматизации некоторых этапов данной процедуры. Также на качество проводимых калибровок положительно может повлиять и программное обеспечение для обучения поверителей.

2. Программно-аппаратный комплекс калибровки средств измерения

В процессе калибровки вакуумметров, поверитель сталкивается с некоторыми рутинными этапами, требующими особой внимательности, сноровки [1]. Среди таких этапов можно выделить:

- откачка измерительной камеры вакуумметрической установки до предельного остаточного давления;
- поочередная дискретная установка поверочных точек давления путем регулируемой подачи газа с помощью натекателя;
- запись показаний эталонного и калибруемого (или калибруемых) вакуумметров.
- перенос записанных показаний в программу персонального компьютера для введения поправок, расчета метрологических характеристик вакуумметров.

Данные этапы очень трудоемки учитывая, что количество точек на декаду давления равно 3-5, а общее количество точек может достигать 20-30 только для одного калибруемого вакуумметра. В связи с этим, было принято решение об автоматизации вышеуказанных этапов калибровки вакуумметров.

Автоматизация процесса калибровки вакуумметров подразумевает создание программно-аппаратного комплекса (ПАК) по управлению эталонной вакуумметрической установкой (включение и выключение форвакуумного и турбомолекулярного насоса, управление электромагнитным регулируемым клапаном подачи газа, протоколирование показаний эталонного вакуумметра), а также протоколированию показаний калибруемых вакуумметров. В состав ПАК входит программное обеспечение (ПО) для персонального компьютера (ПК) реализованное в приложении «Калибровка вакуумметров. 2310-1-2020», главное окно приложения показана на рисунке 1.

Главное окно ПО содержит:

- панель обмена данными с калибруемым вакуумметром;
- панель обмена данными с БУ;
- панель протоколирования результатов калибровки.

В целях защиты ПО предусмотрена идентификация по номеру версии. Предусмотрен контроль целостности и подлинности ПО. Осуществляется вывод сообщений об ошибках.

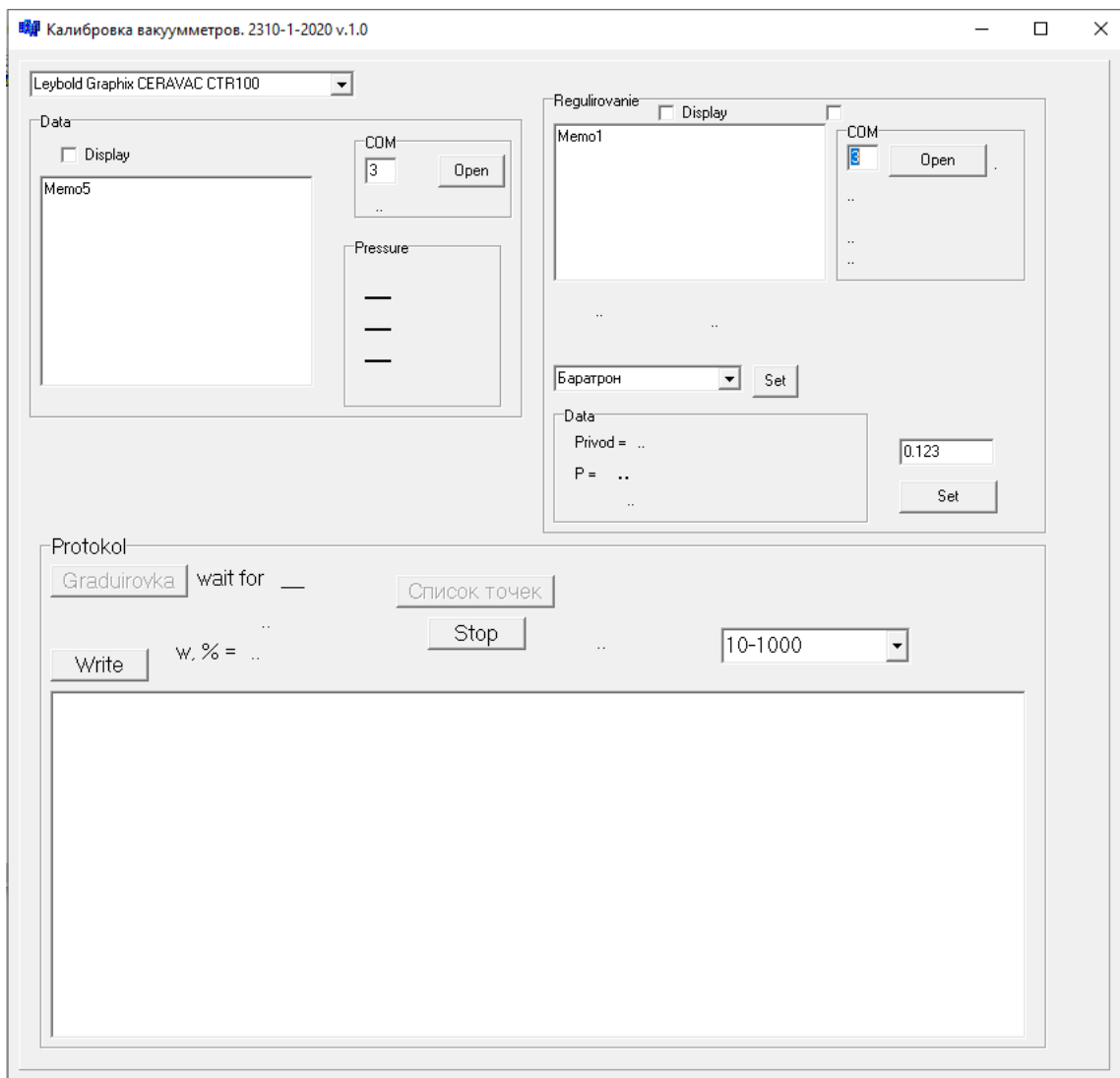


Рисунок 1. Главное окно ПО.

Предусмотрена защита от несанкционированного доступа к настройкам программы с помощью пароля. Уровень защиты ПО «Калибровка вакуумметров. 2310-1-2020» от непреднамеренных и преднамеренных изменений «средний» согласно Р 50.2.077-2014.

Таким образом ПАК состоит из:

- ПК с предустановленным ПО на базе операционной системы Windows 2000, XP, 7,8,10. Частотой центрального процессора не менее 500 МГц, ОЗУ объемом не менее 512 МБ (либо программируемый логический контроллер (ПЛК));
- блок управления (БУ);
- электромагнитный регулируемый клапан для подачи газа, установленный на вакуумметрической установке;
- электромагнитные клапана к системе откачки (опция).

Для автоматизации процесса калибровки вакуумметров может использоваться вакуумметрическая установка, структурная схема которой изображена на рисунке 2 (условные графические изображения выполнены согласно [2]).

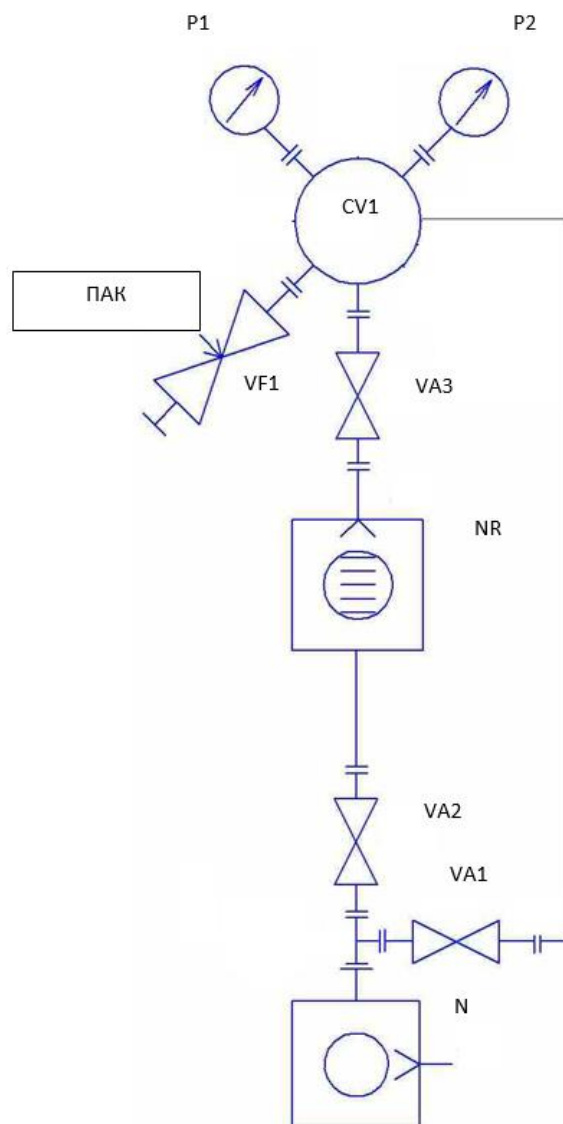


Рисунок 2. Структурная схема вакуумметрической установки.

Структурная схема ПАК изображена на рисунке 3.

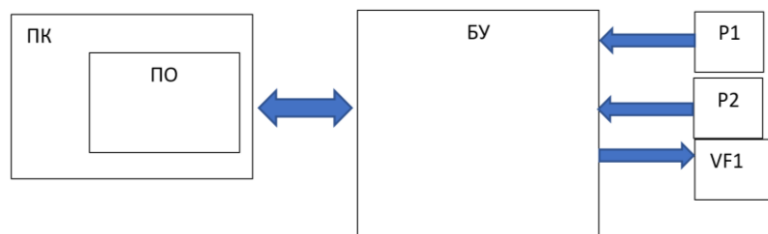


Рисунок 3. Структурная схема ПАК.

БУ состоит из микроконтроллера, портов связи с ПК, контрольными вакуумметрами, калибруемыми вакуумметрами, схемы управления регулируемым электромагнитным клапаном, схемами управления дополнительными клапанами(опция), WiFi модулем для передачи измерительных данных в интернет

облако хранения, модулем протоколирования параметров окружающей среды (температура, влажность, давление воздуха - опция).

Перед калибровкой вакуумметра P1 методом экспериментального сличения с контрольным вакуумметром P2, клапан VA1 приводится в открытое состояние, а клапана VA2, VA3 в закрытое. Включается насос вакуумный механический N. При снижении давления в измерительной камере CV1 до давления, при котором возможно включение турбомолекулярного насоса NR, открываются клапана VA2, VA3, включается турбомолекулярный насос NR. В соответствии с пунктом 6.5.6 МИ 140-89 осуществляется регулируемая подача газа в измерительную камеру через клапан VF1, управляемым ПАК. В диапазоне измерения давления ($P_{\min}$ - $P_{\max}$) дискретно, последовательно, в порядке возрастания устанавливаются точки давления с интенсивностью не менее 5 точек на декаду. В соответствии с пунктом 6.5.7 МИ 140-89 калибровка осуществляется в статическом режиме (допускается при калибровке вакуумметров, не влияющих на состав газа).

ПО ПК задает последовательность точек давления для установки БУ. БУ управляя регулируемым клапаном VF1 по показаниям контрольного вакуумметра P2, последовательно устанавливает контролируемые точки давления и отправляет показания вакуумметров P1 и P2 в ПО ПК для протоколирования.

В процессе калибровки ПО, путем подачи команды через БУ, устанавливает последовательно требуемые точки давления и снимает показания с контрольного и калибруемого вакуумметра, без обработки записывая показания в таблицу, общий вид которой показан в таблице 1.

Таблица 1. Общий вид протокола калибровки.

Время	$P_{\text{контр}}$, Па	$P_{\text{калиб}}$, Па
16:13:10	10.0	11.0
16:13:40	20.0	22.0
16:14:10	30.0	34.0
16:14:50	40.0	42.0
16:15:10	50.0	52.0

Так как никаких математических операций с показаниями от контрольного и калибруемого вакуумметров не проводится (метрологически значимые функции и параметров ПО отсутствуют), то ПО не вносит дополнительной погрешности при протоколировании показаний.

В качестве контрольных вакуумметров могут быть использованы приборы:

- Баратрон
- МИДА

Список возможных калибруемых приборов:

- Leybold CERAVAC CTR100 (контроллер Graphix)
- Inficon..

Таким образом, предложенная модернизация программно-аппаратного комплекса для калибровки вакуумметров, позволяет снизить трудоемкость процедуры поверки, минимизировать влияние «человеческого фактора», увеличить производительность труда поверителя, освободить его время для качественного анализа данных калибровки. Надо сказать, что производительность труда поверителя зависит и от того, насколько быстро и эффективно он освоит свою профессию. Приобретают большое значение эффективные программные обеспечения в качестве тренажеров. Во второй части статьи предлагаем рассмотреть вариант ПО для обучения процедуре поверки вакуумметров, разработанному в отделе государственных эталонов в области измерения давления совместно с отделом подготовки кадров высшей квалификации и образовательных технологий ФГУП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева.

3. Использование программного обеспечения в процессе обучения поверителей

В процессе подготовки поверителей, для успешного закрепления теоретических знаний требуются практические навыки калибровки и поверки вакуумметров. Ввиду сложности и дороговизны оборудования, применяемого при калибровке вакуумметров, допуск неподготовленных специалистов к данному оборудованию и приборам не желателен. В связи с этим было разработано программное обеспечение, которое позволяет обучить будущих поверителей некоторым навыкам необходимым для калибровки и поверки вакуумметром, а также проверить их теоретические знания. Также, данный виртуальный способ обучения важен при дистанционных формах обучения, когда обучаемый не может присутствовать на практическом занятии.

ПО реализовано в виде приложения «Поверка SVM-211 v.1.0» для персонального компьютера (ПК), внешний вид главного окна приложения показан на рисунке 4.

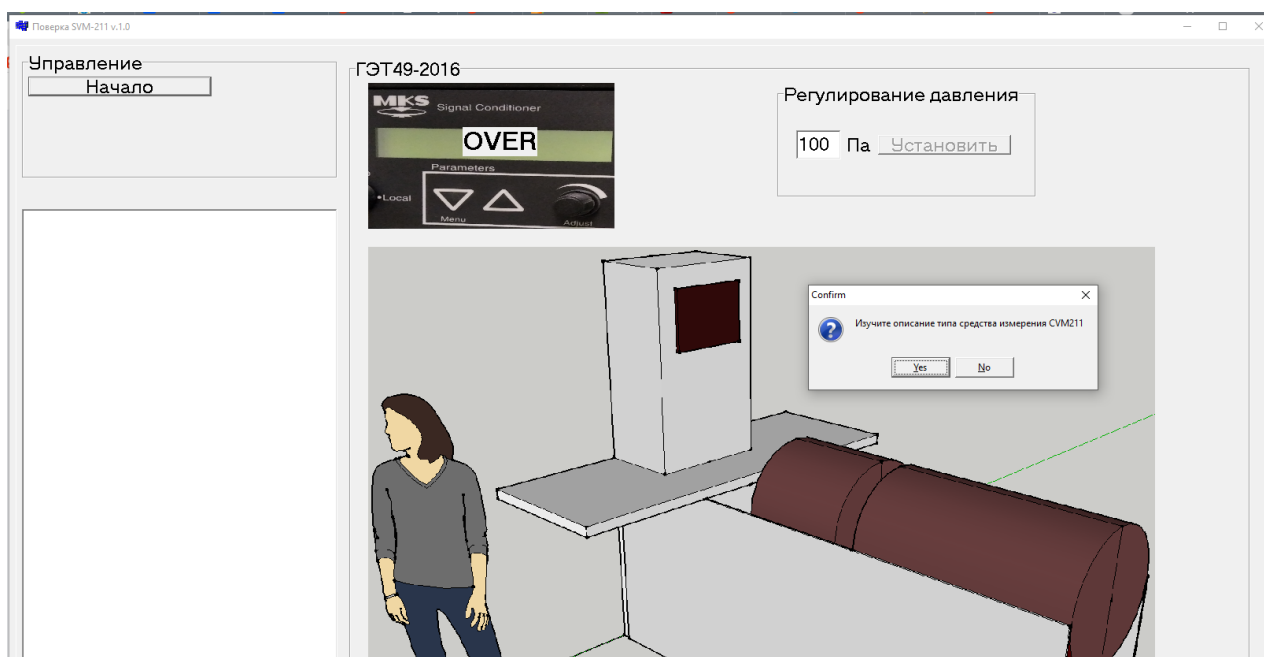


Рисунок 4. Главное окно приложения.

В начале работы приложение предлагает обучаемому ознакомиться с описанием типа вакуумметра SVM-211 [3] и методикой поверки [2].

Затем в приложении проверяются действия обучаемого при поверке вакуумметра, обучаемому предлагается:

- установить факт механической целостности СИ;
- установить факт комплектности поступившего на поверку средства измерения (СИ);
- инициировать откачку давления в измерительной камере виртуальной вакуумметрической установки до предельного остаточного давления.

При установлении факта отсутствия механических повреждений СИ приложение в случайном порядке показывает либо поврежденное при транспортировке СИ, либо целое (рисунок 5).

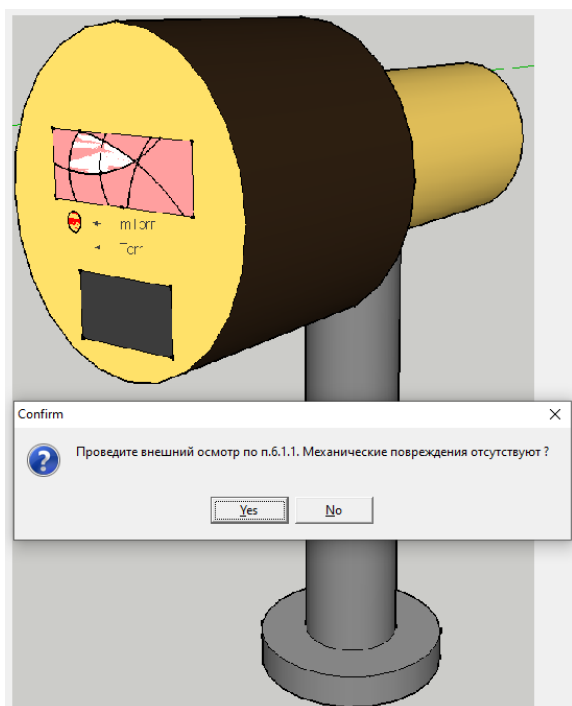


Рисунок 5. Проверка на отсутствие механических повреждений СИ.

При осмотре СИ обучаемый не должен допустить СИ с механическими повреждениями к дальнейшей проверке, иначе ему будет засчитана ошибка.

При установлении факта комплектности СИ приложение в случайном порядке показывает либо комплектное СИ, либо некомплектное (рисунок 6).

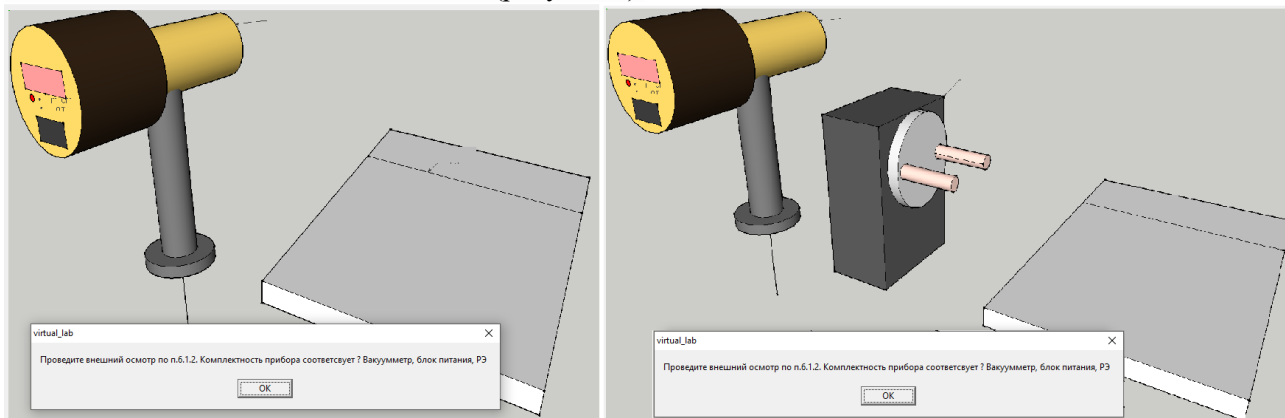


Рисунок 6. Проверка комплектности СИ.

При некомплектности СИ обучаемый должен прекратить процедуру поверки, иначе ему засчитывается ошибка.

После откачки измерительной камеры вакуумметрической установки обучаемому предлагается поочередно установить требуемые для проведения поверки точки давления и снять показания эталонного и поверяемого вакуумметров, рассчитать полученную погрешность поверяемого СИ и сделать вывод о том прошел ли он поверку.

4. Выводы

Подводя итоги, еще раз подчеркнем, что алгоритм модернизации программно-аппаратного комплекса для автоматизации процесса калибровки вакуумметров, предложенной в отделе государственных эталонов в области измерения давления ФГУП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева позволяет снижать трудоемкость процедуры поверки, минимизировать влияние «человеческого фактора», увеличивать производительность труда поверителя, освободить его время для качественного анализа данных

калибровки. А предлагаемое программное обеспечение выступает как тренажер обучения процедуре поверки вакуумметров, что позволяет значительно улучшить качество обучения поверителей и с меньшими затратами.

Список литературы

- [1] МИ 140-89. Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Вакуумметры [Текст]. - Взамен МИ 140-77; введ. 1989-07-01. - М.: НПО «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», 1988.
- [2] ГОСТ 2.796-95. Единая система конструкторской документации. Обозначения условные графические в схемах. Элементы вакуумных систем [Текст]. - Взамен ГОСТ 2.796-81; введ. 1997-01-01. - М.: Изд-во стандартов, 1995.
- [3] Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Вакуумметры тепловые CVG101, CVM201, CVM211 регистрационный номер 51328-12. Описание типа средства измерений.

Некоторые особенности разработки деформационно-частотного вакуумметра для измерения низкого абсолютного давления

Р Э Кувандыков и А А Чернышенко

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», 190005, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: ruskuw@mail.ru, vacuum@vniim.ru

Аннотация. В статье показано, какие задачи ставились при разработке деформационно-частотного вакуумметра, предназначенного для измерения низкого абсолютного давления. Приведены расчеты параметров частотного элемента, которые позволили создать конкурентоспособный и недорогой прибор.

Необходимость разработки вакуумметра для области низких абсолютных давлений в диапазоне 10^{-10} - 10^{-3} Па обусловлена тем, что измерения давления в этом диапазоне являются базовыми для широкой области вакуумных технологий. Мы уже подчеркивали, что значение этих измерений велико для ряда отраслей промышленности, связанных с применением вакуума в технологических процессах и повышением требований к качеству выпускаемых изделий [1]. Особенно значимы вакуумные измерения в атомной, авиакосмической, электронной промышленности, в металлургии и других высокотехнологичных отраслях. В связи с этим расширяется парк средств измерений низких абсолютных давлений газа (вакуума). Так в последние годы на рынке Российской Федерации появился целый ряд различных типов прецизионных средств измерений низких абсолютных давлений нового поколения, в основном, к сожалению, зарубежного производства [2; 3]. Прежде всего, это различного типа высокоточные вакуумметры и вакуумметрические установки. К ним относятся деформационные, вязкостные, тепловые и некоторые другие типы вакуумметров, а также различные вакуумметрические установки, для метрологического обеспечения которых требуется совершенствование эталонной базы. Не подлежит сомнению, что её модернизация является сегодня актуальной задачей. Именно для их решения на базе ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» ведется комплекс работ по созданию отечественных конкурентоспособных вакуумметров, которые соответствовали бы, кроме всего прочего, таким требованиям, как компактность размеров первичного измерительного преобразователя; собирались из комплектующих отечественного производства; имели бы невысокую рыночную стоимость.

Остановимся на параметрах первичного измерительного преобразователя (далее преобразователя). Разработанный для деформационно-частотного вакуумметра [4], преобразователь является механической колебательной системой и представляет собой три плоские параллельные пластины (две жестко закрепленные и одна подвижная между ними), расположенные с зазором. С помощью балок подвески подвижная пластина (далее ПП) крепится к неподвижной раме. ПП может перемещаться в направлении перпендикулярном плоскости пластины (одна степень свободы). В поперечном разрезе конструкция преобразователя изображена на рисунке 1.

На поперечном разрезе преобразователя подвижная проводящая пластина обозначена цифрой 1, рама 2, упругие подвесы ПП с общим коэффициентом упругости равным G_m 3, электроды 4, канал напуска газа 5, измерительные газовые зазоры 6, пластины из диэлектрического материала 7.

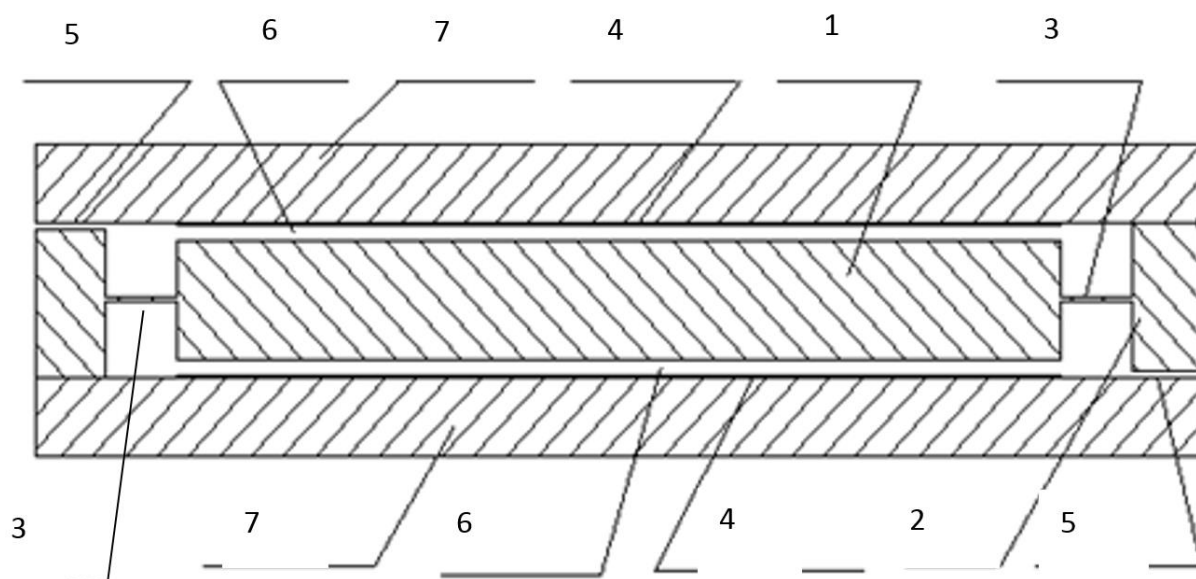


Рисунок 1. Поперечный разрез преобразователя.

При гармонических автоколебаниях ПП массой m и смещении ПП от среднего положения $x(t)=a \cdot \sin(\omega t)$, при отсутствии газа в измерительных газовых зазорах ($P \approx 0$ - давление газа P на 2-3 порядка меньше нижнего предела измерения вакуумметра), движение ПП будет описываться уравнением (1) гармонического осциллятора с одной степенью свободы [5]:

$$x'' + \omega x = 0, \quad (1)$$

где ω – собственная циклическая частота колебаний ПП равная квадратному корню отношения коэффициента упругости механического подвеса к массе ПП:

$$\omega = \omega_m = \sqrt{\frac{G_m}{m}}.$$

В присутствии газа в измерительных газовых зазорах ($P > 0$) при гармонических автоколебаниях ПП происходит изменение объемов измерительных газовых зазоров, и по закону Бойля-Мариотта, изменяется давление газа в них, то есть появляется коэффициент упругости измерительных газовых зазоров (отношение силы, действующей на ПП со стороны газа к изменению величины зазора).

На рисунке 2 показаны размеры преобразователя.

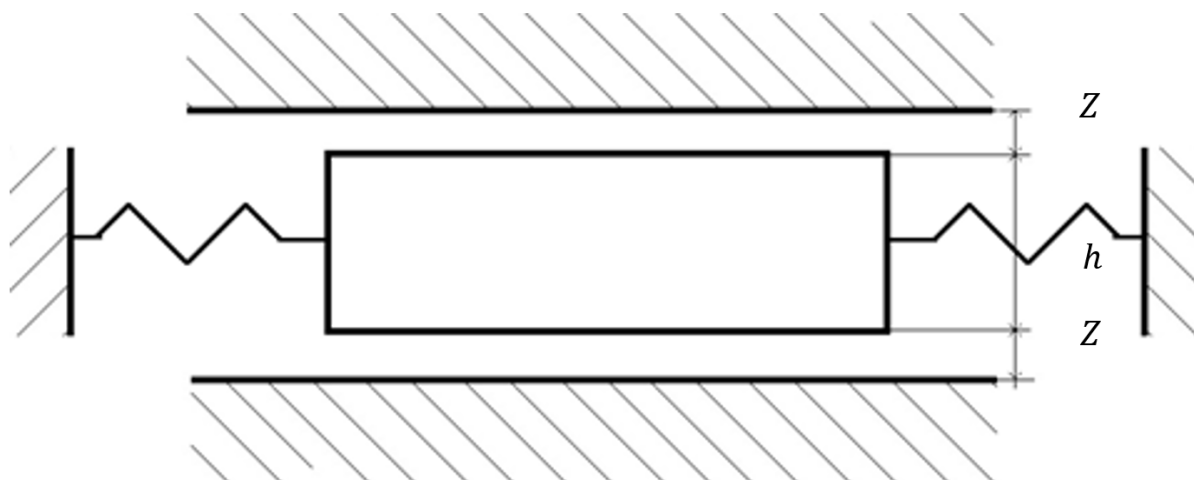


Рисунок 2. Размеры преобразователя, где h – толщина пластины, Z – исходное значение величин газовых зазоров.

Как показано в [6], коэффициент упругости газовых зазоров при давлении газа P и площади ПП S определяется по формуле:

$$G_r = \frac{2PS}{Z}. \quad (2)$$

Таким образом при наличии газа в зазорах между ПП и электродами собственная циклическая частота будет определяться по формуле:

$$\omega = \sqrt{\frac{G_M + G_r}{m}}. \quad (3)$$

Учитывая, что $\omega = 2\pi f$, где f – собственная частота колебаний ПП, $\omega = 2\pi f_M$, получим уравнение измерений:

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

где $K = 2\pi^2 \rho h Z$ – коэффициент преобразования.

Принцип работы такого преобразователя заключается в преобразовании величины измеряемого абсолютного давления газа в значение собственной частоты колебаний ПП.

При отклонении ПП от среднего положения на величину x , со стороны газа на ПП действует сила F_r , определяемая по формуле:

$$F_r = PS \left(\frac{Z}{Z - x} - \frac{Z}{Z + x} \right). \quad (5)$$

В первом приближении примем, что смещение ПП от среднего положения относительно толщины газового зазора незначительно и составляет $x = 0,01Z$, тогда формула (5) примет вид:

$$F_r = PS \left(\frac{1}{1 - 0,01} - \frac{1}{1 + 0,01} \right) \approx 0,02PS. \quad (6)$$

Как следует из полученной формулы, сила F_r пропорциональна давлению. При высоких давлениях сила F_r может увеличиться настолько, что электростатический привод не сможет переместить и удержать ПП. К данной силе F_r необходимо добавить механическую силу со стороны подвеса пластины, однако она на несколько порядков меньше F_r при высоких давлениях, поэтому в расчетах это учитывать не будем. Для расчета электростатической силы нужно знать величину электрического напряжения между ПП и электродом, а также зависимость изменения емкости от перемещения. Емкость плоского конденсатора, обкладки которого образованы ПП и плоским электродом, без учета краевых эффектов определяется формулой:

$$C(Z) = \frac{\varepsilon \varepsilon_0 S}{Z}, \quad (7)$$

где ε – относительная диэлектрическая проницаемость равная 1 для вакуума и воздуха; ε_0 – электрическая постоянная, равная 8,85 пФ/м.

Энергия электростатического поля такого конденсатора определяется по формуле:

$$E = \frac{CU^2}{2} = \frac{\varepsilon \varepsilon_0 S U^2}{2Z}, \quad (8)$$

где U – постоянное электрическое напряжение между ПП и электродом.

Электростатическая сила определяется как дифференциал энергии формулой [7]:

$$F_e = \frac{dE}{dZ}. \quad (9)$$

Модуль электростатической силы определяется по формуле:

$$F_e = \frac{U^2 \varepsilon \varepsilon_0 S}{2Z^2}. \quad (10)$$

Электростатическая сила должна быть больше силы действующей на ПП со стороны газа, как указано в неравенстве:

$$F_e > F_r. \quad (11)$$

С учетом формул (6) и (10) можно записать неравенство:

$$\frac{U^2 \varepsilon \varepsilon_0 S}{2Z^2} > 0,02PS. \quad (12)$$

Сократив множитель S в левой и правой части неравенства, приняв $P=1000$ Па (верхний диапазон измерений) и ограничив величину постоянного электрического напряжения между ПП и электродом $U=10$ В, получим, что толщина газового зазора: $Z < 5$ мкм. По согласованию с предприятием-изготовителем было выбрано значение толщин газовых зазоров $Z=3$ мкм. При колебаниях ПП некоторая часть газа может вытекать из газового зазора между ПП и электродами или втекать в него через боковые грани газового зазора (рисунок 3).

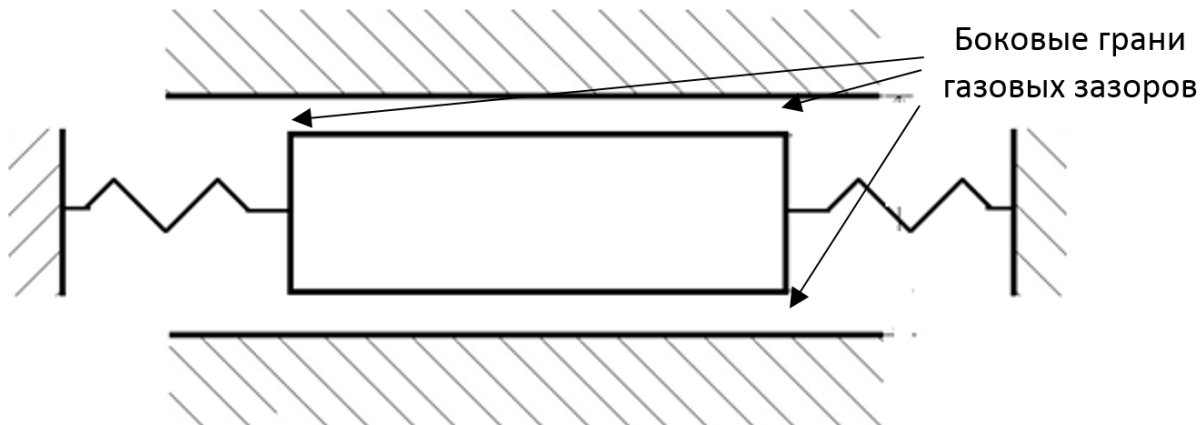


Рисунок 3. Расположение боковых граней газового зазора.

Перетекание газа при колебаниях ПП нарушает возможность применения закона Бойля-Мариотта при расчете коэффициента преобразования K по формуле (4). Выполним оценку утечек газа через боковые грани газовых зазоров при колебаниях ПП. Газовый зазор ограничен размерами ПП a и толщиной Z .

Площадь боковых граней параллелепипеда, описывающего газовый зазор квадратной формы можно рассчитать по формуле:

$$S_{\sigma} = 4aZ. \quad (13)$$

Общая площадь поверхности параллелепипеда, описывающего газовый зазор, определяется по формуле:

$$S_n = 2a^2 + S_{\sigma}. \quad (14)$$

Отношение площади боковых граней к общей площади поверхности газового зазора можно выразить формулой:

$$\frac{S_{\delta}}{S_n} = \frac{S_{\delta}}{2a^2 + S_{\delta}}. \quad (15)$$

Для обеспечения малой величины утечки газа через боковые грани газового зазора должно выполняться условие $S_{\delta} < S_n$ или $S_{\delta} < 0,015 S_n$ таким образом можем записать неравенства (16), (17), (18) и (19):

$$S_{\delta} < 0,01(2a^2 + S_{\delta}), \quad (16)$$

$$0,99S_{\delta} < 0,02a^2, \quad (17)$$

$$0,99 \cdot 4aZ < 0,02a^2, \quad (18)$$

$$a > 200Z. \quad (19)$$

Для уменьшения влияния утечки газа через боковые грани газового зазора на чувствительность деформационно-частотного вакуумметра должно выполняться условие: $a > 200Z$. Учитывая, что $Z = 3$ мкм, найдем что: $a > 0.6$ мм.

Учитывая формулы (2) и (3) и исходя из того, что $C_M < C_T$ в первом приближении ω^2 будем определять по формуле:

$$\omega^2 = \frac{G_T}{m} = \frac{2PS}{Zm} = \frac{2PS}{Z\rho hS} = \frac{2P}{Z\rho h}. \quad (20)$$

Учитывая, что $\omega = 2\pi f = \frac{2\pi}{T}$, где T – период колебания ПП, можно записать уравнения:

$$\frac{4\pi^2}{T^2} = \frac{2P}{Z\rho h}, \quad (21)$$

$$T^2 = 4\pi^2 \frac{Z\rho h}{2P} = \frac{2\pi^2 Z\rho h}{P}. \quad (22)$$

Для выполнения условия малости утечек газа через боковые грани измерительного газового зазора при колебаниях ПП, период колебаний должен быть меньше 1 миллисекунды: $T < 10^{-3}$, тогда $T^2 < 10^{-6}$. Тогда можно записать неравенства:

$$\frac{2\pi^2 Z\rho h}{P} < 10^{-6}, \quad (23)$$

$$h < 10^{-6} \frac{P}{2\pi^2 Z\rho}. \quad (24)$$

Учитывая, что нижний диапазон измерения вакуумметра составляет $P = 10$ Па, получим, что $h < 90$ мкм.

Основываясь на результатах исследования, приведенного выше, и по согласованию с предприятием-изготовителем были утверждены параметры для изготовления преобразователя, приведенные в таблице 1.

Таблица 1. Параметры преобразователя.

Наименование характеристики	Значение
Размер ПП а, м	$0.9 \cdot 10^{-3}$
Толщина газового зазора Z, мкм	3
Толщина ПП h, м	$75 \cdot 10^{-6}$

На рисунке 4 приводится фото внешнего вида преобразователя для деформационно-частотного вакуумметра, изготовленного по технологии микро-электромеханических систем [8].

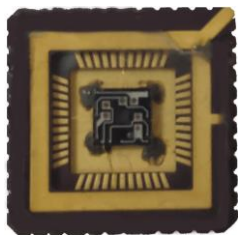


Рисунок 4. Преобразователь абсолютного давления.

Таким образом, в ходе разработки деформационно-частотного вакуумметра для измерения низкого абсолютного давления нам удалось создать вполне конкурентноспособный и недорогой прибор, пригодный к сертификации и серийному выпуску для использования и в лабораторных условиях, и в промышленности. Это стало возможно именно благодаря компактности размеров преобразователей и использованию комплектующих отечественного производства.

Список литературы

- [1] Чернышенко А А 2020 Теоретические и практические вопросы разработки эталона для поверки и калибровки мер потока газа в вакууме (СПб.: Редакция «Парадигма»)
- [2] Antsukova A I, Gorobei V N, Pimenova A A and Chernyshenko A A 2018 Tests of modern vacuum gauges for type approval for the last 10 years IOP Conference Series: Materials Science and Engineering **387**
- [3] Чернышенко А А 2019 Современное состояние и перспективы развития эталонной базы в области измерений низких абсолютных давлений и вакуума Труды 26-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2019», ред. Д К Кострин и С А Марцынюков (СПб. : Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ») сс 59-63
- [4] Горобей В Н, Гаршин А Я и Кувандыков Р Э 2017 Резонансный вакуумметрический преобразователь, созданный по технологии МЭМС Труды 24-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2017» (СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ») сс 45-50
- [5] Андронов А А, Витт А А 1991 Теория колебаний (М.: Наука) с 64
- [6] Гаршин А Я, Горобей В Н и Кувандыков Р Э 2018 К расчету уравнения измерений МЭМС вакуумметрического преобразователя Труды 25-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2018» (СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ») сс 125-7
- [7] Ландау Л Д 1982 Теоретическая физика. Электродинамика сплошных сред (М. : Наука) с 156
- [8] Горобей В Н, Конаков С М, Кувандыков Р Э, Попова И В и Тетерук Р А 2018 Технология изготовления микромеханического преобразователя низкого абсолютного давления, Труды 25-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2018» (СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ») сс 128-131

Криовакуумный стенд для испытаний грунтозаборных механизмов, предназначенных для функционирования на поверхностях Луны и других планет Солнечной системы

В М Папко, А С Козырев, А Г Ильин, В И Третьяков, М Л Литвак, А Носов и В Яковлев

¹ Институт космических исследований РАН, 117997, Москва, Россия

vparko@mail.ru

1. Введение

Целью настоящего проекта является разработка, изготовление и испытания универсального криовакуумного стенда, предназначенного для термовакуумных исследований различных механизмов и устройств при их взаимодействии с реголитом при криогенных температурах, имитирующих условия открытого космического пространства на поверхности Луны и других планет Солнечной системы.

Стенд создан для исследования процессов и устройств отбора грунта на различных модельных образцах реголита при его различных степенях влажности и температуры с целью:

- отработки способов и методики подготовки образца реголита к изучению взаимодействия с устройствами грунтозаборного механизма в условиях, имитирующих поверхность Луны и других планет Солнечной системы;
- исследования работоспособности узлов грунтозаборных механизмов в открытом космическом пространстве при их взаимодействии с реголитом;
- изучения поведения образцов реголита при его перемещении и характера образования углублений при вскрытии верхних слоев образца реголита в зависимости от его влажности;
- исследования работоспособности различных приборов и устройств, предназначенных для прямых измерений свойств реголита (температура, диэлектрическая проницаемость, состав, теплопроводность).

2. Способ подготовки образца реголита для испытаний и поддержание заданных параметров образца в процессе испытаний

Исследуемые образцы реголита могут быть в твердом и сыпучем состоянии, при температурах в диапазоне от 100 до 150 К и с различным содержанием воды от долей до 12 процентов. В процессе вакуумирования потери воды в реголите не должны превышать 1% от первоначального значения влажности образца.

Основная проблема при подготовке реголита к испытаниям в вакууме связана с сохранением при вакуумировании камеры с образцом заданного процентного содержания воды в образце, а также охлаждение образца до заданной температуры и ее поддержание в процессе испытаний.

Для сохранения в образце подготовленного уровня влажности его следует предварительно охладить до заданной температуры при атмосферном давлении в камере.

Охлаждение образца при атмосферном давлении, приведет к нежелательному интенсивному обмерзанию корпуса вакуумной камеры снаружи, а также образованию криоосадка на внутренних поверхностях камеры и расположенных в камере устройствах.

Для исключения эффекта намораживания конденсата на внешней поверхности камеры следует поместить термоизоляцию между наружным корпусом вакуумной камеры и внутренней охлаждаемой средой вакуумной камеры. Для исключения образования конденсата на внутренних поверхностях камеры, перед захолаживанием образца заменить в камере влажный атмосферный воздух «сухим» газом.

Для имитации условий теплообмена между исследуемым устройством и открытым космическим пространством, а также поверхностью образца реголита, необходимо во первых, исключить теплоотвод с исследуемого объекта и образца реголита путем конвективного теплообмена и

теплопроводности газовой среды и во вторых, обеспечить радиационный поток тепла соизмеримый с потоком тепла в открытое космическое пространство от исследуемого устройства на расположенные в камере охлаждаемые экраны.

Для обеспечения первого условия достаточно снизить давление газовой среды в камере до значений ниже 1×10^{-2} Па. Второе условие, с некоторым допущением, может быть обеспечено, если в камере вокруг исследуемого объекта разместить охлаждаемые до 80 К экраны с коэффициентом черноты не ниже 0,96.

Температура образца реголита в диапазоне от 80 до 150 К регулируется за счет подачи в сосуд криоконтейнера либо жидкого азота, либо его подогретых паров.

3. Конструкция криовакуумного стенда КВС

Для реализации предложенного способа создан криовакуумный стенд КВС в состав которого входит криовакуумная камера КВК (рисунок 1).

3.1. Криовакуумная камера КВК

Вакуумная камера цилиндрической формы с вертикально расположенной осью состоит из верхней камеры Ду 815, образующей технологический объем п.1, и нижней части Ду 600, криоконтейнера п.2, с размещенным в нем макетом реголита.

На верхнем торце камеры подвешен жидкоазотный заливной экран п.12 криоконденсационного насоса емкостью 530 м³. Поверхность экрана, обращенная во внутренний объем камеры, имеет покрытие с коэффициентом черноты не менее 0,96.

Криоконтейнер расположен в нижней части камеры и представляет собой цилиндрический корпус, в котором размещен криососуд п.15 диаметром 500 мм и глубиной 520 мм. Криососуд выполнен из двух коаксиально расположенных цилиндров, образующих холодильное пространство, заполняемое хладагентом.

В нижней части корпуса криоконтейнера установлен клапан п.19 типа CF 10 для подачи «сухого» азота из жидкой фазы при продувке внутреннего объема камеры.

Корпуса технологического объема камеры, криоконтейнера, переходника и верхнего торцевого фланца камеры имеют двойные стенки. Пространство между стенками вакуумируется, обеспечивая теплоизоляцию между внутренним пространством камеры и наружной стенкой. Уплотнение технологического корпуса камеры осуществляется с помощью двух кольцевых эластомерных уплотнений с откачкой пространства расположенного между ними. Пространство между кольцевыми прокладками соединено с теплозащитным пространством двойных стенок камеры специальными отверстиями, расположенными равномерно по окружности фланца. В результате образуется единое теплозащитное пространство между уплотнителями, стенками камеры, верхнего фланца камеры и переходника, откачиваемое через общий высоковакуумный клапан. Стенки камеры и криоконтейнера, жидкоазотный экран и сосуд криоконтейнера выполнены из нержавеющей зеркальной стали ГОСТ 19904-90.

Измерение давления на различных участках вакуумной системы осуществляется с помощью датчиков вакуумметров APL100 –XLC п.25 и WRG –S п.26.

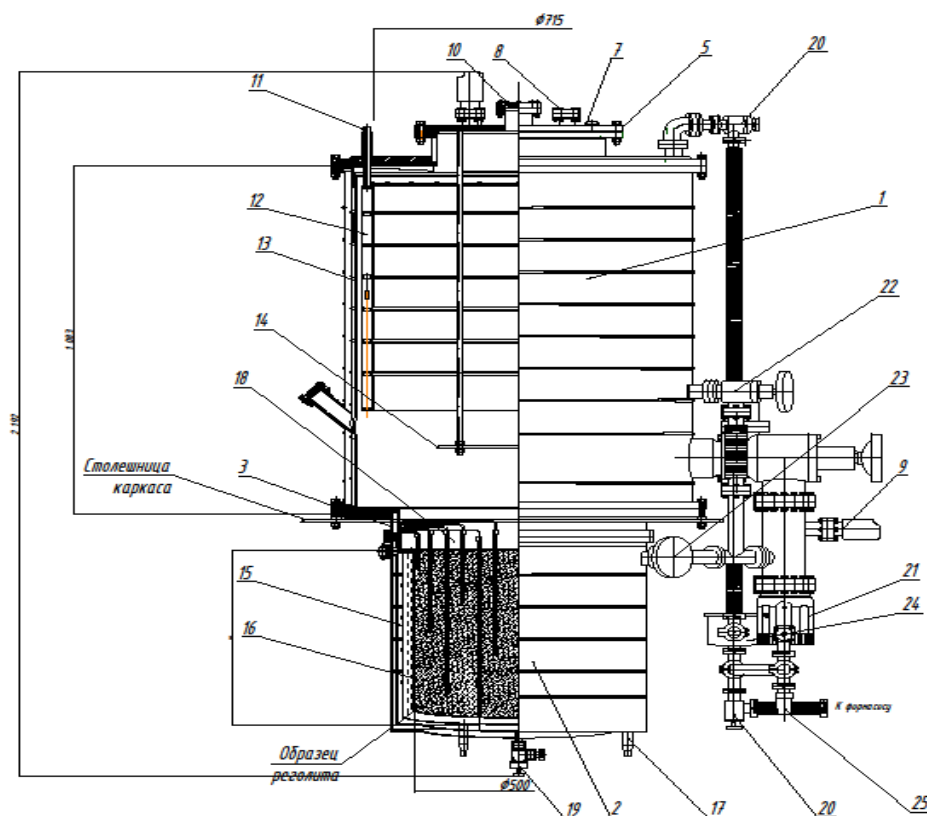


Рисунок 1. Криовакуумная камера КВК.

3.2. Результаты предварительных испытаний КВС

Предварительные испытания вакуумной камеры осуществлялись параллельно с наладкой камеры на стенде ИКИ после изготовления на предприятии «ВакЭто». В ИКИ камера поступила в герметизированном состоянии без криоконтейнера после трехдневной откачки, которая производилась в течение 3-х суток по одной 8-ми часовой смене каждый день. Перед разгерметизацией камеры она была заполнена «сухим» газообразным азотом, полученным из жидкой фазы.

После проведения операций по устранению течей произведена 108 часовая высоковакуумная откачка камеры до стабилизации фонового газовыделения, которая проводилась ежедневными циклами различной протяженности с сохранением жидкого азота в сосудах криоконденсационного насоса и сосуде криоконтейнера. Удалось снизить потоки газовыделения газов, не конденсируемых при температуре жидкого азота до 1×10^{-7} Вт. Минимальное давление в камере снизилось до 6×10^{-5} Па. Суммарное фоновое газовыделение камеры соответствовало 3×10^{-5} Вт. Полученные фоновые потоки газовыделения обеспечивали давление в камере при перекрытой откачке не выше 1×10^{-2} Па в течение более 16 часов, т.е. времени соответствующего 2-м рабочим сменам.

Доля паров воды и молекул газа, конденсирующихся при температуре жидкого азота и имеющих равновесное давление ниже 10^{-5} Па в фоновом потоке, составило более 99,7 %.

Исследования захлаживания макета реголита в криососуде камеры при атмосферном давлении «сухого» азота подтвердили возможность выполнения такой операции. При оптимальных режимах захлаживания время выхода реголита с влажностью 1,5 % на температурный уровень 150 К составляет около 2,5 часа. Аналог лунного грунта (ЛГА-1), использованный в испытаниях был разработан в ГЕОХИ РАН. Он имитирует основные параметры физико-механических свойств оригинального лунного грунта.

4. Основные принципы моделирования воздействия вакуума открытого космического пространства (ОКП) на функционирование узлов (КА)

Парадокс постановки вопроса о влиянии вакуума на процессы, протекающие при функционировании узлов и устройств КА в ОКП, заключается в том, что при разрежении окружающая среда теряет

контроль над этими процессами. Для примера рассмотрим несколько явлений, протекающих при функционировании узлов КА в ОКП.

4.1. Массопотери (испарение, сублимация) в вакууме

При постоянной температуре, в вакууме ОКП максимальные массопотери вещества имеют место в том случае, когда молекула, испарившись, не возвращается на поверхность испарения.

При моделировании процесса испарения вещества нет необходимости увеличивать быстроту откачки камеры имитатора по всем газам. Достаточно обеспечить разрежение, при котором длина свободного пробега всех молекул в объеме имитатора будет превышать его линейные размеры, а поверхности поглощения испаряющегося вещества обеспечивают невозврат испарившихся молекул.

4.2. Теплопередача в вакууме

Два из трех факторов теплопередачи в вакууме уменьшаются по мере разрежения газовой среды до 10^{-2} Па и практически перестают существовать. Остается лишь один вид - радиационная теплопередача. В ОКП этот механизм играет основную роль в поддержании теплового режима КА. Имитация подвода тепла со стороны космических тел создается с помощью специальных оптических источников тепла. Отвод тепла от КА обеспечивается с помощью охлаждаемых до 80 К экранов, располагаемых вокруг.

4.3. Фрикционное взаимодействие поверхностей в вакууме

При фрикционном взаимодействии поверхностей газовая среда принимает активное участие в процессе восстановления разрушаемых защитных окисных и сорбционных пленок. По мере увеличения разрежения активность среды снижается, теряя способность к восстановлению защитных пленок на поверхности трения. Давление, при котором газовая среда не восстанавливает защитную пленку за время между двумя последовательными контактами поверхностей, названо критическим (P_c) [3]. Дальнейшее снижение давления окружающей среды ниже P_c не приведет к изменению фрикционного механизма. Для определения значения P_c применительно к шарикоподшипнику используется нижеприведенная зависимость [3]:

$$P_c = 9,5 \cdot 10^{-11} \frac{\lambda \cdot z \cdot (n_e - n_i) \cdot \sqrt{mT(1-\xi)}}{\alpha}, \text{ Па} \quad (1)$$

где λ – коэффициент шероховатости; z – количество шариков; $n_e(n_i)$ – частота вращения наружного (внутреннего) кольца шарикоподшипника, об/мин; m – молекулярный вес газа; T – температура газа, К; $\xi = d_{ш}/D_o$, где D_o – диаметр окружности, проходящей через центр шариков; α – коэффициент прилипания молекул.

Предельное давление, зафиксированное в КВК при откачке турбомолекулярным и криоконденсационным насосами, составило $6,2 \cdot 10^{-5}$ Па.

Это давление будет соответствовать критическому при частоте вращения шарикоподшипника габаритом $5 \times 13 \times 4$ мм с частотой 75 об/мин. Увеличение частоты вращения подшипника будет сопровождаться увеличением значения P_c . Например, при частотах вращения кольца подшипника 1×10^4 об/мин, значение P_c возрастет до $5,5 \cdot 10^{-3}$ Па.

5. О выборе критического давления газовой среды при моделировании воздействия вакуума ОКП

При моделировании воздействия вакуума открытого космического пространства (ОКП) на испытуемые узлы космической аппаратуры (КА) нет необходимости создавать в вакуумной камере имитатора сверхнизкое давление, например 10^{-10} Па, соответствующее давлению над Лунной поверхностью в ночное время [1]. При выборе параметров моделирования на начальном этапе следует руководствоваться рекомендациями [2]. Практически все процессы, протекающие в КА ОКП могут моделироваться при давлении достижимом в КВК.

6. Выводы

Коллектив авторов настоящей работы выражает благодарность за финансовую поддержку ведущим Темы ОСВОЕНИЕ, № АААА-А18-118012290370-6 Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Список литературы

- [1] Нусинов М Д 1982 Воздействие и моделирование космического вакуума. *Машиностроение* с. 49
- [2] Нусинов М Д 1987 Влияние космического вакуума на материалы и устройства научной аппаратуры. *Машиностроение* с.176
- [3] Папко В М 1973 Влияние вакуума на работоспособность подшипников качения. *Труды Всесоюзного научно-исследовательского конструкторско-технологического института подшипниковой промышленности* №4 с.76.

Экспериментальная эксплуатация турбомолекулярного насоса VEGA PROvac 1500 в составе вакуумной камеры

А Ю Кочетков¹, В Л Братской¹, Н И Костецкий¹, В С Неверов², И А Ширяев² и С В Кобозев²

¹ АО «НПО им. С.А. Лавочкина», 141402, Химки, Россия

² Владимирский центр механической обработки, 600031, Владимир, Россия

E-mail: kochetkov@laspase.ru

Аннотация. В статье представлены результаты экспериментальной эксплуатации турбомолекулярного насоса в составе экспериментальной вакуумной камеры.

1. Введение

В статье рассматривается вопрос об опытной эксплуатации предсерийного образца турбомолекулярного насоса (ТМН) VEGA PROvac 1500 в составе вакуумной камеры. Данный насос прошёл полный цикл заводских испытаний, но для получения статистики по работе в различных условиях эксплуатации необходимо проверить его работоспособность в реальных условиях. Он отличается главным образом системой управления и дополнительной системой измерения вибраций подшипникового узла. Система управления позволяет устанавливать частоту вращения ротора вручную, в диапазоне от 0 до 100%. Система измерения вибраций позволяет контролировать работу насоса при разгоне и рабочих оборотах. При возникновении повышенной вибрации насос может быть остановлен.

2. Испытательная установка

Испытательная установка представляет собой кубическую вакуумную камеру с размером 800 мм и объёмом 512 литров. Испытания насоса проводились без загрузки вакуумной камеры, но с установленным внутрикамерным оборудованием. Схема вакуумной камеры представлена на рисунке 1. В качестве рабочего, на ней установлен турбомолекулярный насос иностранного производства, на схеме обозначенный ТМН2. Также вакуумная камера оснащена насосом предварительной откачки (ВН1), производительностью 180 л/мин. В качестве датчиков давления Дв1 и Дв2 использованы ионизационный преобразователь ПМИ-2 и термопарный преобразователь ПМТ-2. В качестве вторичного прибора используется вакуумметр Мерадат ВИТ19-ИТ2. В силу конструктивных особенностей вакуумной камеры не было возможности воспользоваться производительностью насоса в полной мере, поэтому в данной статье отсутствует сравнение с штатным насосом меньшей производительности.

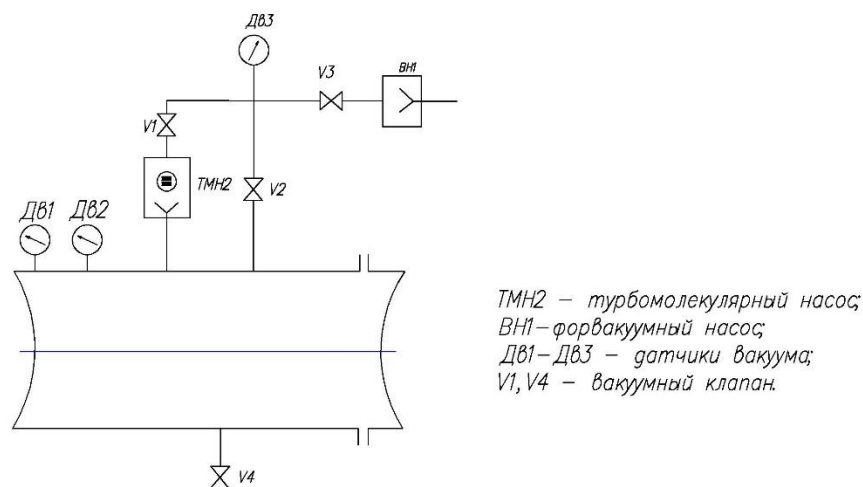


Рисунок 1. Схема вакуумной камеры.

3. Методика испытаний

Испытания проводились путём установки турбомолекулярного насоса на посадочное место вакуумной камеры. Поскольку штатный ТМН2 имеет присоединительный размер ISO160 ТМН VEGA PROvac 1500 устанавливался на вакуумную камеру через адаптер ISO160/ISO250.

В начале эксперимента производилась предварительная откачка вакуумной камеры механическим насосом. Далее, на давлении $2,5 \times 10^{-2}$ мм рт.ст. включался ТМН. Давление в вакуумной камере фиксировалось вакуумметром с частотой 1 раз в минуту. Откачка турбомолекулярным насосом производилась в течение нескольких часов. По истечении времени ТМН выключался.

4. Результаты эксперимента

В таблице 1 представлены некоторые технические характеристики ТМН VEGA PROvac 1500, также для сравнения представлены технические характеристики ТМН иностранного производства, сравнимой производительности.

Таблица 1

№ п/п	Наименование параметра	ТМН иностранного производства	VEGA PROvac 1500
1	Входной фланец насоса	ISO 250	DN 250-K
2	Быстрота действия по азоту, л/с	2000	1600
3	Предельное остаточное давление, мм рт.ст.	4×10^{-8}	1×10^{-8}
4	Степень сжатия	$> 1 \times 10^9 (N_2)$ $> 6 \times 10^3 (H_2)$	$> 1 \times 10^7 (N_2)$
5	Номинальная скорость вращения ротора, об/мин	24 000	24 000
6	Время выхода на рабочий режим, мин	< 8	6
7	Рабочая ориентация	любая	вертикальная
8	Подвеска ротора	керамические необслуживаемые подшипники с консистентной смазкой	подшипники качения гибридные с консистентной смазкой
9	Выходной фланец	KF50	KF40
10	Максимальное допустимое давление в форвакуумной линии, мм рт.ст	7×10^{-1}	5×10^{-1}

Продолжение таблицы 1.

№ п/п	Наименование параметра	ТМН иностранного производства	VEGA PROvac 1500
12	Охлаждение	водяное, возможно воздушное	воздушное, для напряжённых приложений водяное
13	Потребляемая мощность, Вт	< 750	< 700
14	Габаритные размеры: диаметр, высота	299х312	335х365
15	Масса, кг	32	45

Из представленных характеристик видно, что при равном входном сечении и частоте вращения ротора ТМН иностранного производства имеет производительность, большую на 25%. При этом предельное остаточное давление на входе обоих насосов без нагрузки составляет 1×10^{-8} мм рт.ст. Исходя из представленных характеристик ТМН иностранного производства должен превосходить VEGA PROvac 1500 по скорости выхода на заданное давление, а также по достижимому вакууму. В вакуумной камере, используемой в эксперименте, требуемое для технологического процесса давление составляет 1×10^{-4} мм рт. ст. Следовательно, в представленном эксперименте стояла задача достижения вакуума 1×10^{-4} мм рт. ст. К сожалению ТМН иностранного производства установить на вакуумную камеру не было возможности, поэтому на рисунке 2 представлена экспериментальная зависимость разряжения в вакуумной камере от времени только для ТМН VEGA PROvac 1500.

При включении ТМН остаточное давление в вакуумной камере составляло 2×10^{-2} мм рт.ст. Достижение остаточного давления 1×10^{-4} мм рт. ст. для ТМН составило 7 часов 20 минут.

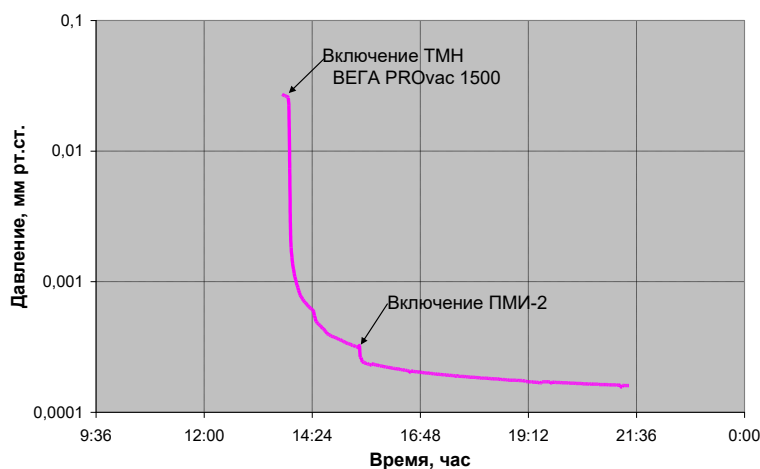


Рисунок 2.

При проведении испытаний была зафиксирована вибрация, которая превышала значения, показанные насосом на стенде при балансировке. Это безусловно связано со свойствами испытательной установки, имеющей собственные резонансные частоты. Впрочем уровень вибраций не превышал допустимый.

5. Выводы

При работе ТМН на реальной вакуумной установке существуют приложения, для которых высокие технические характеристики не играют решающую роль для решения поставленной задачи. При выборе конкретного насоса и вообще вакуумного оборудования необходимо руководствоваться другими, не менее важными соображениями, такими как: удобство и сроки гарантийного и послегарантийного обслуживания, доступность запасных частей, доступность консультаций разработчика. Очень важным фактором является санкционное давление.

Список литературы

- [1] Демихов К Е, Панфилов Ю В, Никулин Н К и др 2009 *Вакуумная техника: справочник/3-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 590 с., ил.*

Наземные комплексы летательных аппаратов

Д.Е. Алфимов

Общество с ограниченной ответственностью «НПО «Группа компаний машиностроения и приборостроения», 121357, Москва, Россия

E-mail: msk@gkmp32.com, gkmp@gkmp32.com

Аннотация. Создание комплексов наземной отработки тепловакуумных режимов космических аппаратов. Комплексные системы управления, контроля и регистрации результатов испытания летательных аппаратов и бортовой аппаратуры.

В современном мире изучение и освоение космического пространства является приоритетной, стратегической задачей государства. Летательные аппараты и технологические комплексы обеспечения должны отвечать высоким требованиям по качеству и стабильности работы на околоземной орбите как в автоматизированном, так и в автоматическом режимах. Для отработки сборочных единиц, узлов и изделий летательных аппаратов на отказ их производитель стремится провести испытания проконтролировать его работоспособность в условиях близких к реальным условиям эксплуатации изделия в целом, и чем крупнее будет сборочная единица, подвергнутая натурным испытаниям, тем надежней будет себя вести изделие в работе.

Для обеспечения натурности, достоверности и качества испытаний своих изделий, заводы изготовители космической техники и научно-исследовательские лаборатории, создают так называемые «Имитаторы космического пространства». Имитаторы космического пространства – это вид испытательного оборудования, представляющий из себя разновидность вакуумных объемов- камер, предназначенных для проведения испытаний и исследования изделий с использованием имитации солнечного излучения, инфракрасного излучения, в условиях глубокого вакуума и отрицательных температур. Конечно, же это наземные испытательные комплексы и к сожалению, они лишены одного физического фактора космического пространства, а именно – невесомости. Имитаторы космического пространства позволяют испытывать агрегаты и узлы космических аппаратов, спутников, систем и подсистем, пилотируемых и непилотируемых космических кораблей, элементы конструкций ступеней ракет-носителей, ракетные двигатели, электронику и т.д.

ООО НПО «ГКМП» имеет многолетний опыт сотрудничества с ведущими предприятиями и фирмами РФ, заинтересованными в использовании в своих технологических процессах имитаторов космического пространства. Так как испытательные, исследовательские комплексы такого типа являются единичными и индивидуальными для каждого производителя, то и подход к их созданию является сугубо индивидуальный. Начиная с разработки технического задания, основных расчетов, и технического проекта, где со специалистами Заказчика обговариваются все нюансы и тонкости технических параметров, которыми должен обладать исследовательский комплекс, создается рабочая конструкторская документация и изготавливается новое изделие. Опыт специалистов, технические и технологические наработки в проектировании изготовлении и гарантийном обслуживании таких комплексов позволяет ООО НПО «ГКМП» браться за любые задачи по созданию имитаторов космического пространства и выполнять их качественно и в срок.

Имитаторы космического пространства, в зависимости от конфигурации, могут иметь в своем составе различное оборудование и системы. Основными элементами являются:

- вакуумная камера;
- внутрикамерные платформы и технологическая оснастка;
- криогенная система и система азотообеспечения;
- излучатели тепловых потоков;
- излучатели световых потоков;
- коллиматор;

- фокальный узел;
- система управления комплексом и сбора данных.

В зависимости от конфигурации оборудования, имитаторы космического пространства позволяют оценить следующие параметры объектов испытаний:

- стойкость к низким и высоким температурам и циклическим воздействиям температуры в условиях вакуума;
- герметичность в условиях вакуума;
- точность позиционирования в процессе полета;
- стойкость к ультрафиолетовому и инфракрасному излучению.

Вакуумная камера - это основа испытательного комплекса. От ее габаритов, геометрии, надежности механических узлов, качества материалов из которого она изготовлена зависят возможности испытания в целом. К примеру, стенд СТВИ-2 предназначен для проведения оптико-физических измерений параметров аппаратуры в процессе создания и наземной экспериментальной отработки бортового оборудования, а также других оптико-электронных систем и комплексов в условиях имитации космического пространства. Полезный диаметр вакуумной камеры 5000 мм, высота 10000 мм (рисунок 1).

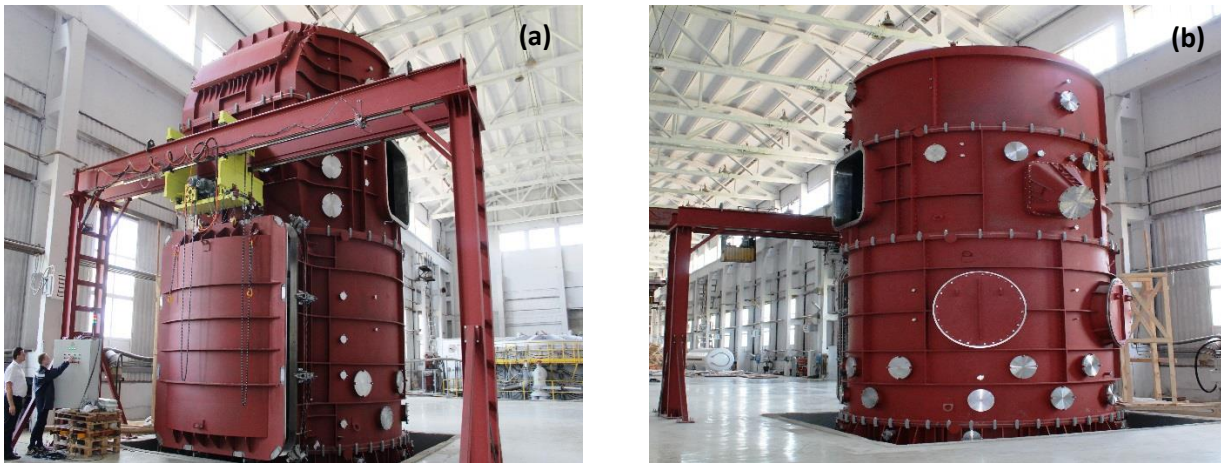


Рисунок 1. Стенд термовакuumных испытаний СТВИ (a) и (b).

Стоит отметить проект ТБК-110. Данная термовакuumная камера предназначена для дегазации изделий, изготовления сотовых панелей корпусов космических аппаратов (далее КА), проведения испытаний узлов и КА на герметичность (рисунок 2).



Рисунок 2. Термовакuumная камера ТБК-110 (c) и (d).

По размерам, конечно-же, камера должна быть приближена к испытываемому изделию. Технологические особенности, используемые ООО НПО «ГКМП» и принцип: «не изделие на станок, а станок на изделие...» позволяют изготавливать узлы камер и камеры практически любых размеров и геометрии (рисунок 3). Единственное ограничение в габарите составных частей камеры это максимальный габарит, разрешенный к провозу авто и ж/д транспортом. По геометрическим параметрам камеры зависят от веса испытываемого изделия и могут быть цилиндрические, прямоугольные, сборные из нескольких отсеков, вертикальные горизонтальные одно дверные, проходные, с вертикальной и фронтальной загрузкой. При изготовлении камер ООО НПО «ГКМП» имеет следующие преимущества:

- использование полированного материала для изготовления корпуса камеры ($Ra=0.8\ldots 1.2$ мкм) с толщиной листа до 30мм и толщиной фланцев 300 мм, сварные швы не хуже $Ra=2.5$ мкм;
- поузловое изготовление отдельных частей камеры, окончательная сборка и финишная обработка стыков и фланцев камеры на площадке Заказчика;
- возможность проведения технологической операции «отпуск», «старение» в вакуумной печи с габаритами садки диаметром 6500, высотой 4000 при температуре до 1250°C ;
- возможность проведения «Вибрационного отпуска» металлоконструкции готовой камеры с помощью механических вибраторов;
- 100% контроль сварных швов и уплотнений с помощью капиллярного, масспектрометрического, ультразвукового, рентгеновского контроля (по требованию заказчика);
- для гарантированного обеспечения герметичности при циклическом открывании -закрывании технологических дверей и люков камеры используется многорядное уплотнение фланцев с откачкой атмосферы между ними;
- автоматическое, точное и плавное открывание дверей, крышек и люков.



Рисунок 3. Вакуумная камера испытания ЭРД.

Следующий, один из основных параметров имитаторов космоса это вакуум. Для создания сверхнизкого вакуума (5×10^{-9} мм рт.ст) воздух откачивается каскадным способом. Первой ступенью откачки выступают механические насосы. На последующих ступенях вакуумирования используются ртутные или масляные диффузионные насосы и криогенные насосы, форвакуумные и турбомолекулярные насосы, способные поддерживать необходимый вакуум. Суммарная не герметичность обычно задается в пределах 45 л.мкм. рт. ст./с. ООО НПО «ГКМП» является дистрибьютором компании «Atlas Copco» и имеет возможность использовать современные средства обеспечения «качественным» вакуумом, системами управления вакуумированием и разгерметизации.

Собственная разработка и изготовление криогенной системы, крио емкостей, трубопроводов с экранно-вакуумной изоляцией, сепараторов, киноэкранов позволяет учесть все требования заказчиков, работать с температурами минус $190 \pm 5^{\circ}\text{C}$ и тепловой нагрузкой $1,5 \text{ кВт/м}^2$ и иметь следующие преимущества:

- за счет использования специальной схемы азотообеспечения и соответствующего оборудования имеется возможность рекуперации азота и его значительная экономия;

- собственное изготовление криоекостей и трубопроводов позволяет иметь минимальные участки без экранно-вакуумной изоляции;
- собственное изготовление криоэкранов позволяет изготавливать их сложной геометрической формы;
- применение специальных конструкций и технологии изготовления экранов уменьшает приток тепла от корпуса камеры до стенок экранов;
- схема обеспечения азотом позволяет работать без крионасосов;
- захлаживание камеры может проходить равномерно или по любому другому сценарию за счет автоматического управления клапанами.

Надежность и долговечность – это основные параметры излучателей тепловых потоков. Оптимальная, собственная конструкция тепловых излучателей, правильно подобранные материалы для их изготовления позволяют отвечать этим высоким требованиям. Использование современных комплектующих компонентов в реализации электрической схемы блоков питания гарантируют бесперебойную работу, удобство в эксплуатации и обслуживании оборудования в целом.

Система управления и сбора данных имитаторов космического пространства также является индивидуальной и самостоятельной системой для каждого комплекса.

Система управления реализовывает следующие функции:

- дистанционное и местное управление оборудованием;
- прием и первичную обработку значений технологических параметров и состояния оборудования;
- сбор и хранение полученной информации в базе данных;
- графическое отображение информации о выполнении технологического процесса и состоянии оборудования;
- формирования отчетных документов о ходе технологического процесса;
- протоколирование действий пользователя;
- аварийная сигнализация и управление тревожными сообщениями;
- обеспечение технологических защит;
- редактор для разработки человеко-машинного интерфейса;
- управление процессом проведения термовакuumными испытаниями;
- масштабируемость (наращивание системы);
- подвод мощности к световым и резистивным нагревательным элементам по 260 каналам до 2,5 кВт, переменным напряжением до 220 В;
- измерение температур на объекте исследования по 260 каналам измерения (термометры сопротивления). Погрешность измерения температуры должна составлять по каналу в целом не более $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$;
- измерение давления в камере по 2-м каналам с датчиков, установленных снаружи вакуумной камеры.

СУ обеспечивает управление процессами испытаний не менее чем с двух рабочих мест операторов, обеспечивает электроснабжением составные части систем и полностью безаварийный, безопасный режим испытаний, непрерывно производит самодиагностику с уведомлением оператора.

Импортозамещение СВВ вводов вращения в РФ

Д В Копытов, Д С Синельников и Е А Деулин
МГТУ им. Н.Э. Баумана, 105005, Москва, Россия

E-mail: deulin@bmstu.ru, dima.sds@mail.ru, trakdanil@gmail.com

Аннотация: Сверхвысоковакуумные механизмы привода каруселей, заслонок, перемещения объектов, в СВВ оборудовании, созданные в СССР сейчас устарели и требуют преобразования (импортозамещения) путём замены их уплотнений типа «клин-канавка» на международный стандарт типа Conflat. Представлены варианты СВВ вводов вращения импортозамещающие лучшие западные образцы. Произведён анализ процессов газообмена в парах трения механизмов позволяющий описывать и предсказывать катастрофические результаты износа пар трения СВВ механизмов.



Рисунок 1. Гамма вводов вращения.

В современном технологическом вакуумном оборудовании для реализации технологических процессов применяют различные вводы движения в вакуум, предназначенные для поворота заслонок, вращения каруселей, межпозиционного перемещения обрабатываемых изделий. Задача усложняется в установках термоядерного синтеза, сборки ФЭП, молекулярно-лучевой эпитаксии и т.д. требующих реализации указанных процессов в вакууме до 10^{-10} Па с помощью сверхвысоковакуумных (СВВ) вводов движения. Для решения поставленной задачи проф. Деулиным в СССР была разработана гамма СВВ вводов как вращательного, так и поступательного движения.

Недостатком всех разработанных СВВ вводов движения было использование устаревших к настоящему времени фланцев типа «клин-канавка» (рисунок 2) [1], не допускавших смены полярности соединяемых фланцев, с их заменой на фланцы типа Conflat (рисунок 3) [2] и решаемой авторами задачей был переход на международный стандарт фланца типа Conflat [2] безразличный к полярности их соединения.

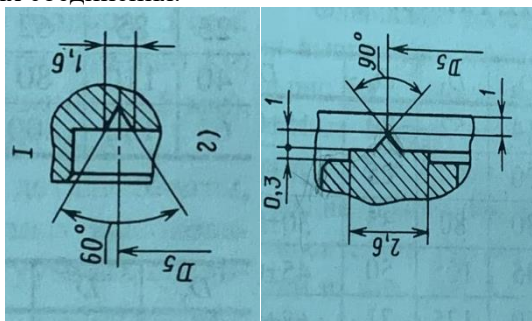


Рисунок 2. СВВ уплотнение типа «клин-канавка» СССР.

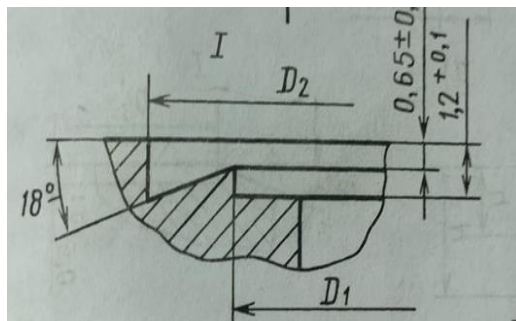


Рисунок 3. СВВ уплотнение типа Conflat, использованные в разработанных авторами СВВ вводах.

В последнее время отечественные потребители СВВ вводов были вынуждены пользоваться услугами зарубежных производителей, таких как АКТАН ВАКУМ, UHV Design, АВАКС Edwards, Agilent, Pfeifer, НТС, и авторам потребовалась импортозамещающая разработка, которая могла бы составить достойную конкуренцию зарубежным аналогам. На рисунке 4 представлен доработанный авторами вариант СВВ ввода вращения ВКС-1,5, значительно превосходящий по параметрам зарубежные аналоги.

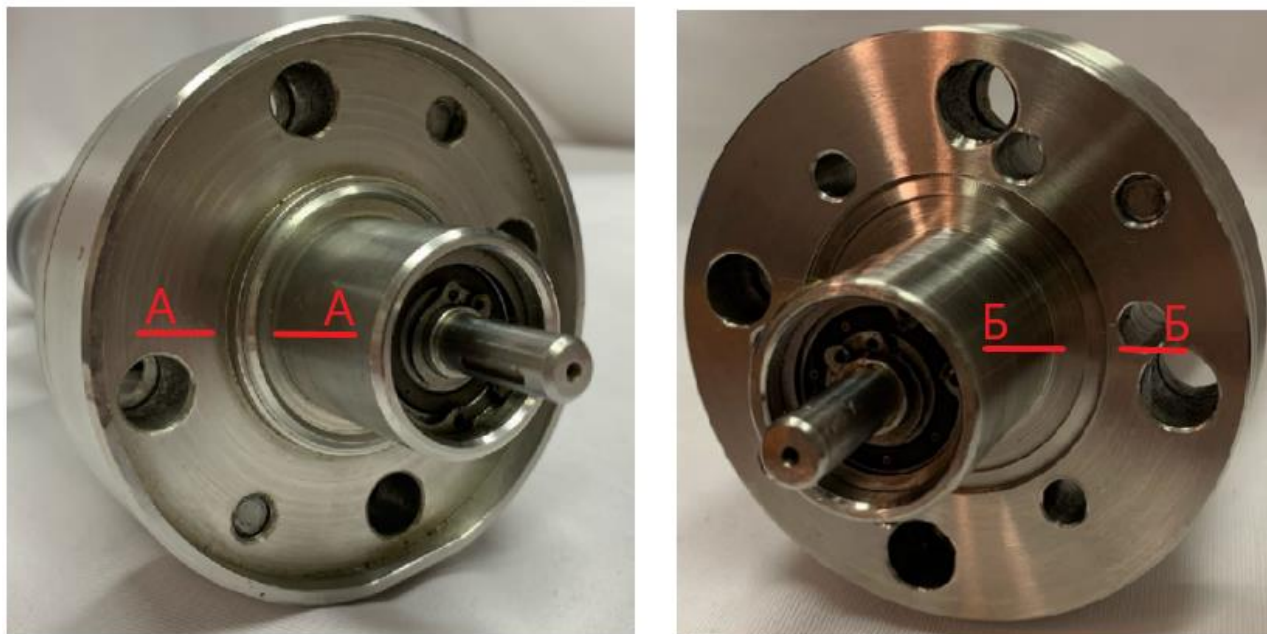


Рисунок 4. СВВ ввод вращения ВКС-1.5 до (слева) и после (справа) доработки авторами: 1- проточка типа «клин» на фланце до переработки (рисунок 2), 2- цилиндрическая центрирующая проточка с уплотняющим клином Conflat (рисунок 3).

Сравнение параметров, разрабатываемых авторами, импорт-замещающих СВВ вводов с зарубежными аналогами можно сделать с помощью таблицы 1, которая наглядно демонстрирует превосходство отечественных разработок над продукцией зарубежных фирм, скрывающих многие параметры по причине их неконкурентоспособности.

В таблице 1 приведены параметры СВВ вводов вращения зарубежных производителей и доработанных авторами вводов, которые выделены толщиной шрифта.

Таблица 1. Технические характеристики СВВ вводов вращения с сильфонной герметизацией.

Обозначение	Номинальный крутящий момент, Н·м	Максимальный крутящий момент, Н·м	Гарантированная долговечность, об. вх. вала	Диапазон давлений, Па
ВКС-0,5	0,5	5	$5 \cdot 10^3$	атм- 10^{-9}
ВКС-1,5	1,5	15	$1,5 \cdot 10^5$	атм- 10^{-9}
ВКС-15	15	100	$1 \cdot 10^6$	атм- 10^{-9}
ВЭС	6	50	$1 \cdot 10^6$	атм- 10^{-9}
ВКС-50	45	150	$1 \cdot 10^6$	атм- 10^{-9}
Pfeifer	4	данные не указаны	$2 \cdot 10^6$	атм- 10^{-7}
Lesker	данные не указаны	данные не указаны	данные не указаны	атм- 10^{-7}
НТС	5,7	данные не указаны	данные не указаны	атм- 10^{-6}

В таблице 1 показано явное преимущество разработки авторов перед зарубежными аналогами. Отличительной особенностью отечественных вводов является то, что они могут работать при давлении до 10^{-9} Па и допускают высокотемпературный прогрев до 450°C и имеют улучшенные по сравнению с зарубежными аналогами характеристики, заключающиеся в том, что:

- Расширен диапазон рабочего вакуума до уровня 10^5 - 10^{-10} Па;

- Увеличена долговечность вводов до $1,5 \cdot 10^5$ циклов;
- Повышен передаваемый крутящий момент до 1,5-15 Н·м.

Авторы считают, что получение высоких показателей параметров СВВ механизмов стало возможным за счёт понимания физических процессов, происходящих при их работе, что изложено в отдельном докладе, где изложены физические основы открытий (не побоимся этого термина) сделанных в научной группе МГТУ с участием авторов [3]. Перечислим эти явления:

- Возникновение рентгеновского излучения при контакте (электронных оболочек атомов) материалов пары трения.
- Выделение всех изотопов водорода при трении:
 - выделение и растворение протия в материалах пары трения;
 - выделение и растворение дейтерия в материалах пары трения;
 - выделение и растворение трития в материалах пары трения.
- Генерация (холодный термоядерный синтез) всех изотопов водорода в процессе т.н. «сухого» трения.

Последнее явление было зафиксировано на примере генерации атомов трития студентом МГТУ им Баумана Е. Р. Тютюкиным.

Выводы

- 1) СВВ вводы вращения разработанные России превосходят зарубежные аналоги по параметрам: рабочий вакуум, долговечность, поток газовыделения.
- 2) Получение высоких показателей СВВ механизмов возможно при понимании физических процессов происходящих при работе этих механизмов.
- 3) Исследования физики газообмена при работе пар трения в вакууме позволило описать процессы выделения всех изотопов водорода.
- 4) Получены результаты, демонстрирующие процесс генерации всех изотопов водорода при трении.
- 5) Получены результаты, доказывающие существование процесса генерации изотопов водорода при трении на примере трития.

Список литературы

- [1] *Справочник Вакуумная техника М.: Машиностроение 2009 509с., ил.(с. 146, Стандарт СССР ОСТ 11.по.426.000-72)*
- [2] *Справочник Вакуумная техника М.: Машиностроение 2009 509с., ил.(с. 151, Стандарт РФ ГОСТ 26526-85)*
- [3] Деулин Е и Басманов М С 2019 Вакуумные механизмы ядерной и космической техники.-М: Горячая линия- Телеком с. 388

Мелкомасштабная неравномерность поля энергетической освещенности и угол коллимации: метрологические аспекты обеспечения точности имитации солнечного излучения

А А Филатов

ООО «НПО Гелиосфера», 197374, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: filatov@geliosfera.com

Аннотация. Совместная лучевая и тепловая модель стенда термовакуумных испытаний, предложенная ранее в рамках разработки виртуальной лаборатории термобалансных испытаний, использована для уточнения требований к точности воспроизведения таких характеристик солнечного излучения, как мелкомасштабная неравномерность распределения энергетической освещенности, угол коллимации и спектр. Рассмотрение проведено с позиции как существующих, так и перспективных метрологических подходов к аттестации имитаторов солнечного излучения.

1. Введение

Увеличение срока активного существования космических аппаратов требует повышения точности и увеличения достоверности имитации действующих факторов космического пространства при наземной экспериментальной отработке в части термовакуумных и термобалансных испытаний, а также за счет прогнозирования, планирования и оптимизации натурных испытаний при помощи средств компьютерного моделирования термовакуумных и термобалансных испытаний. Имитация солнечного излучения является неотъемлемой частью этих испытаний.

ГОСТ Р 56469-2015 «Аппараты космические автоматические. Термобалансные и термовакуумные испытания» [1] устанавливает требования и порядок проведения термобалансных и термовакуумных испытаний, проводимых по программам наземных испытаний автоматических космических аппаратов. Однако, данный ГОСТ не конкретизирует требования к точности имитации солнечного излучения. Отчасти данный недостаток компенсирует ГОСТ МЭК 60904-9:2016 «Приборы фотоэлектрические. Часть 9 Требования к характеристикам имитаторов солнечного излучения» [2]. Данный стандарт устанавливает требования к имитаторам солнца, используемым для испытания солнечных батарей, и не задает в полной мере требования к имитатору солнца для термобалансных испытаний. В данной статье предложен ряд параметров, призванных стандартизировать требования к имитаторам солнечного излучения для испытания космических аппаратов. Анализ проводится с использованием инструментов виртуальной лаборатории термобалансных испытаний [5], а именно лучевых моделей имитатора солнечного излучения, реализованных в программном продукте OpticStudio ZEMAX®.

2. Метрики для неоднородности (неравномерности) распределения энергетической освещенности

Одним из спорных моментов при формировании требований является требование к неравномерности, или неоднородности распределения энергетической освещенности в зоне размещения объекта испытаний. Среди возможных метрик для описания неоднородности распределения энергетической освещенности следуют упомянуть величину неоднородности, вводимую стандартом МЭК 6-904-9, карту отклонений значений энергетической освещенности от среднего значения и математическое ожидание отклонения значений энергетической освещенности, или иными словами, среднее отклонение от среднего значения освещенности по полю. На рисунке 1 приведены результаты моделирования распределений энергетической освещенности для имитатора солнца, формирующего пятно размером 2х2 м. Расстояние между плоскостями равно 1 м, таким образом данное представление позволяет судить об объемной равномерности светового поля в объеме 2х2х3 м (ширина х высота х глубина). Каждая из плоскостей представлена для четырех значений размера ячейки усреднения. На

стадии расчета и моделирования размер усреднения связан с количеством пикселей на детекторе, моделирующем плоскость, в которой происходят замеры энергетической освещенности. В реальном эксперименте этот размер либо равен размеру чувствительной области радиометра, либо размеру области, по которой происходит усреднение показаний радиометра с меньшим размером чувствительной области. В первых четырех строках распределения приведены в линейном масштабе, пятая строка – в логарифмическом масштабе, дающем представление о визуальном восприятии такого светового пятна невооруженным глазом.

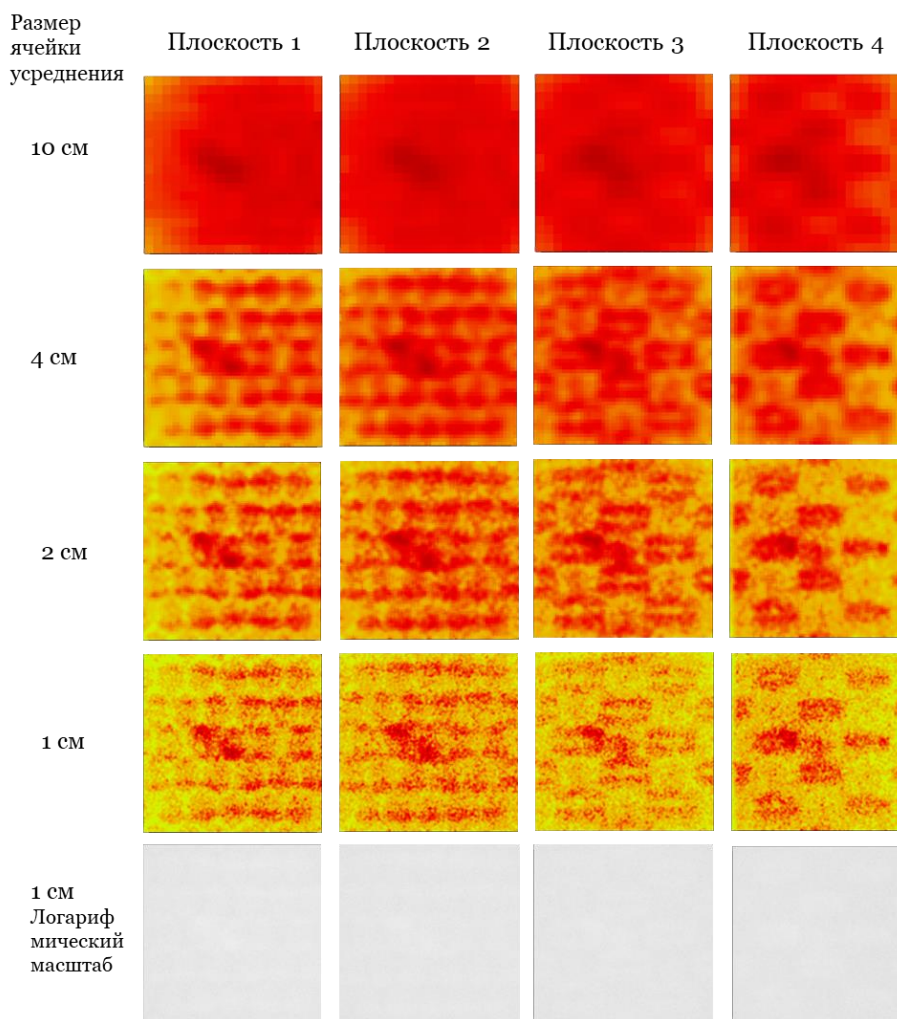


Рисунок 1. Распределения энергетической освещенности в нескольких плоскостях для различных размеров ячейки усреднения.

Из рисунка 1 видно, что по мере уменьшения размера ячейки усреднения, или, иными словами, повышения разрешения, с которым мы рассматриваем световое пятно, увеличивается количество артефактов, влияющих на субъективное восприятие равномерности светового пятна. Очевидно, что для космического аппарата можно выбрать некий размер области усреднения, который будет соответствовать конструктивным особенностям расположения узлов на поверхности аппарата и их геометрическими размерами. Одновременно с этим, с точки зрения аттестации имитатора солнца, возможности практического измерения неравномерности энергетической освещенности сталкиваются с ограничениями, связанными с размером чувствительной области датчика, метрологическими сложностями объединения датчиков в кластеры, а также временем сканирования светового пятна [3]. Совокупность этих требований заставляет определить оптимальный размер области усреднения, или разрешения в световом пятне. Для этого были рассчитаны метрики неравномерности, упомянутые выше, в зависимости от размера усреднения, для всех четырех плоскостей. К метрикам была добавлено

среднеквадратичное отклонение энергетической освещенности по пятну, выраженное в процентах от среднего значения энергетической освещенности по пятну, оно приведено на рисунке 4.

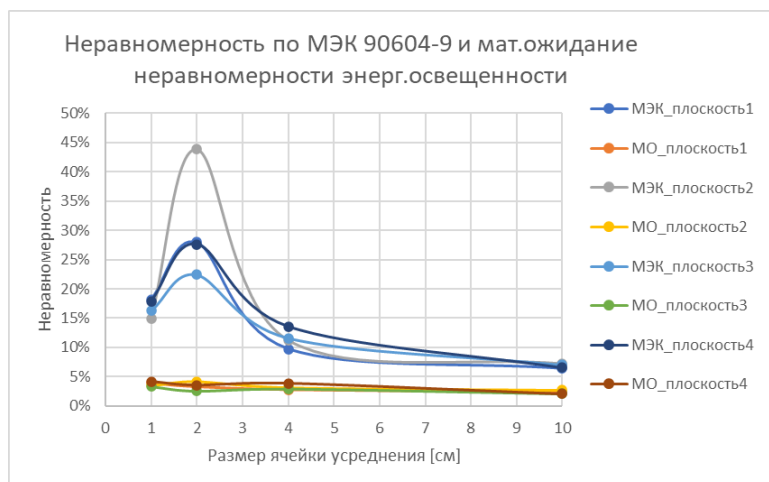


Рисунок 2. Зависимость неравномерности по МЭК 90604-9 и математического ожидания неравномерности энергетической освещенности от размера ячейки усреднения.

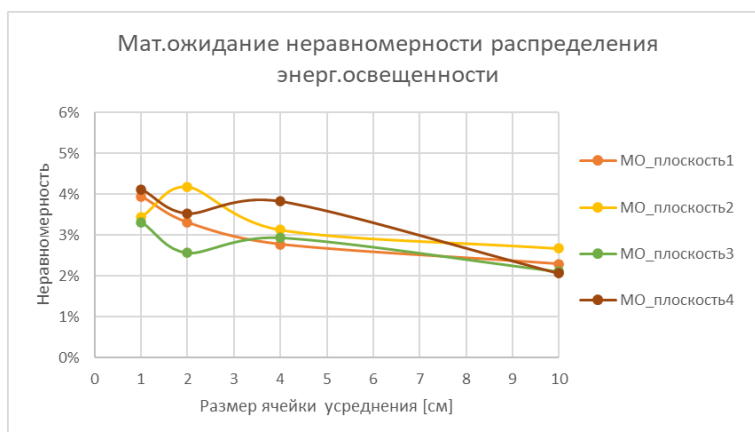


Рисунок 3. Зависимость математического ожидания неравномерности энергетической освещенности от размера ячейки усреднения.

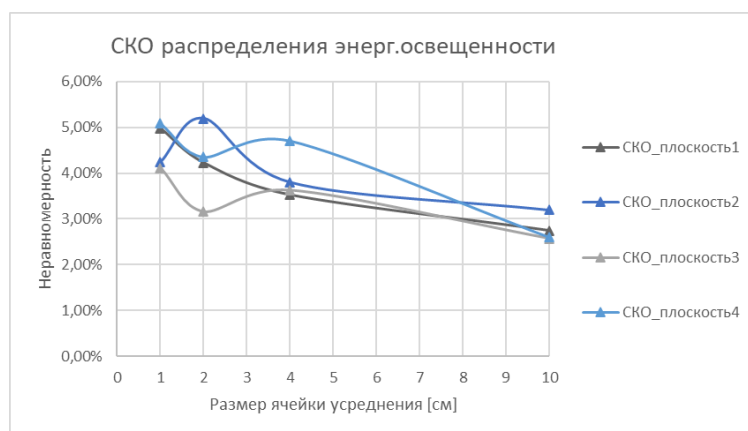


Рисунок 4. Зависимость среднеквадратичного отклонения энергетической освещенности от размера ячейки усреднения.

Из анализа приведенных графиков можно сделать следующие выводы:

- Неравномерность по МЭК 60904-9 является метрикой, которая чрезвычайно сильно зависит от локальных минимумов и максимумов в распределении освещенности; кроме того, она нелинейно зависит от размера области усреднения; использование данной метрики фактически делает невозможной практическую аттестацию имитатора солнца;
- математическое ожидание неравномерности является довольно удобной метрикой для оценки и среднеквадратичное отклонение освещенности являются более удобными метриками для описания неравномерности распределения освещенности: они нечувствительны к мелкомасштабным неоднородностям и артефактам распределения освещенности и более или менее линейны относительно размера области усреднения;
- карта отклонений от среднего значения освещенности по-прежнему остается удобным рабочим инструментом для количественной оценки неравномерности, однако, она не может быть формализована до какого-то единственного параметра, допускающего включение его в технические требования на ИСИ; отчасти, в качестве таких параметров могут выступать математическое ожидание неравномерности по полю и среднеквадратичное отклонение освещенности;
- разумным компромиссом при определении размера области усреднения следует считать размер 4 см и крупнее; меньший размер одновременно увеличивает сложность аттестации ИСИ, увеличивает время сканирования рабочего поля; кроме того, такой размер области усреднения хорошо сочетается с пространственным масштабом, задаваемым топологией поверхности космического аппарата.

3. Угол коллимации

Наиболее трудной для воспроизведения имитатором солнца характеристикой является непараллельность светового потока. Угловой размер Солнца составляет 32 угловых минуты, и попытка построить крупногабаритный имитатор солнца с такой величиной расходимости столкнется с необходимостью построения осветительной системы, невозможной как с инженерной, так и с экономической точек зрения. На практике, наилучшим результатом является достижение непараллельности в ± 1.5 градуса. Проиллюстрировать эффект влияния непараллельности потока от ИСИ можно на следующем примере. Допустим, некий объект испытаний в виде параллелепипеда с площадью грани в 1 м^2 освещается в одном случае пучком от ИСИ с расходимостью ± 1.5 градуса (рисунок 5, слева), а в другом случае идеализированным источником, моделирующим излучение настоящего Солнца с расходимостью ± 16 угл.мин. (рисунок 5, справа). Оба источника создают на передней поверхности объекта испытаний одну и ту же освещенность в одну солнечную постоянную, т.е. 1378 Вт/м^2 . При этом, на боковых, теневых сторонах объекта испытаний интегральная освещенность составляет 12.3 Вт для случая засветки ИСИ, и 3.15 Вт для засветки настоящим Солнцем. Таким образом, неидеальность ИСИ с точки зрения расходимости приводит практически к четырехкратному превышению интегрального потока на теневой поверхности объекта испытаний.

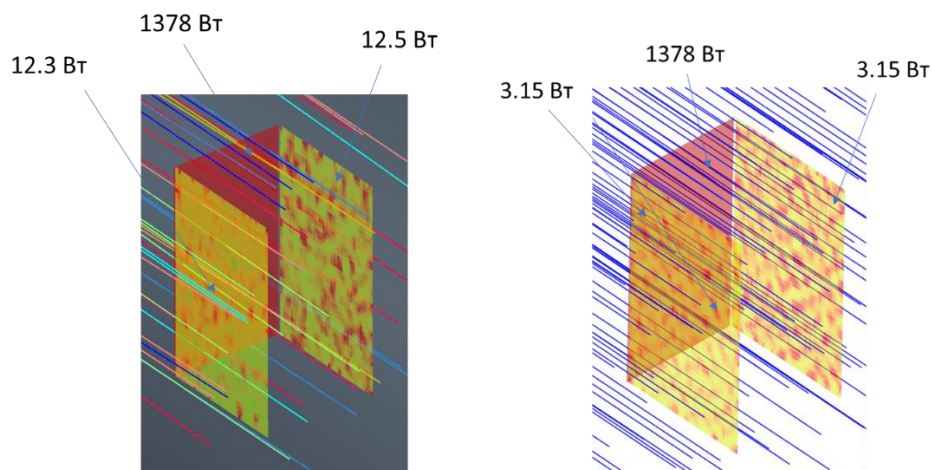


Рисунок 5. Величины теплопритоков на трех различных поверхностях объекта испытаний при облучении его пучком имитатора солнечного излучения (слева) и при облучении его модельным источником, моделирующим настоящее Солнце (справа).

Таким образом, учет непараллельности ИСИ на стадии планирования испытания может оказаться весьма полезным с точки зрения приближения условий в эксперименте к условиям орбитального полета. Аппаратная часть и методика измерения непараллельности светового пучка ИСИ подробно разобрана в [4].

4. Спектр излучения

Стандарт МЭК 60904-9-2016 [2] устанавливает три класса спектрального соответствия:

Таблица 1.

Класс	$\Delta_{\lambda_2}^{\lambda_1} [\%]$
Класс А	0.75÷1.25
Класс В	0.6÷1.4
Класс С	0.4÷2.0

Стандарт МЭК 60904-9-2007 справедлив для спектра АМ1.5 и определяет спектральное соответствие в диапазоне длин волн 400÷1100 нм. Спектральное соответствие ИСИ вычисляется как отношение мощности в спектре ИСИ, заключенное в спектральном диапазоне $[\lambda_1 \div \lambda_2]$, к мощности в спектре АМ1.5 в этом же спектральном диапазоне. Если распространить данный формализм на внеатмосферный спектр АМо, то можно вычислить спектральное соответствие спектра ксеноновой лампы. Известно, что ксеноновая лампа, обеспечивая достаточно хорошее спектральное соответствие Солнцу в видимом диапазоне, в то же время дает значительный «пересвет» в ближней ИК-области (рисунок 6).

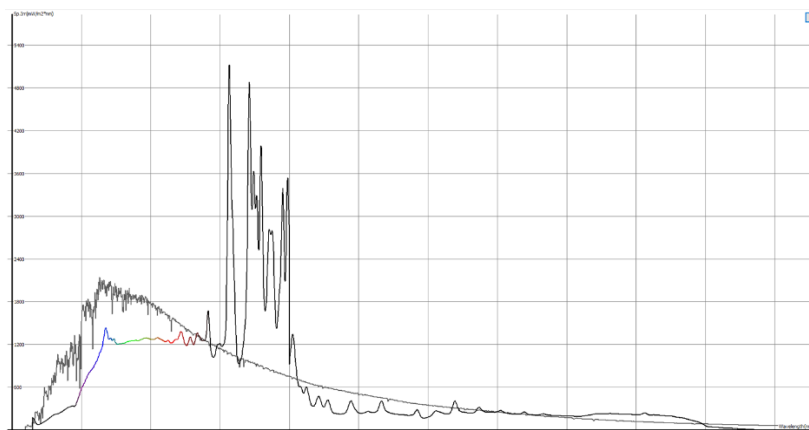


Рисунок 6. Спектральное соответствие излучения ксеноновой лампы спектру АМо (без ИК-фильтра).

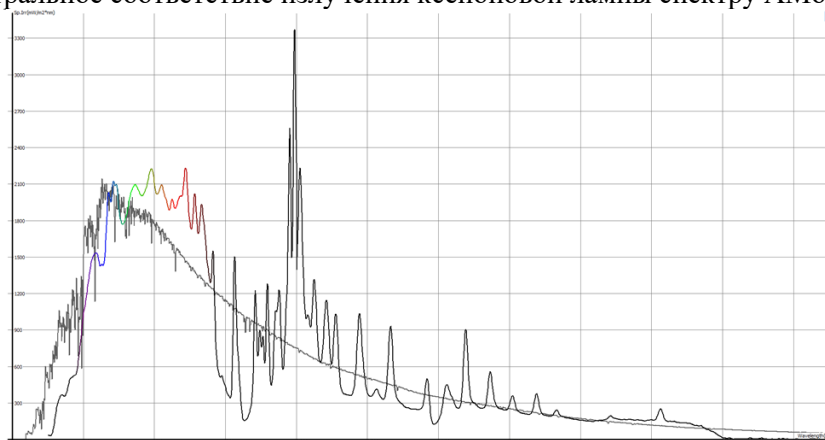


Рисунок 7. Спектральное соответствие излучения ксеноновой лампы спектру АМо (с ИК-фильтром).

Таким образом, учет непараллельности ИСИ на стадии планирования испытания может оказаться весьма полезным с точки зрения приближения условий в эксперименте к условиям орбитального полета.

Аппаратная часть и методика измерения непараллельности светового пучка ИСИ подробно разобрана в [4].

В таблице 2 приведены значения спектрального соответствия для обоих случаев: без применения ИК-фильтра и с ним.

Таблица 2. Спектральное соответствие для спектра ксеноновой лампы (без фильтра).

Спектральный диапазон [нм]	$\Delta_{\lambda_2 AMO}^{\lambda_1}$ [%]	$\Delta_{\lambda_2 Xe}^{\lambda_1}$ [%]	ΔS_{AMO} без фильтра/с фильтром
200-400	7,8	2,5	0,33 (0,4)
400-500	14,0	7,9	0,56 (0,87)
500-600	14,3	9,5	0,67 (1,07)
600-700	12,3	9,6	0,80 (1,24)
700-800	9,6	9,5	0,98 (1,04)
800-900	7,8	17,8	2,30 (0,55)
900-1100	11,5	24,0	2,11 (1,56)
1100-2500	22,7	19,3	0,83 (0,97)

5. Выводы

На основании анализа зависимости метрик, описывающих неравномерность светового поля, формируемого имитатором солнечного излучения, обоснован выбор размера ячейки усреднения,

релевантный как на стадии проектирования ИСИ, так и при его аттестации и последующей эксплуатации. Показано, что нецелесообразно уменьшать размер ячейки усреднения ниже 4 см. Предложена новая метрика для оценки неравномерности светового поля: среднеквадратичное отклонение распределения энергетической освещенности по пятну, формируемому ИСИ. Показана возможность моделирования эффекта влияния непараллельности светового пучка ИСИ на объект испытаний. Обоснована возможность расширения применимости понятия «спектральное соответствие» при переходе от наземного спектра АМ1.5 к внеатмосферному спектру АМо. Рассчитаны величины спектрального соответствия спектру АМо нефильтрованного и фильтрованного спектра короткодуговой ксеноновой лампы.

Список литературы

- [1] ГОСТ Р 56469-2015. Аппараты космические автоматические. Термобалансные и термовакуумные испытания. М.: Стандартинформ, 2015. 11 с.
- [2] ГОСТ МЭК 60904-9-2016 Приборы фотоэлектрические Часть 9. Требования к характеристикам имитаторов солнечного излучения
- [3] Шевчук А А, Пастушенко О В, Двирный В В, Двирный Г В и Филатов А А 2020 Проблемы измерений световых характеристик имитаторов солнечного излучения для наземной отработки космических аппаратов // *Космические аппараты и технологии* Т.4 № 3 с. 129-40. doi: 10.26732/j.st.2020.3.01
- [4] A Filatov etc .2018, Measurement and simulation of collimation angle phenomenon in LSS Sun Simulator, Processing of ECSSMET 2018, Noordwijk, the Netherlands
- [5] A Filatov, I Nagorski and P Smirnov 2021 Virtual thermal vacuum test based on the combination of thermal and ray tracing modelling, *Processing of ECSSMET 2021*, Braunschweig, Germany

Аддитивные технологии в области приборостроения

С С Грищенко

SMC Пневматик, 195197, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: GRS@smcru.com

Аннотация. В данной статье мы рассмотрим применение технологии выращивания технологических изделий с применением селективного лазерного спекания полимера PA12 в области приборостроения.

1. Введение

Современные тенденции промышленности все чаще сводятся к оптимизации основных показателей при получении единицы готового изделия. Растущая потребность в количестве и скорости получения готовых изделий послужили толчком к появлению новых технологий снижающих количество технологических циклов и процессов в жизненном цикле производства изделий, а именно появлению аддитивных технологий.

2. Модульность

Если рассматривать основной конструктив и компоновку современных приборов медицинского назначения то можно сказать, что основная задача состоит в контроле сред таких как жидкости или газ, что влечет за собой наличие запорно-регулирующих клапанов и регуляторов увязанных в единую логику процесса, связанных собой различными силиконовыми или иными полимерными трубками с достаточно высокими требованиями к чистоте и точности функционирования, например такие приборы как лапароскопические инсуфляторы или аппараты ИВЛ. В связи с наступлением пандемии COVID 19, потребность в последних сильно возросла. Следовательно, чтобы сделать прибор народного потребления массовым он должен быть достаточно доступным по цене для медицинских учреждений. Удалось значительно снизить стоимость и скорость получения продукции с помощью применения селективного лазерного спекания полиамида PA12 в контролируемой газовой среде. Удалось избавиться от лишних трубок и соединений, снизить массогабаритные характеристики до 40% от традиционного конструктива. Речь идёт о новой тенденции приборостроения – модульности, основной платформ прибора – Манифоды. С помощью 3D печати, мы получаем практически готовое изделие, а именно манифолду – платформу с заранее напечатанными каналами сообщения и логикой работы конкретного прибора, своего рода аналог микросхемы для маршрутизации газов и жидкостей (рисунок 1).

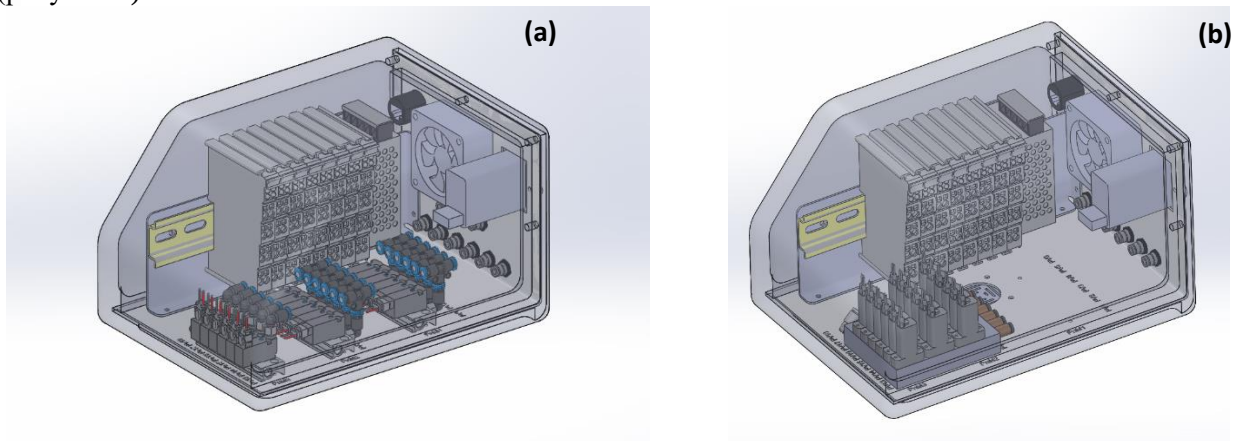


Рисунок 1. Конструктив до применения манифолда (а) Конструктив с применением манифолда (b).

3. Механические свойства PA12

Полиамид PA12 полученный селективным лазерным спеканием достаточно универсален в обработке, привалочные поверхности клапанов и регуляторов предварительно фрезеруются аналогично металлам и не плавится при механической обработке или шлифовки, обладает рядом преимуществ перед традиционным алюминием, например обладает высокой степени химстойкости и инертности к активным кислотным и щелочным средам.



Рисунок 2. Процесс роста манифолда в камере принтера.

Pa12 обладает и рядом специфических свойств которые стоит учитывать при проектировании, например нелинейную вязкость и деградацию от воздействия ультрафиолетовых излучений.



Рисунок 3. Малая серия блоков калибровки высотомера для авиации.

На рисунке 3 приведен пример контроля двух сред – вакуума и избыточного давления, данное устройство имитирует перепад атмосферного давления при наборе высоты воздушными суднами,

благодаря применению данной технологии удалось значительно снизить стоимость и массогабаритные характеристики прибора.

Таблица 1. Сводная таблица параметров

Параметр	Показатель
Средний диаметр ISO 13320	38 μ m
Насыпная плотность 23°C ISO 1068-1975	0,50 $\pm$ 0,05g/cm ³
Плотность 23°C ISO 61	0.99 $\pm$ 0,05g/cm ³
Гигроскопичность 23°C, 50% ISO 62/1	0.5 to 0.7%
Температура плавления T ^{°m} ISO 11357-3	182 $\pm$ 2°C
Температура стеклования T ^{°g} ISO 11357-3	40 $\pm$ 2°C
Температура тепловой деформации 0.45 MPa ISO 75f	150 $\pm$ 5°C
Температура тепловой деформации 1.82 MPa ISO 75f	70 $\pm$ 5°C
Предел прочности на разрыв ISO 527-2:93-1B	46 $\pm$ 1 MPa
Модуль растяжения ISO 527-2:93-1B	1750 $\pm$ 100 MPa
Относительное удлинение при разрыве ISO 527-2:93-1B	22 $\pm$ 2 %
Модуль упругости при изгибе ISO 178 (23°C)	1520 $\pm$ 10 MPa
Ударная вязкость (без надреза) ISO 179 1eU (23°C)	87 $\pm$ 8 kJ/m ²
Твердость (Shore D) ISO 868 (20°C)	74 $\pm$ 1

5. Выводы и результаты

На данный момент суммарный портфель производства достиг размера свыше 81.2 мл.рублей в год, данная технология становится востребованным явлением в области медицинского и высокоточного приборостроения благодаря высокой скорости производства и возможности корректировки изделий и конструкций без несения издержек на переоснащение технологической оснастки или привлечения дорогостоящих контрагентов в цепочке производства.

Контроль герметичности

Экспериментальные результаты газообмена через течи в объемах замкнутых оболочек и их сравнительный анализ с результатами теоретических зависимостей

С А Бушин

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

E-mail: vnii4@vnii.ru, 2009-01-07@mail.ru

Аннотация. В докладе представлены материалы работ по исследованию кинетики газовых процессов через течи в замкнутых оболочках газонаполненных разрядников при разных режимах течения рабочего (пробного) газа, на основе сравнительного анализа результатов, полученных с использованием разработанных математических моделей и экспериментальных исследований.

При проведении неразрушающего контроля объектов с использованием проникающих веществ [1] процессы, связанные с перетечкой контрольного (пробного) вещества (газа) через сквозные каналы несплошностей материала (соединений), трудно поддаются анализируванию из-за изменчивости условий их протекания, обусловленных не только влиянием внешней окружающей среды, но также за счет чередования различных технологических процессов, сопровождающих данный контроль. К последним могут относиться вакуумирование объекта испытаний, создание избыточного внешнего давления контрольного газа снаружи контролируемой оболочки, временное пребывание объекта между циклами технологической подготовки под воздействием внешней атмосферы и др., от чего в той или иной мере зависит режим течения данного газа через имеющиеся в оболочке(ах) течи.

Проблема в получении надежных результатов, связанных с величинами потоков через сквозные каналы, как правило, обусловлена отсутствием информации о размерах и форме контролируемых течей, поэтому без специальных способов и расчетов получить результат, приближающийся к действительному значению, является довольно трудоемкой задачей.

На основе эмпирического уравнения [2], предложенного для описания газовых потоков через течи произвольной формы при различных давлениях [3] ранее были рассмотрены смоделированные математические расчетные схемы [4-6], предполагающие получение теоретических значений варьирующих потоков утечки рабочего газа $Q_{\text{н}}$ от потоков натекания воздуха в объемы газонаполненных разрядников В для разных режимов течения газа, начиная с молекулярного, с последующим переходом на диффузное течение и, заканчивая вязкостным режимом; на их основе были построены соответствующие аналитические зависимости $Q_{\text{н}}=f(B_i)$.

Любая математическая модель, как известно, должна устанавливать точную зависимость оцениваемых параметров, при этом модель должна быть проверена на адекватность, т.е. насколько согласуются при сопоставлении полученные на ее основе теоретические данные с экспериментальными данными.

Целью настоящей работы являлось проведение оценки соответствия результатов, полученных с использованием созданных аналитических моделей (схем) и результатов экспериментальных исследований.

На основе графиков теоретических зависимостей, характеризующих изменения массового расхода рабочего газа-неона через течи в замкнутых оболочках, для сравнительной оценки были проведены экспериментальные исследования с использованием пяти отобранных для этих целей образцов. В качестве последних, были использованы забракованные по герметичности макеты ТИР142 с открытыми штенгелями. Отбор образцов (из ограниченного числа имеющихся в наличии) основывался на подборе таких значений течей, при котором обеспечивалось перекрытие диапазона утечек с величинами потоков от 10^{-8} до 10^{-6} Па·м³/с. Отмеченный диапазон наиболее интересен с точки зрения

проявления возможного влияния парциального компонента рабочего газа (неона) в воздухе на чувствительность испытаний.

В таблице 1 представлены значения номиналов течей выбранных образцов по гелию-4 с расчетными значениями потоков по неону и воздуху.

Таблица 1. Величины течей в оболочках образцов для разных газов.

№	Величина течи, Па·м ³ /с (по гелию)	Величина течи, Па·м ³ /с (по неону)	Величина течи, Па·м ³ /с (по воздуху)
1	$3,09 \cdot 10^{-8}$	$1,38 \cdot 10^{-8}$	$1,15 \cdot 10^{-8}$
2	$5,50 \cdot 10^{-8}$	$2,46 \cdot 10^{-8}$	$2,04 \cdot 10^{-8}$
3	$1,70 \cdot 10^{-6}$	$7,60 \cdot 10^{-7}$	$6,31 \cdot 10^{-7}$
4	$2,30 \cdot 10^{-6}$	$1,03 \cdot 10^{-6}$	$8,54 \cdot 10^{-7}$
5	$3,50 \cdot 10^{-6}$	$1,56 \cdot 10^{-6}$	$1,30 \cdot 10^{-6}$

Методика оценки основывалась на следующем подходе. Контролируемые образцы посредством технологической оснастки подстыковывались к линии высоковакуумной откачки и подвергались вакууммированию. Далее способом холодной пластической деформации производилась герметизация их штенгелей с помощью специализированного инструмента (клещей). После чего в интервале времени с продолжительностью не более 15 мин изделия устанавливались в накопительные камеры с их последующей высоковакуумной откачкой. С тем, чтобы в полостях образцов снизить содержание воздушных компонентов, которые в той или иной мере к тому времени уже заполнили свободный микрообъем каждого из образцов через имеющиеся течи, начиная с момента отсоединения от откачки (после ампулизации) до загрузки в накопительный объем, осуществлялось планомерное вакууммирование каждого реципиента. Периодически проводился контроль остаточных газов, выделяемых из объемов последних с использованием масс-спектрометрического анализа. Откачка завершалась лишь после того, как уровни аналитического сигнала, контролируемого по 20-му массовому числу в соответствующих камерах накопления, достигали приемлемых по малости значений. Затем свободные полости камер с герметизированными образцами заполнялись рабочим газом Ne при заданном давлении, где в последующем производилась их выдержка в данной газовой среде с определенным временем экспозиции. На первоначальном этапе три из пяти образцов заполнялись неоном до достижения давления в объеме образца на уровне 1,8 Па (соответствует парциальному давлению данного газа в воздухе). Это вариант можно характеризовать как наступление случая с исходными параметрами при вылежке прибора с длительным хранением. Используя разработанную методику контроля герметичности, реализуемую на установке УФКГ [7-9], были проведены испытания на герметичность и получены соответствующие результаты (см. ниже).

Следующими действиями являлись шаги, связанные с опрессовкой изделий в среде неона при давлении равном по величине одной физической атмосфере, предпринятые по отношению к двум образцам, один из которых использовался ранее при создании порции неона с давлением, равным его парциальному содержанию в воздухе в нормальных условиях; полученные результаты сведены в таблицу 2. Следует отметить, что указанный образец, перед проведением очередного испытания предварительно подвергался откачке, продолжавшейся до момента достижения фоновых показателей, не превышающих исходные фоновые характеристики по остаточному давлению неона.

В завершении исследований два из отобранных образцов, имевшие отличия по натеканию (утечке), приблизительно, в два десятичных порядка, были размещены в боксе межоперационного хранения. В объеме бокса с образцами после эвакуирования остатков воздушной атмосферы с подачей неона было создано давление на уровне 5 атм; продолжительность выдержки при этом была установлена в 48 часов. По истечению вышеобозначенного экспозиционного отрезка образцы в течение ≈ 15 минут были извлечены из объема бокса и установлены в рабочие объемы накопления УФКГ с последующей откачкой продолжительностью в 3 часа, вслед за которой были проведены испытания по оценке величины утечек данных образцов (таблица 2).

Таблица 2. Измеренные значения течей при давлении неона в полости прибора 1,8 Па, 1 атм, 5 атм ($\varphi=1$).

№№	Измеренное значение течи, Па·м ³ /с при 1,8 Па (по неону)	Измеренное значение течи, Па·м ³ /с при 1 атм (по неону)	Измеренное значение течи, Па·м ³ /с при 5 атм (по неону)	Величина течи, Па·м ³ /с (по воздуху)	Расчетное значение, Па·м ³ /с	Расхождение, %
1	$2,42 \cdot 10^{-13}$	–	–	$1,15 \cdot 10^{-8}$	$2,04 \cdot 10^{-13}$	+ 18,6
2	–	–	$8,10 \cdot 10^{-9}$	$2,04 \cdot 10^{-8}$	$7,61 \cdot 10^{-9}$	- 6,4
3	$9,83 \cdot 10^{-13}$	–	–	$6,31 \cdot 10^{-8}$	$1,10 \cdot 10^{-12}$	- 12,7
4	–	$3,70 \cdot 10^{-7}$	$3,84 \cdot 10^{-6}$	$8,54 \cdot 10^{-7}$	$6,62 \cdot 10^{-7}$	- 44,1
5	$1,52 \cdot 10^{-11}$	$4,21 \cdot 10^{-7}$	–	$1,30 \cdot 10^{-6}$	$1,66 \cdot 10^{-11}$	- 8,4

На рисунке 1 в символьном виде (в поле рисунка изображен контур силовой кнопки-гвоздя) нанесены отметки, характеризующие значения потоков утечек в образцах, полученные экспериментальным путем. Совершенно отчетливо при визуальной проверке просматривается наличие соответствия данных теоретических зависимостей $Q_n=f(V)$ с данными величины негерметичности, полученными экспериментально для каждого проконтролированного образца. Практически полная сходимость присуща при парциальном давлении неона в полостях образцов на уровне со значением 1,8 Па, а также избыточном давлении неона в 5 атм. Численные расхождения результатов между теоретическими и экспериментальными значениями потоков от течей лежат в области от +18,6 % до минус 12,7 % (для $\varphi=1$). Хорошая сходимость результатов обусловлена тем, что, во-первых, для течей на уровне не более $(1...2) \cdot 10^{-8}$ Па·м³/с режим течения газа можно практически считать молекулярным, а во-вторых, при заданных значениях давлений неона – 1,8 Па и 5 атм в полости объемов образцов и значениях утечек в диапазонах 1) $\approx 5 \cdot 10^{-7}...10^{-5}$ Па·м³/с, 2) $\approx 6 \cdot 10^{-7}...1,5 \cdot 10^{-6}$ Па·м³/с, соответственно (согласно расчетным зависимостям) различия в газовых потоках от течей малосущественны между собой при всех значениях коэффициента φ . При этом в диапазоне утечек по воздуху от $6 \cdot 10^{-9}$ до $6 \cdot 10^{-6}$ Па·м³/с текущие значения потоков от течей по неону практически равны.

При атмосферном давлении сходимость также имеет место, однако расхождение с двумя замерами величин утечек по воздуху ($8,54 \cdot 10^{-7}$ Па·м³/с; $1,29 \cdot 10^{-6}$ Па·м³/с) для $\varphi=1$ составляет минус 54,6 % и минус 44,1 % в области течей на уровне $\approx 10^{-6}$ Па·м³/с. Между тем аналогичные различия для тех же значений утечек, но уже для $\varphi=0,1$ составили значения + 126,9 % и + 45,3 %. Предположительно, это может быть обусловлено тем, что реальные значения коэффициента φ в числах составляют не "1,0", и не "0,1", а значения из множества заключенными между этими двумя показателями ($\approx 0,3...0,5$), для которых зависимости не были построены. Однако здесь следует особо отметить, что при течах на уровне $\approx 10^{-6}$ Па·м³/с наиболее вероятным режимом течения является промежуточное состояние между молекулярным и вязкостным режимами течения контрольного газа, а именно – переходный режим.

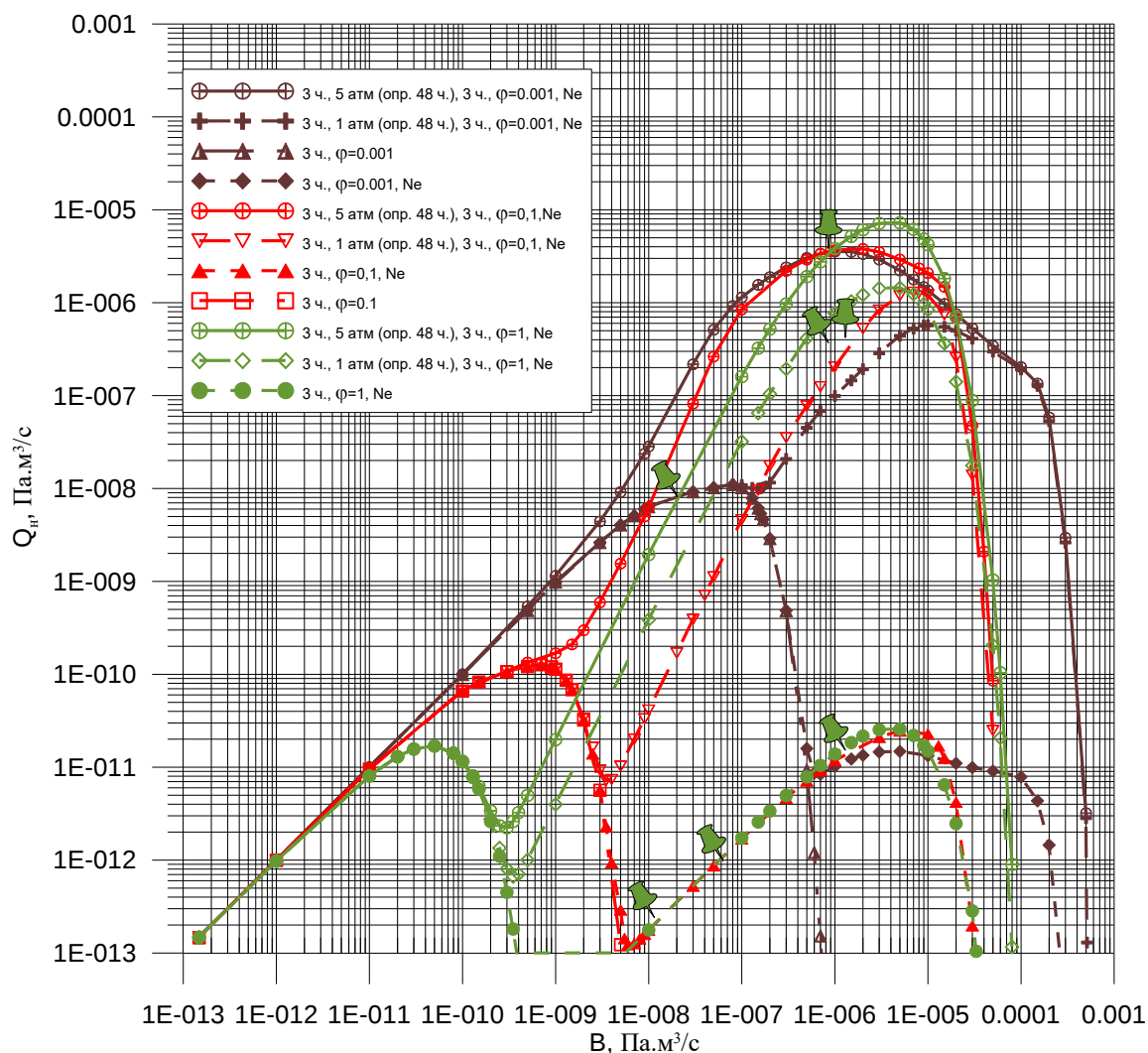


Рисунок 1. Суперпозиция кривых, характеризующих теоретические зависимости $Q_n=f(V)$ при вылежке приборов с длительным хранением, со значениями параметра $\varphi=0.001$, $\varphi=0.1$ и $\varphi=1$ ($\varphi=V_d/V_n$), с нанесенными в виде символов (кнопка-гвоздь) отсчетами реальных потоков пробного газа неона через течи, полученными экспериментально, где V_d – величина диффузионной течи, определяемая потоком контрольного газа (неона) из атмосферы этого газа в воздух (при отсутствии перепада суммарных давлений), V_n – величина течи по неону, характеризующая поток неона из атмосферы этого газа в вакуум; введенный безразмерный параметр полностью характеризует режим течения от вязкостного $\varphi=0$ к молекулярному $\varphi=1$.

Таким образом, сравнительный анализ результатов газового обмена в замкнутых оболочках, полученных на основе теоретических зависимостей с результатами натурных экспериментов, в целом показал их достаточно хорошую сходимость, что полностью подтверждает правильность и корректность проведенных аналитических расчетов, а также подтверждает адекватность полученных математических моделей. В свою очередь, это предполагает наличие возможности применения полученного математического аппарата и теоретических результатов в практическом аспекте.

Список литературы

- [1] ГОСТ 18353-79. Контроль неразрушающий. Классификация видов и методов. – Введ. 1980–07–01. – Москва: Изд-во стандартов, 2005. – 13 с.
- [2] Левина Л Е 1979 Обобщенное эмпирическое уравнение для описания процесса перетекания по малым каналам. *Дефектоскопия*, №6, с. 94-8

- [3] Ключев В В *Неразрушающий контроль и диагностика : Справочник: в 7т. / Под ред. В. В. Ключева. – 2-е изд., стер. – Москва: Машиностроение, [Т.] 2. – 656 с. ил.*
- [4] Бушин С А 2016 Теоретические исследования потоков утечек через течи газонаполненных разрядников // *Материалы одиннадцатой международной научно-технической конференции "Вакуумная наука, материалы и технология", Москва* с. 26-8
- [5] Бушин С А 2016 Результаты математического описания кинетики физических процессов газового обмена через малые каналы в миниатюрных разрядниках // *Материалы 23-й Всероссийской научно-технической конференции "Вакуумная техника и технологии", Санкт-Петербург*
- [6] Bushin S A 2016 Results of mathematical modelling the kinetics of gaseous exchange through small channels in micro dischargers // *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 729/1/012002
- [7] Бушин С А 2012 Методика высокочувствительного контроля герметичности газонаполненных разрядников по истечению неона // *Вакуумная техника и технология, Санкт-Петербург*, т.22, № 2 с.98-9
- [8] Патент №101072 на промышленный образец РФ, МКИ G 01 М 3/02, 3/26. Автоматизированная установка финишного контроля герметичности /Г.А. Смирнов, А.С. Хапов, Т.И. Козловская, С.А. Бушин, А.П. Баканов, Е.В. Черных, С.С. Галкин. ФГУП ВНИИА Заявл. 24.08.15; Опубл. 28.11.16
- [9] Bushin S A, Kozlovskaya T I 2017 Automated equipment for final leak tightness inspection of miniature gas-filled instruments // *Proc. 15th Asia-Pacific Conference on Non-Destructive Testing (APCNDT2017), 13-17 november 2017, Singapore, published at NDT.net* (http://www.ndt.net/events/APCNDT2017/app/content/Paper/31_Bushin_Rev4.pdf)

Разработка универсального стенда для опрессовки гелием замкнутых оболочек с кабельным выводом

К В Воронов¹ и В С Прокапчук²

¹ ООО «НПФ «РЕОМ», 194021, Санкт-Петербург, Россия

² ООО «Миллаб», 197342, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: voronovk@gmail.com

Аннотация. Рассматриваются особенности конструкции и режимы работы стенда с применением массспектрометрического течеискателя для реализации различных методов контроля герметичности, отличающегося наличием сальникового ввода в опрессовочной камере с рабочим давлением до 5 МПа.

1. Введение

Государственный стандарт ГОСТ Р 50.05.01-2018 «Контроль герметичности газовыми и жидкостными методами» введён сравнительно недавно, и оборудование, которое подвергается контролю в соответствии с его требованиями ещё только начинает выходить на серийный выпуск. Испытательное оборудование, предназначенное для реализации описанных в стандарте методов, также представлено в ограниченном объёме. Целью проекта по созданию стенда для контроля герметичности была разработка оборудования, позволяющего с максимальной скоростью и высокой степенью автоматизации проводить контроль серийных образцов продукции методом опрессовки гелием [1], а также реализовывать другие методы контроля герметичности.

Основные составные части стенда:

- Опрессовочная камера;
- Вакуумный сушильный шкаф (вакуумная камера);
- Вакуумный насос;
- Масс-спектрометрический течеискатель;
- Система клапанов и средств измерений.

2. Особенности конструкции стенда

Опрессовка гелием может производиться при давлениях 1, 2 или 5 МПа. При этом время выдержки должно составлять 120, 50 и 13 часов соответственно. Для серийных изделий время становится критичным параметром, ограничивающим скорость выпуска продукции, поэтому принято решение проводить опрессовку при максимальном давлении 5 МПа.

Изделие, для которого разработан стенд, имеет конструктивную особенность, а именно кабельный вывод длиной до 20 м. Такая конструкция, будучи целиком помещённой в опрессовочную камеру потребует увеличения её размера, что повлечёт повышенный расход гелия и увеличение массогабаритных параметров всего стенда. Для того, чтобы минимизировать объем камеры было принято решение разработать надувное уплотнение [2], позволяющее опрессовать изделие не помещая кабель внутрь камеры. Конструкция уплотнения представлена на рисунке 1.

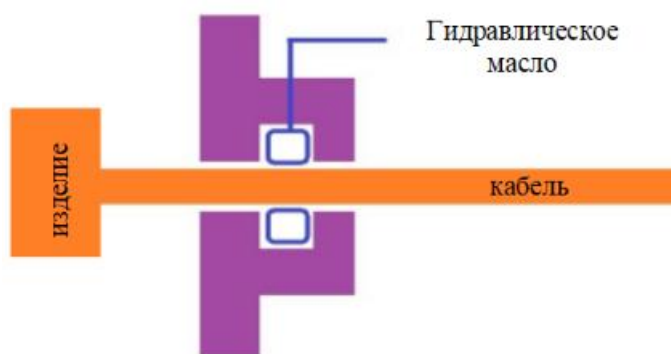


Рисунок 1. Принципиальная схема гидравлического уплотнения кабельного вывода.

Загрузка изделия происходит следующим образом: Оператор открывает камеру и помещает изделие, закрепляя его на оснастке. Кабель диаметром 20 мм от испытываемого изделия продевается через уплотнение в открытой двери. Для удобства оператора дверь выполнена откатной. В свободном состоянии внутренний диаметр уплотнения на 2 мм больше диаметра кабеля и он проходит свободно. После протягивания кабеля оператор закрывает камеру и подаёт команду на автоматическую герметизацию уплотнения с помощью гидравлического масла под давлением.

Для быстрого и надёжного открытия и закрытия опрессовочной камеры было принято решение не использовать фланцевое соединение а применить байонетный затвор и гидравлический механизм его закрытия. Расчёт затвора выполнен по методике [3] и проверен методом конечных элементов в Solidworks Simulation. Также методом конечных элементов выполнен расчёт прочности самой обечайки.

Стенд сконструирован в виде стола в нижней части которого располагается откатное оборудование и гидростанция, а в верхней: вакуумная и опрессовочная камеры. Течеискатель располагается на передвижной тележке, для удобства применения его в других проектах. Баллоны с гелием располагаются в металлическом шкафу. Рабочее место для подготовки изделия и размещения кабеля при испытаниях располагается по центру стола.

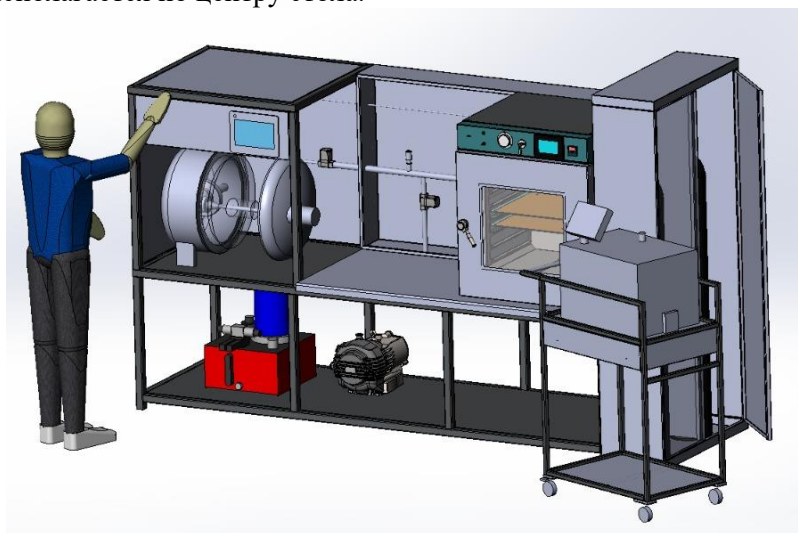


Рисунок 2. Компоновочное решение стенда со встроенным рабочим местом оператора.

3. Устройство и работа

Стенд контроля герметичности работает с двумя контурами гелия (высокого и низкого давления) и вакуумным контуром. Контуры оснащаются электронными приборами контроля давления: тензорезистивными датчиками для избыточного давления и датчиками Пирани для вакуума.

Принципиальная схема стенда представлена на рисунке 3.

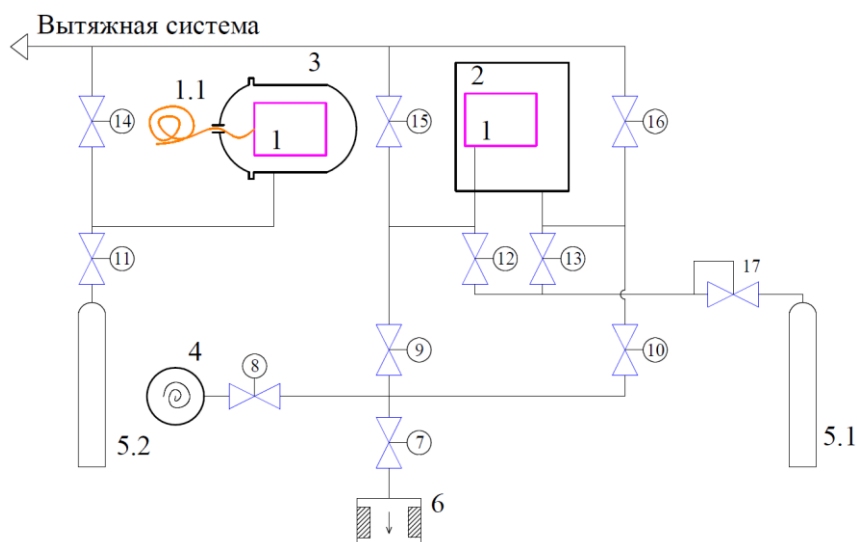


Рисунок 3. Принципиальная схема стенда.

Метод вакуумной камеры: Изделие без выводного кабеля (1) размещается в вакуумной камере (2). Камера герметично закрывается и из контура корпуса изделия спиральным насосом (4) откачивается воздух до давления не более 10 Па, при этом открыты клапаны (8), (9). После достижения необходимого давления, клапан (9) закрывается. В вакуумной камере создается давление не более 1000 Па, при этом открыты клапаны (8), (10). После достижения необходимого давления клапаны (8), (10) закрываются, открывается клапан (7) и течеискателем (6) фиксируются фоновые показания. В полость камеры (2) из баллона (5.1) через редуктор (17) и клапан (13) подается гелий для создания испытательного давления $1,2 \cdot 10^5$ Па. При этом открыты клапаны (7) и (9) и течеискатель (6) после 10-минутной выдержки фиксирует показания. Оператор производит сравнение показаний с контрольными значениями и принимает решение о герметичности изделия. По завершении испытаний гелий удаляется из вакуумной камеры через клапан (16). Возможно изменить алгоритм работы таким образом, чтобы избыточное давление создавалось внутри изделия, а вакуум в камере.

Метод опрессовки гелием: Изделие (1) с выводным кабелем (1.1) размещается в опрессовочной камере (3). После визуальной проверки герметичности уплотнения камеры и кабеля производится подача гелия из баллона (5.2) до достижения опрессовочного давления 5 МПа. Данное давление выдерживается в течение 13 часов, после чего через клапан (14) гелий стравливается в вытяжную систему. Изделие (1) достается из камеры, обдувается сжатым воздухом и выдерживается 1..2 часа для очистки от сорбированного гелия. В этот момент вакуумная камера с помощью насоса (4) и клапанов (9), (10) откачивается до давления 1..7 Па и при закрытом клапане (8) и открытом (7) фиксируются фоновые показания течеискателем (6). Затем изделие (1) помещают в камеру, откачивают камеру (2) до давления 1..7 Па, закрывают клапан (8), накапливают в камере гелий в течение 1 часа. После этого через клапаны (7) и (9) соединяют вакуумную камеру с течеискателем и производят контроль. Признаком течи в изделии является превышение сигнала течеискателя над браковочным порогом, соответствующим классу чувствительности контроля, или прирост сигнала течеискателя над фоновыми показателями, полученными до установки ОК в вакуумную камеру.

4. Выводы

Итогом работы стало появление стенда со следующими эксплуатационными показателями:

- Минимально возможное время испытаний при опрессовке гелием (не более 1 суток на изделие);
- Максимальная степень автоматизации технологического процесса с интерактивным сопровождением действий оператора;

Разработана технология изготовления уплотнения кабеля с помощью гидравлической жидкости через гибкую мембрану, позволяющая поместить испытываемое изделие с внутренними полостями внутри опрессовочной камеры, а кабель снаружи.

Список литературы

- [1] ГОСТ Р 50.05.01-2018 Система оценки соответствия в области использования атомной энергии
ОЦЕНКА СООТВЕТСТВИЯ В ФОРМЕ КОНТРОЛЯ Унифицированные методики. Контроль герметичности газовыми и жидкостными методами (Москва: Стандартинформ)
- [2] W Tietze and A Riedl 2006 *Pocket Book of Seals and Sealing* (Essen: Vulkan-Verlag GmbH) с. 330
- [3] С Соколовски, Н Делийски и Л Дзуренда Конструктивный расчет байонетного затвора автоклавов для обработки древесины под давлением 2006 *Trieskové a Beztrieskové Obrábanie Dreva* **12**, 377

Вакуумные пульсирующие течи

Я О Желонкин, В В Алымов, А А Бикташев, И А Сунгатуллин и С И Саликеев
ООО «ФЕРРИ БАТТ», 420087, Казань, Россия

zhelonkin.ya@ferryvatt.ru

1. Введение

Технологии нанесения покрытий в вакууме, в частности PVD покрытия, находят широкое применение в различных сферах промышленности. Вакуумное напыление используют для нанесения проводящих, диэлектрических, защитных, оптических покрытий различного назначения и др., для металлизации поверхности пластмассовых и стеклянных изделий, тонировании стекол автомобилей и т.д.

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

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

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

2. Описание установки

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

Установка БАТТ 700-М2-И1-С (рисунок 1) состоит из следующих основных частей:

- Системы вакуумной (включает в себя турбомолекулярный насос Leybold TURBOVAC Mac W2200 IP, насос пластинчато-роторный Leybold Trivac D60 T, тепловой датчик давления Leybold THERMOVAC TTR-91 N, комбинированный датчик давления Leybold IONIVAC ITR-90 и емкостной датчик давления Leybold CERAVAC CTR 101 N);
- Системы магнетронного распыления (включает в себя разбалансированный планарный магнетронный распылитель БАТТ Маг-600/80, сбалансированный планарный магнетронный распылитель БАТТ Маг-600/100, ионный источник БАТТ ИИ-600 и инверторы питания магнетронных распылителей и ионного источника производства компании «Эсто-Эл»);
- Вакуумной камеры с внутрикамерной оснасткой (представляет из себя систему перемещения подложек – планетарный механизм с регулировкой скорости вращения в пределах 5 – 30 об/мин, и оснастку для одностороннего напыления изделий длиной до 500 мм);
- Системы пневматической (клапаны и пневмораспределители фирмы SMC);
- Системы охлаждения (на базе холодильной машины ВМТ-8 и датчиков измерения расхода воды и температуры фирмы SMC);

- Системы газовой (аргон, азот, кислород и др. газы, подаваемые через регуляторы расхода газа РРГ-10);
- Системы автоматизированного управления.

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

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

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

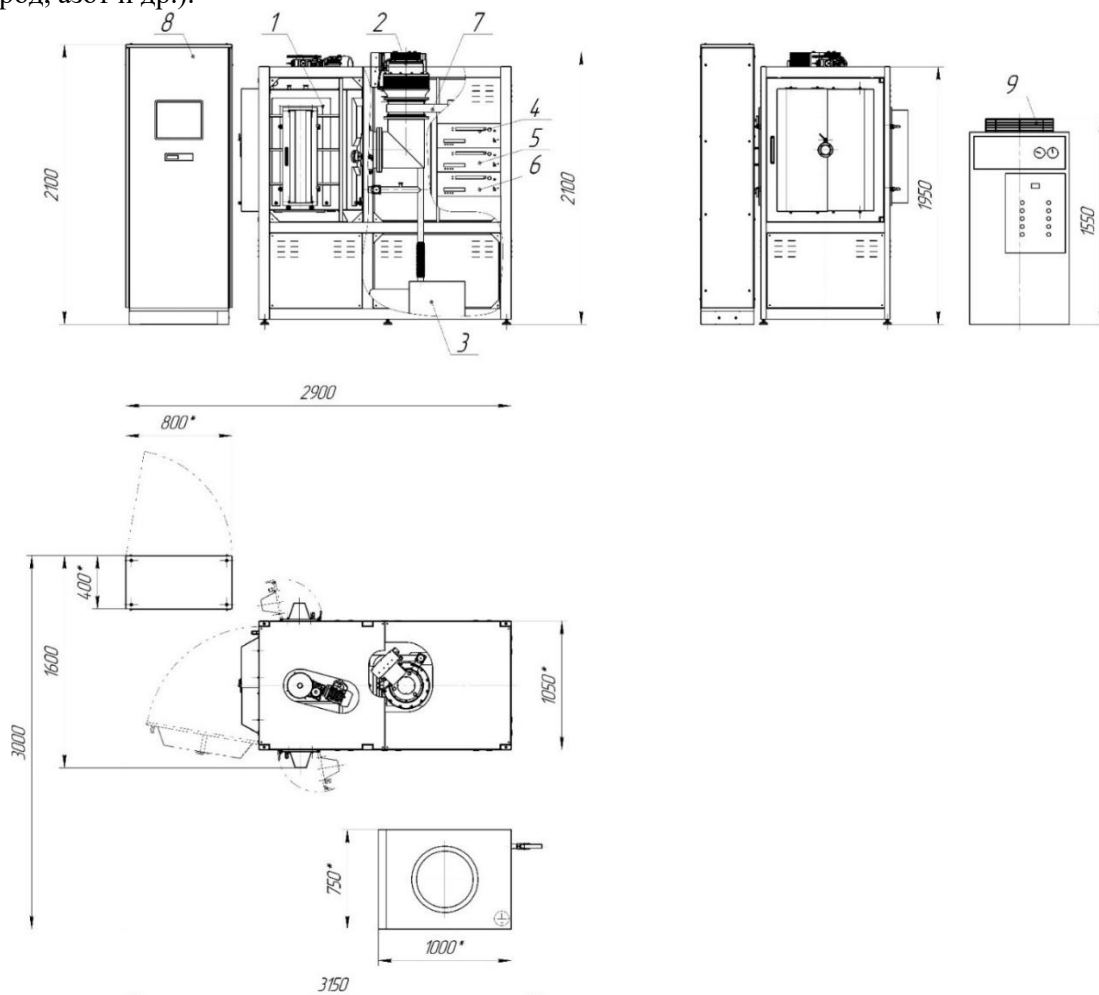


Рисунок 1. Установка вакуумная «BATT 700-M2-II-C»: 1 – камера вакуумная; 2 – насос Leybold TURBOVAC Mac W2200 IP; 3 – насос Leybold Trivac D60 T; 4 – источник электропитания магнетрона ELM-2*15/650S; 5 – источник электропитания питания ионного источника ELI-1,3/3000(-R).; 6 – комплект электропитания потенциала электрического смещения ELB-10/900; 7 – затвор пневматический DN 250; 8 – пульт управления; 9 – холодильная машина BMT-8.

3. Методы диагностики

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

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

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

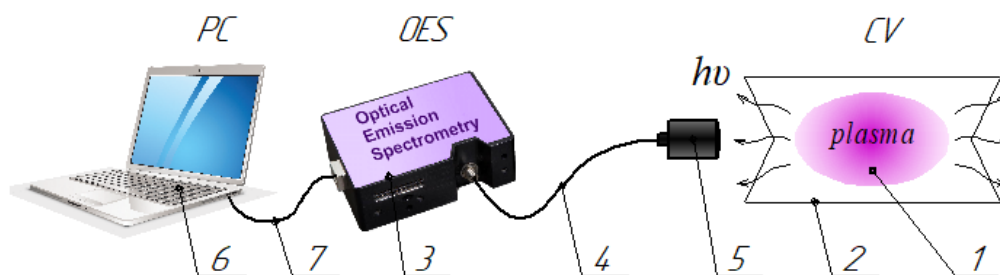


Рисунок 2. Схема измерений спектров оптического эмиссионного излучения: 1 – плазменный источник излучения; 2 – вакуумная камера; 3 – спектрометр оптический; 4 – оптоволоконно; 5 – оптика коллиматорная; 6 – ноутбук; 7 – USB-кабель.

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



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

Когда анализатор остаточных газов работает, поток пробы газа из анализируемой камеры входит в квадрупольный масс-анализатор в источнике ионов (слева на рисунке 4). Для ионизации образца запускается процесс ионной очистки или непосредственно напыления изделий в установке. Электроны, испускаемые горячей нитью накала, сбивают электроны с входящих молекул и атомов с образованием положительных ионов. Ионы разделяются в соответствии с их отношением m/e

квадрупольным фильтром масс и обнаруживаются пластиной Фарадея или вторичным электронным умножителем. Все компоненты газа анализируются за одно сканирование, и результаты анализа отображаются в виде масс-спектра (график зависимости m/e от интенсивности пика). В процессе ионизации образуются как родительские ионы (исходная молекула с положительным зарядом), так и ионизированные фрагменты исходных нейтральных молекул; картина фрагментации действует как отпечаток пальца, который идентифицирует различные нейтральные частицы, которые присутствовали в пробе газового потока [3].

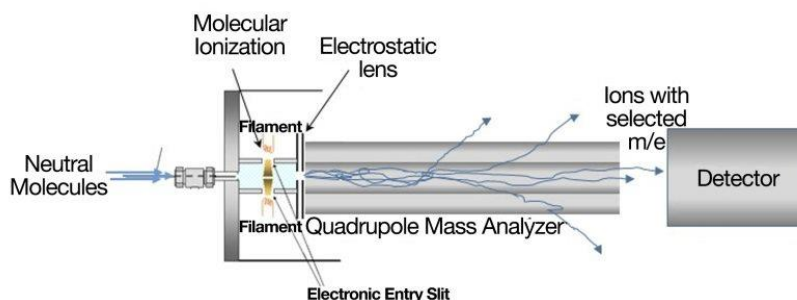


Рисунок 4. Схема принципа работы квадрупольного масс-спектрометра в составе MKS Vision 2000-P.

4. Результаты диагностики

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

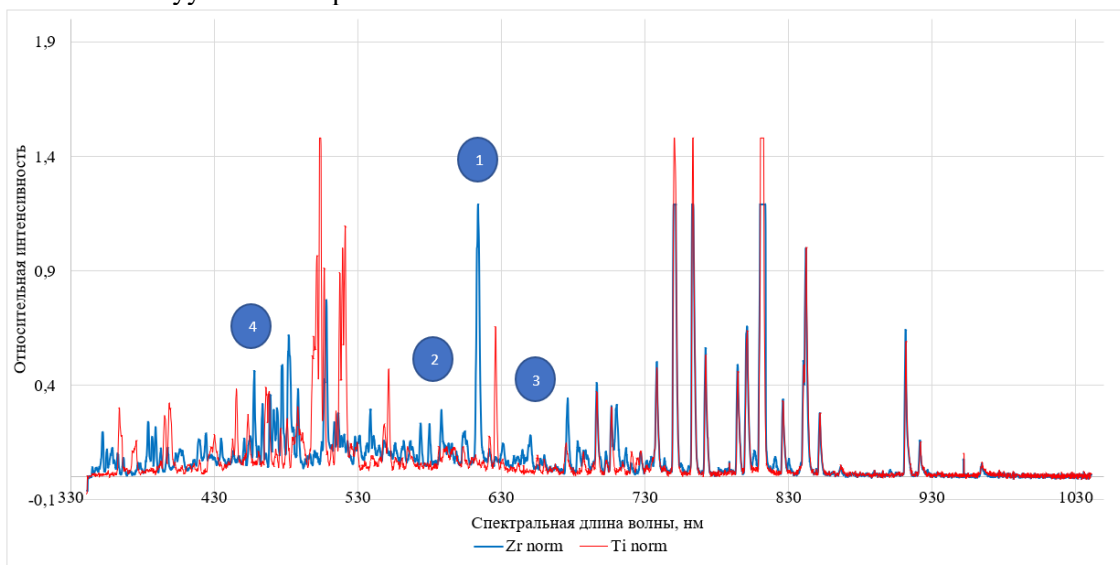
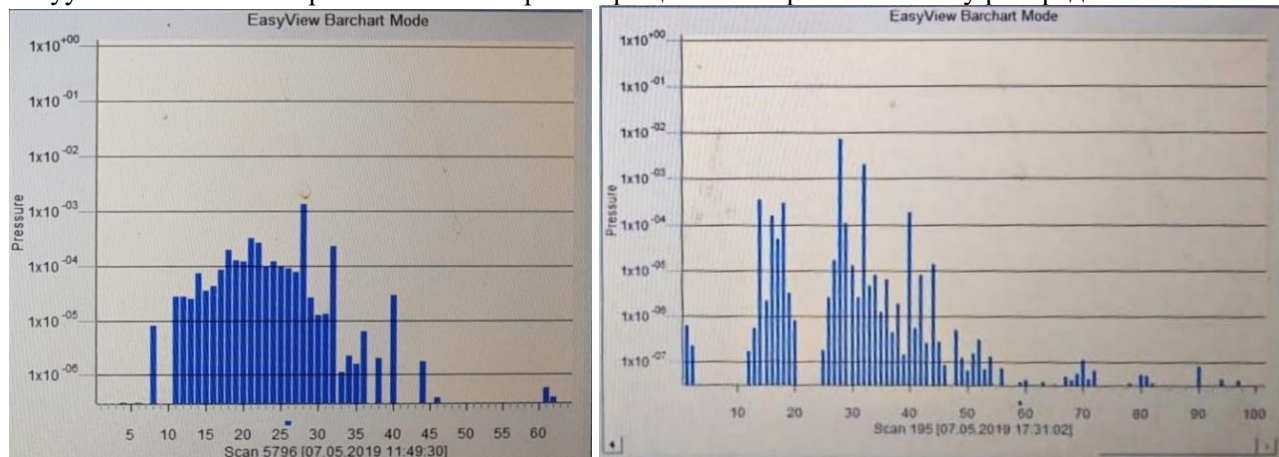


Рисунок 5. Нормированные оптические спектры магнетронного разряда Zr и Ti при следующих равных параметрах технологического процесса: давление в камере $3,5 \times 10^{-3}$ мм рт. ст., рабочий газ - Аргон, ток магнетрона 14,5 А (DC режим), напряжение смещения 50 В.

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

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

При измерении масс-спектров рабочих газов (рисунок 6) в вакуумной камере установлена пульсирующая закономерность изменения картины спектральных линий – большую часть времени (рисунок 6а) состав остаточных газов включает молекулы, с преимущественным, М (отношением массы молекулы к заряду m/z) до 40 единиц, с определенной периодичностью в составе остаточных газов возникают молекулы с М более 50 единиц (рисунок 6б), которые со временем уносятся в систему вакуумной откачки и картина масс-спектра возвращается к первоначальному распределению.



а)

б)

Рисунок 6. Масс-спектры рабочих газов.

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

Таблица 1. Химические соединения, соответствующие линиям масс-спектра.

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

5. Анализ результатов

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

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

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

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

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

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

6. Описание эффекта пульсирующей течи

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

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

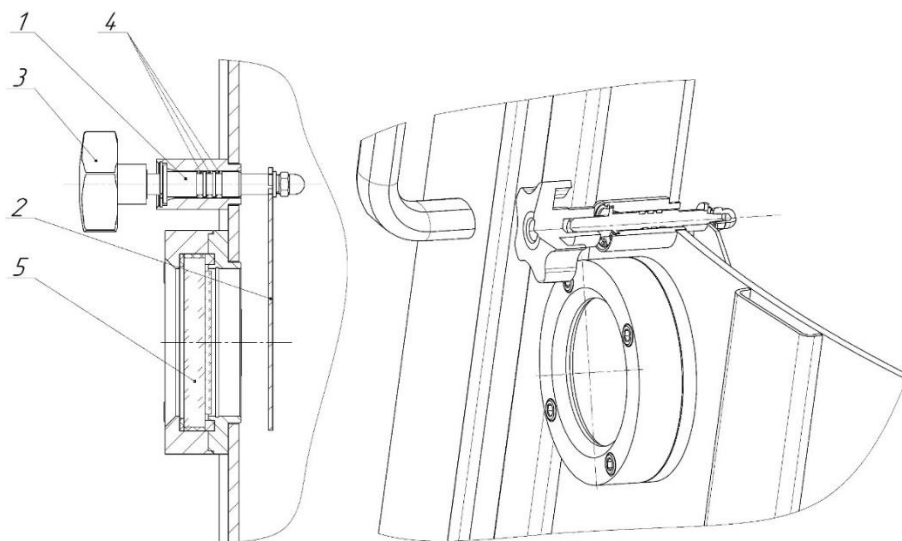


Рисунок 7. Конструкция узла заслонки: 1 – вал; 2 – заслонка; 3 – рукоятка; 4 – уплотнение; 5 – смотровое окно.

7. Выводы

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

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

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

Список литературы

- [1] Розанов Л Н 1990 *Вакуумная техника: Учеб. Для вузов по спец. «Вакуумная техника»*. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Высш. шк. 320 с., ил.
- [2] Демихов К Е, Панфилов Ю В, Никулин Н К и др. 2009 *Вакуумная техника: справочник/под общ. ред. К.Е. Демихова, Ю.В. Панфилова. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение,. 590 с., ил.*
- [3] <https://www.mksinst.com/n/residual-gas-analysis>
- [4] <https://webbook.nist.gov/chemistry/mw-ser/>

К вопросу о системе метрологического обеспечения Российской Федерации в области измерений потоков газов в вакууме и перспективах ее развития

А А Чернышенко

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», 190005, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: vacuum@vniim.ru

Аннотация. В статье приводятся сведения о состоянии системы метрологического обеспечения в области измерений потоков газа в вакууме. Показана необходимость построения и совершенствования системы метрологического обеспечения в области измерений потоков газа в вакууме. Приведена информация о работах по созданию поршневого потокомера в качестве национального эталона потока газа в вакууме, ведущихся в научно-исследовательском отделе госэталонов в области измерений давления ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Сегодня никого не надо убеждать в том, что без измерения потока газа в вакууме не обходится ни одна сфера деятельности человека. Прежде всего, следует отметить огромную важность этих измерений в наукоемких и высокотехнологичных отраслях, таких как атомная промышленность, авиакосмическая промышленность, металлургия, электроника и ряд других. Важно подчеркнуть, что это прежде всего связано с требованиями безопасности эксплуатации технических объектов, создаваемых в высокотехнологичных отраслях науки и техники, и в первую очередь, таких как «Авиакосмическая промышленность», «Атомная энергетика» и других.

Измерения потока газа в вакууме востребованы при решении таких прикладных и научных задач, как: контроль герметичности различных объектов [6; 8]; изучение состава различных материалов, например, водородная диагностика [7]; воспроизведение, хранение и передача единицы давления Па, т. к. в составы большинства национальных эталонов в области высокого и сверхвысокого вакуума входят эталонные средства измерений потока газа в вакууме [1; 4]. При этом используются такие средства измерений и измерительные комплексы потока газа в вакууме, как меры потока газа в вакууме, течеискатели, комплексы контроля герметичности и различные установки для измерений потоков газов в вакууме.

Вместе с тем, несмотря на востребованность и достаточно широкий спектр применения измерений потоков газов в вакууме, на наш взгляд, сегодня в Российской Федерации не выстроена стройная и эффективная система метрологического обеспечения в данной области измерений. Так тревогу вызывает то, что как таковые, отсутствуют первичный (национальный) эталон и государственная поверочная схема для средств измерений потока газа в вакууме. При этом нельзя сказать, что работы по созданию системы метрологического обеспечения в этой области измерений не ведутся. Так во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» были разработаны и эксплуатируются вторичный (рабочий) эталон единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-2006 и локальная поверочная схема для средств измерений потока газа в вакууме, которые выполняют функции национального эталона и государственной поверочной схемы. Кроме того, в различных отраслях ведутся или иницируются работы, направленные на построение системы метрологического обеспечения в области измерений потоков газов в вакууме. Здесь приведу примеры некоторые из таких работ:

- в рамках работы технического комитета по стандартизации ТК 371 «Неразрушающий контроль» разработан и утвержден государственный стандарт ГОСТ Р 59286-2020 Контроль неразрушающий. Течеискание. Термины и определения;
- действует и планируется переработка ГОСТ Р 53177-2008 Вакуумная техника. Определение характеристик масс-спектрометрического метода контроля герметичности в рамках работы технического комитета по стандартизации ТК 249 «Вакуумная техника»;

- ряд отраслей промышленности, например, «Авиакосмическая промышленность», ведут разработку новых отраслевых стандартов по контролю герметичности, взамен устаревших;
- ряд предприятий ведут оснащения эталонными установками, предназначенными для поверки и калибровки мер потока газа в вакууме;
- ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в инициативном порядке ведет разработку нового эталона потока газа в вакууме в рамках работ по совершенствованию эталонной базы.

Очевидно, что даже небольшой перечень примеров инициатив и разработок, направленных на создание системы метрологического обеспечения в области измерений потоков газов в вакууме, свидетельствует об актуальности и важности построения такой системы в Российской Федерации.

Остановимся более детально на работах по построению системы метрологического обеспечения в области измерений потоков газов в вакууме. Как говорилось выше, функции национального эталона РФ в области измерений потоков газов в вакууме выступает вторичный (рабочий) эталон единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-2006. Диапазон измерений эталона: $1.0 \cdot 10^{-12} \dots 1.00 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$; суммарная погрешность, характеризующаяся средним квадратическим отклонением варьируется от 10 до 1.5 %, в зависимости от величины измеряемого потока. Данный эталон реализует несколько методов измерения:

- метод накопления;
- метод постоянного давления;
- метод компарирования.

Метод накопления. Простейшая вакуумная принципиальная схема реализации данного метода приведена на рисунке 1а. При измерении потока методом накопления часть вакуумной системы с источником потока газа 1, вакуумметром 2 отсекается от вакуумного насоса клапаном 3 на фиксированное время. В отсоединенной части вакуумной системы с известным объемом увеличивается давление. Поток определяется на основании уравнения:

$$Q = V \cdot \frac{\partial p}{\partial \tau}, \quad (1)$$

где Q – измеряемый поток газа, истекающий из вакуумной системы или втекающий в нее; V – объем вакуумной системы; $\partial p / \partial \tau$ – изменение давления газа во времени в результате истечения.

Метод постоянного давления. Простейшая вакуумная принципиальная схема реализации данного метода приведена на рисунке 1б. При измерении потока методом постоянного давления часть вакуумной системы с источником потока газа 1, вакуумметром 2 и регулятором - измерителем объема 4 отсекается от вакуумного насоса клапаном 3 на фиксированное время. В отсоединенной части вакуумной системы поддерживается постоянное давление путем увеличения или уменьшения объема отсоединенной от откачки части вакуумной системы. Поток определяется на основании уравнения

$$Q = p \cdot \frac{\partial V}{\partial \tau}, \quad (2)$$

где p – абсолютное давление газа, находящегося в вакуумной системе; $\partial V / \partial \tau$ – изменение объема вакуумной системы во времени, необходимое для поддержания постоянного давления в ней.

Метод компарирования при помощи масс-спектрометра. Этот метод применяется для передачи единицы потока газа в вакууме таким рабочим и эталонным средствам измерений потока газа в вакууме, как меры потока газа в вакууме и течеискатели.

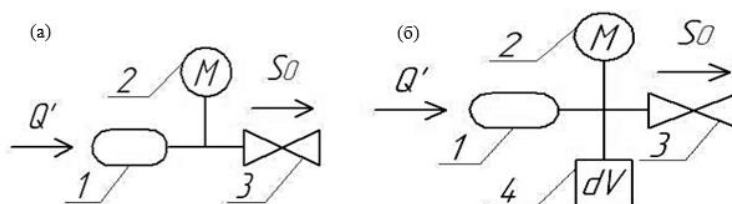


Рисунок 1. Принципиальные вакуумные схемы измерений потока газа в вакууме: (а) – метод накопления, (б) – метод постоянного давления.

Отметим, что первые два метода являются абсолютными.

Государственный вторичный (рабочий) эталон единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-2006 участвовал в ключевых международных сличениях ССМ.Р-К12 [2] с целью установления эквивалентности результатов измерений. Отметим, что по результатам ключевых сличений установлена его эквивалентность, а о самом эталоне можно сказать, что его метрологические характеристики находятся на среднем мировом уровне. И все же, как показали результаты сличений такие метрологически развитые страны, как США, Германия и ряд других имеют эталоны с лучшими метрологическими характеристиками, причем эти лучшие эталоны базируются на реализации метода постоянного давления. К сожалению, в государственном вторичном (рабочем) эталоне единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-2006 оборудование, при помощи которого реализуется метод постоянного давления, не совершенствовалось более тридцати лет, а в сличениях использовался метод накопления. Очевидно было предположить, что метод постоянного давления имеет лучшие по сравнению с другими методами метрологические характеристики [2; 3; 5; 6]. И в ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» был проведен ряд исследований, направленных на разработку эталона потока газа в вакууме, реализующего метод постоянного давления. В итоге, лабораторией государственных эталонов и научных исследований в области измерения низкого абсолютного давления и вакуума ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» была предложена поршневая конструкция эталона потока газа (поршневой потокомер). Схематическое изображение этой конструкции приведено на рисунке 2.

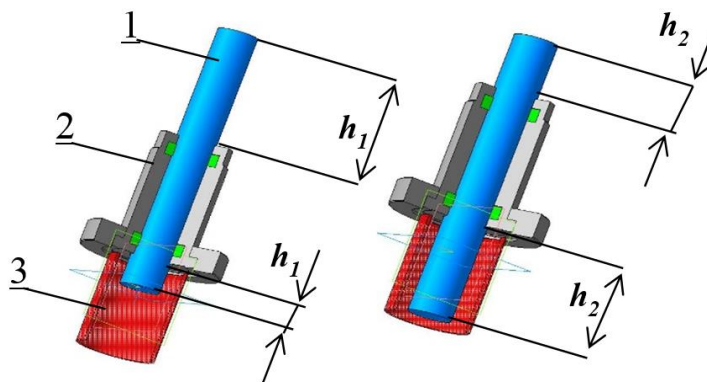


Рисунок 2. Конструкция эталона потока газа в вакууме поршневого типа.

На рисунке 2 представлены: 1 – перемещаемый поршень; 2 – фланец для присоединения к вакуумной системе; 3 – измерительная вакуумная система, из которой происходит истечение газа или в нее.

Уравнение измерений такого потокомера можно записать в виде:

$$Q = p \frac{\partial V}{\partial \tau} = p S \frac{\partial h}{\partial \tau} = p \frac{\pi d^2}{4} \frac{\Delta h}{\Delta \tau} = p \frac{\pi d^2}{4} \frac{|h_1 - h_2|}{|\tau_1 - \tau_2|}, \quad (3)$$

где S – площадь поперечного сечения поршня; d – диаметр поршня; $\partial h / \partial \tau$ – скорость перемещения поршня, необходимая для поддержания постоянного давления в вакуумной системе; $\Delta h = |h_1 - h_2|$ – расстояние, на которое переместится поршень за интервал времени измерений $\Delta \tau = |\tau_1 - \tau_2|$.

Из полученного уравнения измерений следует, что процедура измерений потока газа сводится к измерению относительного перемещения поршня известного диаметра во времени, необходимого для поддержания заданного давления газа p в вакуумной системе. Подчеркнем некоторые отличия и преимущества поршневого потокомера:

- В отличие от метода накопления нет необходимости измерять объем вакуумной системы, измерение которого невозможно выполнить напрямую. Так, при реализации метода накопления процедура измерений объема вакуумной системы, из которой или в которую происходит истечение газа включает несколько этапов: 1) Процедура взвешивания некоего калиброванного объема, пустого и заполненного жидкостью, с последующим расчетом объема через определенную массу жидкости и ее известную плотность; 2) Процедура многократных расширений газа, имеющего давление p_1 , которое измеряется при помощи средств измерений

давлений, из калиброванного объема в измерительный объем вакуумной системы, при этом давление после расширения p_2 также измеряется; 3) Расчет измерительного объема вакуумной системы, из которой или в которую происходит истечения газа на основе уравнения Бойля-Мариотта.

- Очевидно, что столь сложная процедура измерений объема вакуумной системы приводит к существенной потере точности метода накопления. Этого недостатка позволяет избежать поршневой потокомер.
- Кроме того, в отличие от других конструкций эталонов, реализующих метод постоянного давления, например, реализованного в существующем государственном вторичном (рабочем) эталоне единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-2006 сильфонного потокомера (где изменение объема вакуумной системы, необходимого для поддержания постоянного давления, осуществляется при помощи сжатия или растяжения сильфона заполненного жидкостью), поршневой потокомер обладает такими преимуществами, как: 1) Нет необходимости в использовании жидкости; 2) Изменение объема прямо пропорционально перемещению поршня, чего нельзя сказать о потокомере сильфонного типа, поскольку при растяжении и сжатии сильфона изменение его объема зависит от степени сжатия и однородности физических свойств материала, из которого сильфон изготовлен; 3) Кроме того, объем вытесненной из сильфона жидкости, при его сжатии растяжении, необходимо определять косвенным методом, путем взвешивания вытесненной жидкости, что усложняет процедуру измерений и увеличивает погрешность измерений.

С целью определения диапазона измерений поршневого потокомера, а также исходных данных для разработки системы линейного перемещения поршня, лабораторией государственных эталонов и научных исследований в области измерения низкого абсолютного давления и вакуума ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» был предложен и изготовлен макет поршневого потокомера. Фотография макета потокомера приведена на рисунке 3.



Рисунок 3. Макет поршневого потокомера.

Как видно, макет конструкции поршневого потокомера позволил выявить такие его преимущества, как компактность (максимальный габаритный размер не превышает 20 см), универсальность (макет имеет унифицированный стандартный вакуумный фланец для присоединения к измерительной вакуумной системе), что позволяет его внедрять практически в любую существующую вакуумную систему. Подчеркнем еще некоторые очевидные преимущества поршневого потокомера. Во-первых, его применение позволяет отказаться от сложной измерительной системы длины - достаточно использовать промышленно выпускаемые механические системы позиционирования (например, шаговый двигатель). Во-вторых, существенным преимуществом является существующая отлаженная

методика измерения диаметра поршня, поскольку данная методика аналогична методике измерения диаметров поршней грузопоршневых манометров.

Дальнейшие исследования макета поршневого потокомера включали следующие работы:

- были проведены измерения собственного натекания разработанной конструкции, которое составило величину порядка $1 \cdot 10^{-7}$ Па·м³/с, что позволяет полагать, что нижний предел измерений составит величину порядка $1 \cdot 10^{-7}$ - $1 \cdot 10^{-8}$ Па·м³/с;
- были определены усилия, необходимые для приведения в движение измерительного поршня, которые составили силу порядка 100 Н, что необходимо знать для разработки системы линейного позиционирования поршня.

Также, в ходе исследовательских работ был построен проект системы метрологического обеспечения в области измерений потоков газа в вакууме в виде структурно-иерархической схемы, приведенной на рисунке 4.

Подчеркну еще раз, что такую иерархическую схему возможно построить именно благодаря таким преимуществам поршневого потокомера, как компактность, унификация и достаточная простота конструкции. Все это позволяет использовать поршневой потокомер не только в качестве эталона, но и в качестве рабочих средств измерений потока газа в вакууме, таких как, например, задатчики потоков газов в составах испытательных комплексов контроля герметичности.



Рисунок 4. Структурно-иерархическая схема системы метрологического обеспечения в области измерений потоков газа в вакууме на базе поршневого потокомера.

В заключение скажу, что мы сегодня в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» сосредотачиваем усилия на работах по созданию поршневого потокомера в качестве именно национального эталона потока газа в вакууме. Для этого проводятся такие инициативные работы, как разработка вакуумной принципиальной схемы поршневого потокомера с целью выбора приобретаемых стандартных компонентов вакуумной системы потокомера, а также разработка и выбор системы позиционирования поршня, с целью выполнения проектировочного расчета метрологических характеристик поршневого потокомера. На мой взгляд, это одно из перспективных направлений в построении эффективной системы метрологического обеспечения в области измерений потоков газов в вакууме. И мы приглашаем к дискуссии и сотрудничеству всех, кто имеет конструктивные идеи и предложения для реализации таких задач.

Список литературы

- [1] Fedchak J A, Bock Th and Jousten K 2014 Bilateral key comparison CCM.P-K3.1 for absolute pressure measurements from 3×10^{-6} Pa to 9×10^{-4} Pa *Metrologia* **51**
- [2] Jousten K, Arai K, Becker U, Bodnar O, Boineau F, Fedchak J A, Gorobey V, Wu Jian, Mari D, Mohan P, Setina J, Vičar M and Yu Hong Yan 2013 Draft B report Results and evaluation of key comparison CCM.P-K12 for very low helium flow rates (leak rates) *Metrologia* **50**
- [3] Padden H 2008 Dissemination of primary Gas Flow Standards. *IMEKO international Measurement Conference*
- [4] Gorobei V N, Izrailov E K, Kuvandykov R E, Fomin D M and Chernyshenko A A 2018 New state primary standard GET 49-2016 of reproduction pressure unit in range 10^{-6} – 10^3 Pa *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* **387** conference 1
- [5] Wu J and Chua H A 2006 A new primary gas flow standard for flow rate measurement 0.001 to 1000 nanomol/S *XVIII IMEKO World Congress*
- [6] Чернышенко А А 2020 *Теоретические и практические вопросы разработки эталона для поверки и калибровки мер потока газа в вакууме* (СПб. : Редакция «Парадигма»)
- [7] Полянский А М, Полянский В А, Пронин А Н, Горобей В Н и Чернышенко А А 2012 Метрологическое обеспечение измерений содержания водорода в материалах для повышения технологической безопасности объектов оборонного комплекса *Вестник метролога* **4** сс 30-3
- [8] Горобей В Н, Чернышенко А А и Колчанов И П 2012 Разработка градуировочной схемы для масс-спектрометрического контроля герметичности сборок космических аппаратов в вакуумной камере *Вакуумная техника и технология* **22(4)** сс 207-11

Совершенствование диафрагмы большой проводимости из состава установки эталонной 1-го разряда вакуумметрической редукционной ВОУ-1

Д Е Сенатов и А А Чернышенко

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», 190005, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: d.e.senatov@vniim.ru, vacuum@vniim.ru

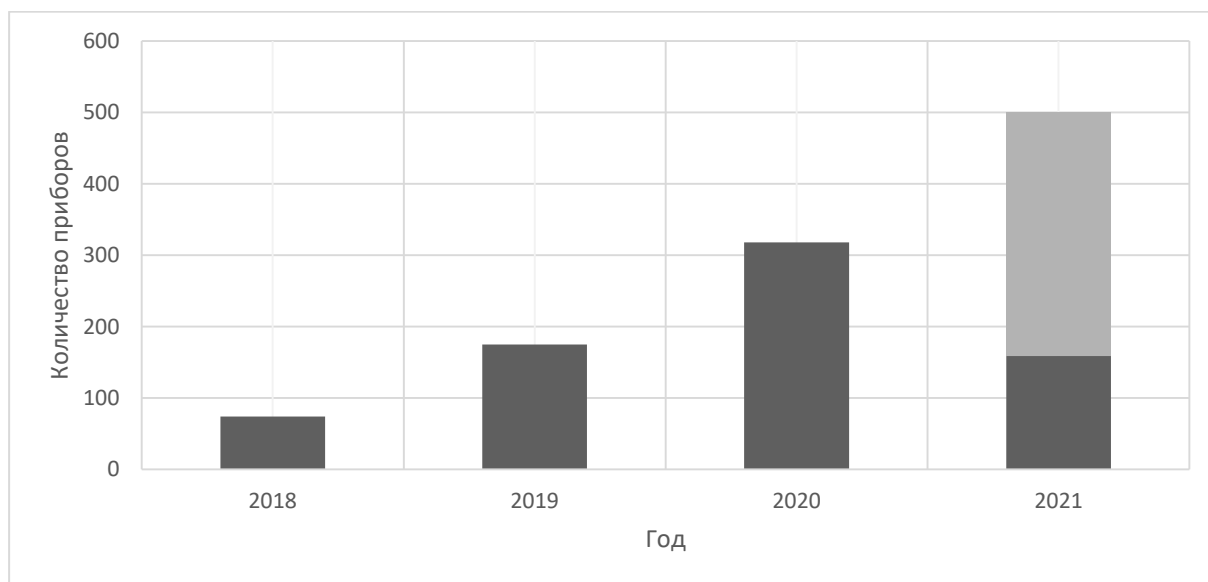
Аннотация. В статье отмечен рост количества новых вакуумметров, проходящих первичную поверку во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева». Результаты представлены в статье в виде таблицы, отражающей рост количества вакуумметров наиболее распространенных модификаций, проходящих первичную поверку за период с 2018 по первый квартал 2021 гг. Также приведена диаграмма отражающая общий рост количества новых вакуумметров, проходящих первичную поверку. В статье упомянуты принципы измерений, реализуемых эталонной установкой 1-го разряда вакуумметрической редукционной (ВОУ-1). Приведены чертежи диафрагм установленной в установке и разрабатываемой в рамках совершенствования установки. Приведен расчёт в общем виде, показывающий как изменятся характеристики установки после замены диафрагмы.

В настоящее время измерения низких абсолютных давлений и вакуума приобретают все большее значение в науке и промышленности РФ, особенно в высокотехнологичных отраслях промышленности. Об этом говорят данные собранные и систематизированные в научно-исследовательском отделе госэталонов в области измерений давления. Так, в [1] был отмечен рост числа поверяемых в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» высокоточных средств измерений (далее – СИ) низких абсолютных давлений – вакуумметров за последние 10 лет. Следует отметить, что в общем количестве поверяемых вакуумметров, существенно возросла доля новых вакуумметров, проходивших первичную поверку во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» за последние три года. В таблицах 1 приведены данные по количеству новых вакуумметров, проходивших первичную поверку во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» в период с 2018 г. до первого квартала 2021 г.

Таблица 1. Количество первичных поверок во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева по годам.

Наименование прибора	2018	2019	2020	за первый квартал 2021
AIGX	3	14	71	55
PCG550	—	—	—	5
ITR200	—	—	3	2
WRG	31	91	56	25
Pirani	7	13	—	2
MTH10D	1	1	—	14
MTP4D	—	1	1	28
APG	9	21	28	7
ITR90	—	4	10	4
TTR	—	—	79	16
PKR251	2	14	7	1
TPR280	—	3	3	—
MPT200	1	—	2	—
CDG045D	—	1	48	—
CC-10	6	5	1	—
HPT200	—	—	2	—
CVG101	3	4	4	—
IGM402	3	—	2	—
MP4AR	4	—	—	—
CCR361	4	—	—	—
CVM211	—	3	1	—
Всего	74	175	318	159

На рисунке 1 отражена динамика роста числа первичных поверок вакуумметров по годам.

**Рисунок 1.** Количество первичных поверок вакуумметров во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева по годам.

На графике в 2021 году черным указано количество поверок за первый квартал, а серым прогнозируемое количество поверок до конца года. На наш взгляд, высокие темпы роста количества первичных поверок вакуумметров прежде всего говорят о высоких темпах развития высокотехнологичных отраслей промышленности, а также о высокой государственной поддержке их развития. Такой взгляд позволяет научно-исследовательскому отделу госэталонов в области измерений

давления ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» обозначить актуальность таких научных и прикладных задач, как:

- разработка современных вакуумметров отечественного производства;
- разработка и совершенствование эталонного оборудования, предназначенного для поверки и калибровки средств измерений низких абсолютных давлений и вакуума.

Одной из работ, направленной на совершенствование эталонного оборудования ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», предназначенного для поверки и калибровки средств измерений низких абсолютных давлений и вакуума является научно-исследовательская работа «Совершенствование установки эталонной 1-го разряда вакуумметрической редукционной ВОУ-1». Данная установка применяется для поверки большинства вакуумметров из таблицы 1. Установка имеет следующие метрологические характеристики: диапазон измерений давления $1,0 \cdot 10^{-7} - 1,00 \cdot 10^3$ Па, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm(7...3)\%$.

Широкий диапазон измерений установки обеспечивается реализацией нескольких принципов измерений, таких как:

- метод статического расширения;
- динамический метод редукции;
- метод непосредственного сличения.

В настоящий момент времени основной задачей совершенствования установки эталонной 1-го разряда вакуумметрической редукционной ВОУ-1 является улучшение метрологических характеристик динамического метода редукции. Метод основан на понижении давления газа, проходящем при установившемся молекулярном режиме течения газа через отверстия известных проводимостей. Упрощенная схема реализации динамического метода редукции представлена на рисунке 2. В камере исходного давления CV3, устанавливается давление P_0 , при ее постоянной откачке вакуумным насосом и через диафрагму A2. Измерительная камера CV2 также откачивается сверхвысоковакуумным насосом через диафрагму A1. В режиме молекулярного течения газа давление в камере CV2, к которой подключен поверяемый вакуумметр, определяется по формуле:

$$P = K_{уст.} \cdot P_0, \quad (1)$$

где $K_{уст.}$ определяется по формуле (2).

$$K_{уст.} = \frac{U_0}{U}, \quad (2)$$

где U_0 , U – проводимости диафрагм A2 и A1.

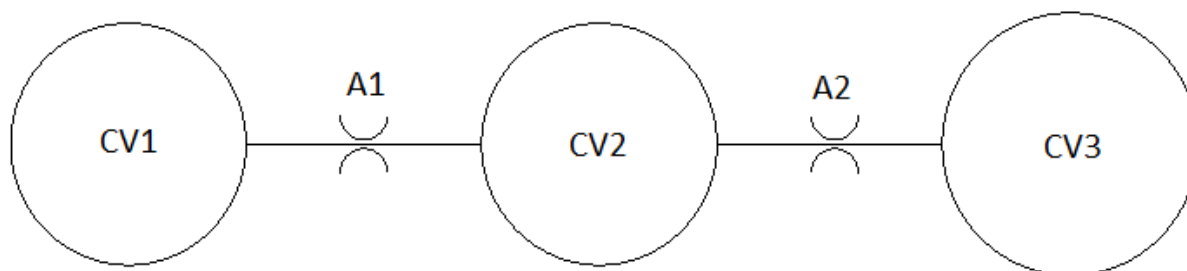


Рисунок 2. Схема соединения вакуумных камер установки ВОУ-1.

В качестве отверстия известной проводимости A1 в настоящее время выступает диафрагма с отверстием диаметром порядка 10 мм. Ее эскиз представлен на рисунке 3а. Данная диафрагма относительно проста в изготовлении, однако ограничивает возможности по расширению диапазона измерений метода редукции, поскольку:

- верхний предел воспроизводимого данным методом давления ограничивается критерием соблюдения молекулярного режима течения через диафрагму A1 и для диаметра 10 мм составляет величину порядка $1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-2}$ Па, таким образом, для расширения диапазона измерений в область низкого вакуума необходимо уменьшать проводимость диафрагмы A1, т.е. уменьшать диаметр отверстия D_1 ;

- с другой стороны, для расширения диапазона измерений давлений в область высокого и сверхвысокого вакуума, в соответствии с выражениями 1 и 2, необходимо увеличивать проводимость диафрагмы А1, диаметр отверстия D_1 .

С целью обойти эти взаимоисключающие факторы научно-исследовательский отдел госэталонов в области измерений давления предлагает изготовить новую диафрагму, общий вид которой представлен на рисунке 3б.

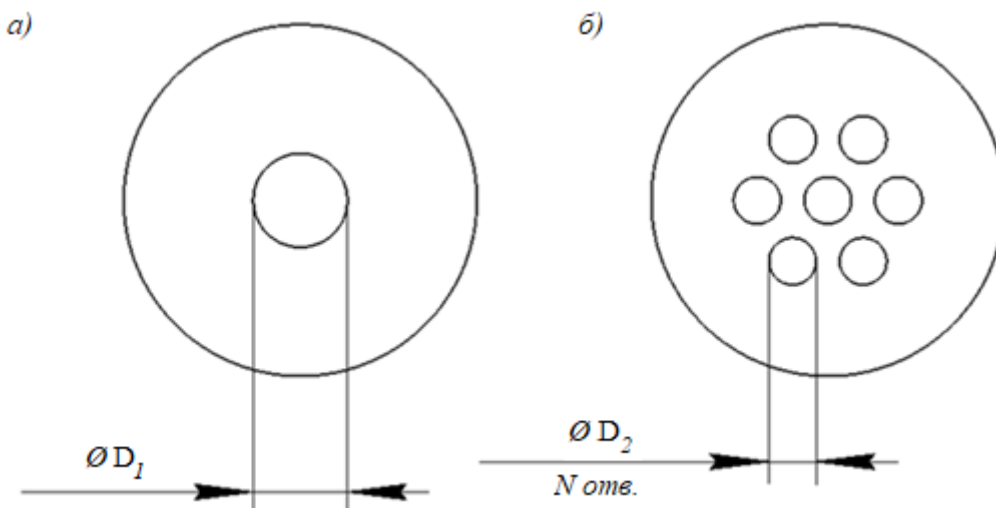


Рисунок 3. Общий вид диафрагмы большой проводимости редукционной установки: (а) существующей на данный момент; (б) разрабатываемый в рамках работ по совершенствованию редукционной установки.

Новая диафрагма, в отличие от существующей, будет иметь не одно отверстие, а N отверстий диаметром D_2 . При этом диаметр этих отверстий будет меньше диаметра отверстия существующей диафрагмы, т.е. $D_2 < D_1$. Покажем на сколько увеличится верхний предел измерений динамического метода редукции установки, если диаметр отверстий новой диафрагмы будет в n раз меньше, чем диаметр отверстия существующей, т.е. $D_2 = D_1/n$.

Известно, что режим течения газа в вакуумной системе определяется отношением частоты столкновений между молекулами к частоте столкновений молекул со стенками: критерием Кнудсена - K_n , который в соответствии с [2] определяется выражением:

$$K_n = \frac{L}{d_{эф}}, \quad (3)$$

где L – средняя длина свободного пути молекул газа;

$d_{эф}$ – эффективный размер вакуумной системы установки, который принимается равным диаметрам отверстий диафрагм.

Для молекулярного режима течения газа критерий Кнудсена должен быть $K_n < 1,5$. Для расчёта возьмем пограничное значение $K_n = 1,5$.

Тогда в соответствии с выражением (3), длина свободного пути молекул газа при $K_n = 1,5$ для существующей диафрагмы определяется по формуле:

$$L_1 = 1,5 \cdot D_1. \quad (4)$$

Для разрабатываемой диафрагмы длина свободного пути молекул газа при $K_n = 1,5$ определяется по формуле:

$$L_2 = 1,5 \cdot D_2 = 1,5 \cdot \frac{D_1}{n} = \frac{L_1}{n}. \quad (5)$$

Используя для расчет длины свободного пути молекул газа можно применить формулу ([2], формула 1.46):

$$L = \frac{6,7 \cdot 10^{-3}}{p}, \quad (6)$$

где p – давление в измерительной камере.

Можно определить соотношение значений пограничных давлений газа, при которых еще соблюдаются молекулярные режимы течения газа, в случаях использования существующей и новой диафрагм по формулам:

$$\frac{p_1}{p_2} = \frac{L_1}{L_2} = \frac{n \cdot L_1}{L_1} = n, \quad (7)$$

$$p_2 = n \cdot p_1, \quad (8)$$

где p_1 – пограничное давление газа, при использовании существующей диафрагмы; p_2 – пограничное давление газа, при использовании новой диафрагмы.

Таким образом видно, что использование разрабатываемой диафрагмы с диаметрами отверстий в n раз меньшими, чем диаметр отверстия существующей диафрагмы, позволит увеличить верхний предел воспроизводимого в измерительной камере давления p_2 в n раз.

Положим теперь, что количество отверстий в разрабатываемой диафрагме будет N . Воспользуемся уравнением для расчета проводимости круглого отверстия ([2], таблица № 3.7):

$$U = 91 \cdot D^2, \quad (9)$$

где D – диаметр отверстия диафрагмы; U – расчетная проводимость диафрагмы.

Тогда проводимость существующей диафрагмы будет определяться по формуле (10).

$$U_{D1} = 91 \cdot D_1^2, \quad (10)$$

Проводимость диафрагмы с диаметром отверстия $D_2 = \frac{D_1}{n}$ будет определяться по формуле:

$$U_{D2} = 91 \cdot D_2^2 = \frac{91 D_1^2}{n^2}, \quad (11)$$

Следовательно, проводимость диафрагмы с N отверстиями можно рассчитать в соответствии с формулой:

$$U_{D2 \text{ сумм}} = N \cdot \frac{91 D_1^2}{n^2}. \quad (12)$$

Определим соотношение проводимостей этих двух диафрагм по формуле:

$$\frac{U_{D2 \text{ сумм}}}{U_{D1}} = \frac{N \cdot 91 \cdot D_1^2}{n^2 \cdot 91 \cdot D_1^2} = \frac{N}{n^2}. \quad (13)$$

Из полученного соотношения следует, что в разрабатываемой диафрагме можно изготовить такое количество отверстий N , чтобы проводимость разрабатываемой диафрагмы была равна или больше существующей. Другими словами, должно выполняться неравенство:

$$\frac{U_{D2 \text{ сумм}}}{U_{D1}} \geq 1. \quad (14)$$

При выполнении этого условия, из уравнений измерений динамического метода редукции (1) и (2) следует, что при одном и том же давлении в камере исходного давления, величина воспроизводимого в измерительной камере давления будет во столько раз меньше, во сколько раз будет больше проводимость разрабатываемой диафрагмы по сравнению с существующей.

В заключении необходимо сказать, что во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» постоянно ведутся работы, направленные на совершенствование эталонной базы РФ в области измерений низких абсолютных давлений. Одной из таких работ является научно-исследовательская работа, направленная на совершенствование эталонной установкой 1-го разряда вакуумметрической редукционной (ВОУ-1), в рамках которой разрабатывается новая диафрагма большой проводимости. Разработка, изготовление и внедрение новой диафрагмы позволит улучшить метрологические характеристики эталонной установкой 1-го разряда вакуумметрической редукционной, в частности, расширить диапазон измерений, как в область высокого вакуума, так и в область низкого вакуума.

Список литературы

- [1] Сенатов Д Е и Чернышенко А А 2020 Некоторые вопросы совершенствования установки эталонной 1-го разряда вакуумметрической редукционной ВОУ-1 *Труды 27-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ – 2020»* (СПб. : Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ») с. 36-39
- [2] Розанов Л Н 1990 *Вакуумная техника* (М. : Высшая школа)

Меры потока газа с диапазоном воспроизведения потока от $5 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ Па·м³/с, применяемые при контроле герметичности газовыми методами

Д М Фомин¹ и М Л Виноградов²

¹ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», 190005, Санкт-Петербург, Россия

² ООО «Вактрон», 198411, Санкт-Петербург, Ломоносов, Россия

E-mail: D.M.Fomin@vniim.ru, mv@vactron.org

Аннотация. В статье рассматриваются основные причины востребованности мер потока газа с диапазоном воспроизведения потока от $5 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ Па·м³/с, применяемые при контроле герметичности газовыми методами. Представлена разработка компании ООО «Вактрон» – контрольная течь ВАКТРОН ВКТ.

Контроль герметичности газовыми методами проводят с целью проверки на герметичность испытуемого объекта нормам, заданным в конструкторской документации. Контроль герметичности в основном проводят на аттестованном испытательном оборудовании в соответствии с ГОСТ Р 8.568-2017 «ГСИ. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения». В случае проведения испытаний по оценке соответствия оборонной продукции аттестацию выполняют с учетом требований ГОСТ РВ 0008 002 2013 «ГСИ. Аттестация испытательного оборудования, применяемого при оценке соответствия оборонной продукции. Организация и порядок проведения».

Основными средствами измерений, входящими в состав стендов контроля герметичности, являются течеискатели масс-спектрометрические гелиевые, меры потока газа (контрольные течи) и вакуумметры. Испытательное оборудование, используемое при обязательной сертификации продукции, при испытаниях продукции на соответствие обязательным требованиям технических регламентов, при производстве продукции, поставляемой по контрактам для государственных нужд, и в других случаях, когда к ней установлены обязательные требования, должны применяться средства измерения утвержденных типов, экземпляры средств измерения должны быть поверены. Для проведения испытания в сферах, где не установлены специальные требования, допускается использовать калиброванные средства измерений [1].

На данный момент времени на рынке средств измерений течеискателей масс-спектрометрических гелиевых представлено 9 типов серийно-выпускаемых приборов, в том числе один серийно-выпускаемый течеискатель масс-спектрометрический гелиевый МС-4 производства отечественной компании ООО «НПФ «Прогресс» (г. Санкт-Петербург). Вакуумметров для контроля давлений не ниже 10^{-2} Па на рынке представлено, большое количество, в том числе отечественного производства. Основной проблемой при комплектовании стендов для контроля герметичности является выбор мер потока газа (контрольных течей).

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

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

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

Из таблицы видно, что самые распространённые в нашей стране меры потока (течи гелиевые) Гелит 1 и Гелит 2 имеют достаточно узкий диапазон воспроизведения потока, импортные меры потока (течи гелиевые) имеют более широкий диапазон, однако основными их недостатками являются сроки поставки и стоимость.

Меры потока (контрольные течи) позволяют настроить течеискатель масс-спектрометрический гелиевый (далее – течеискатель) для получения корректной количественной характеристики герметичности в конкретных условиях испытаний. Основное уравнение, используемое в течеискателях для расчета величины потока натекания Q , имеет вид:

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

где $Q_{ЭТ}$ – величина потока меры потока (контрольной течи), установленной в течеискатель или в вакуумную систему, указанная в свидетельстве о поверке (калибровке) меры потока (контрольной течи); $\alpha_{изм.}$ – значение потока пробного газа от вакуумной системы или от объекта контроля, измеряемое течеискателем в реальном времени; $\alpha_{изм.эт.}$ – значение потока пробного газа от меры потока (контрольной течи), установленной в течеискатель (или в вакуумную систему), измеряемое течеискателем; α_{ϕ} – фоновый сигнал [2].

Как видно из формулы, меры потока (контрольные течи) вносят значительный вклад в точность и достоверность полученных в ходе испытаний результатов. Использование мер потока (контрольных течей) позволяет убедиться в достоверной регистрации течеискателем потока пробного газа, а также имитировать наихудший и наиболее далеко расположенный от течеискателя дефект в объекте контроля. По этой причине, при испытаниях объектов контроля больших объемов следует производить настройку течеискателя с помощью мер потока (контрольных течей), расположенных на максимально удаленной части объекта контроля, для определения реальной чувствительности течеискателя.

В последнее время самым распространенным нормативным документом, применяемым на предприятиях для проведения контроля на герметичность, является ГОСТ Р 50.05.01-2018 «Система оценки соответствия в области использования атомной энергии. Оценка соответствия в форме контроля. Унифицированные методики. Контроль герметичности газовыми и жидкостными методами». В соответствии с данным нормативным документом определены 5 классов герметичности объектов контроля указанные в таблице 2.

Таблица 2. Классы герметичности объектов.

Класс герметичности	Диапазоны допустимых величин потоков пробного газа через течи объекта контроля при рабочем давлении, Па·м ³ /с
I	от $5 \cdot 10^{-11}$ до $5 \cdot 10^{-10}$ включительно
II	от $5 \cdot 10^{-10}$ до $5 \cdot 10^{-9}$ включительно
III	от $5 \cdot 10^{-9}$ до $5 \cdot 10^{-7}$ включительно
IV	от $5 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-6}$ включительно
V	от $5 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ включительно

В соответствии с ГОСТ Р 50.05.01-2018 меры потока (контрольные течи) для настройки и оценки параметров способа контроля герметичности должны иметь величину потока пробного вещества в пределах диапазона норм герметичности, соответствующего заданному классу герметичности объекта. Таким образом, в состав стенда для контроля на герметичность должно входить необходимое количество мер потока (контрольных течей), чтобы обеспечить возможность контроля на необходимое количество классов герметичности.

В настоящее время для обеспечения проведения контроля герметичности на IV и V классы герметичности нет мер потока (контрольных течей) отечественного производства утвержденного типа средства измерений.

В 2019 году компанией ООО «Вактрон» по заказу ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» были разработаны и изготовлены новые капиллярные (диффузионные) меры потока – контрольные течи ВАКТРОН ВКТ с возможностью заполнения различными пробными газами.

Контрольные течи ВАКТРОН ВКТ представляют собой герметичный металлический баллон, с одной стороны которого имеется фланец стандарта DN25KF для присоединения течи к испытываемой вакуумной системе, внешний вид контрольных течей ВАКТРОН ВКТ представлен на рисунке 1, также на рисунке 2 представлен процесс настройки стенда контроля герметичности с помощью контрольной течи ВАКТРОН ВКТ перед испытаниями способом щупа.

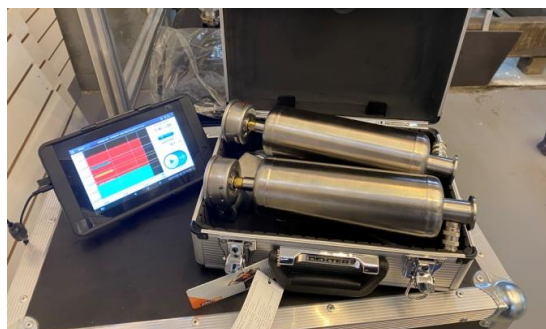


Рисунок 1. Внешний вид контрольных течей ВАКТРОН ВКТ.

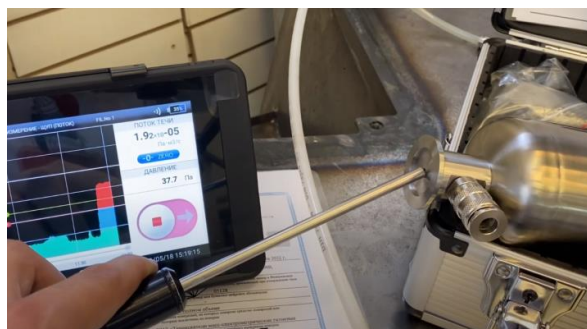


Рисунок 2. Процесс настройки стенда контроля герметичности с помощью контрольной течи ВАКТРОН ВКТ перед испытаниями способом щупа.

Стенки баллона образуют замкнутый объем, заполненный пробным газом. В процессе работы происходит истечение пробного газа через проницаемый элемент [3]. Все металлические элементы контрольной течи изготовлены из нержавеющей стали. Контрольные течи заправляются производителем до установленного давления пробного газа и опломбировываются. Технические характеристики контрольных течей ВАКТРОН ВКТ представлены в таблице 3.

Таблица 3. Технические характеристики контрольной течи ВАКТРОН ВКТ.

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон значений воспроизводимого потока пробного газа при температуре $(27 \pm 0,5)^\circ\text{C}$, $\text{Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ (поток пробного газа устанавливается при производстве в соответствии с запросом)	от $1 \cdot 10^{-7}$ до $1 \cdot 10^{-4}$
Температурная поправка к потоку, град^{-1}	2%
Пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения потока, %	± 30
Температура эксплуатации, $^\circ\text{C}$	от 10 до 40
Диапазон давления в баллоне, МПа	от 0,1 до 1
Возможность заполнения газами	гелий, азот (возможна заправка другими газами)
Выходной фланец	DN25KF (возможны другие виды фланцев)
Масса не более, кг	3

Для обеспечения предприятия контрольными течами на весь диапазон классов герметичности ООО «Вактрон»ставляет комплект гелиевых течей КГТ, который включает в себя меры потока Гелит-1, Гелит-2, а также контрольные течи на большие потоки пробного газа (гелия) ВАКТРОН ВКТ. В комплект гелиевых течей КГТ входит клапан, предназначенный для перекрытия контрольных течей в процессе настройки течеискателя, а также переходник, который позволяет герметично подключить контрольные течи к объектам контроля. Внешний вид комплекта гелиевых течей КГТ представлен на рисунке 3.

**Рисунок 3.** Вид комплекта гелиевых течей КГТ.

Из комплекта гелиевых течей специалисту, проводящему работы по контролю герметичности, перед проведением испытаний необходимо выбрать для настройки течеискателя контрольную течь, максимально близкую к норме герметичности – то есть к потоку пробного газа, который отделяет годное изделие от негодного в процессе контроля.

Истечение контрольных течей ВАКТРОН ВКТ возможно, как на вакуум, так и на атмосферу. Также стоит отметить простоту самостоятельно заполнения баллона пробным газом. В зависимости от давления пробного газа в баллоне существует возможность регулировки значения потока. На рисунке

4 приведен график зависимости потока контрольной течи ВАКТРОН ВКТ от давления заправки пробным газом (в данном случае гелием).

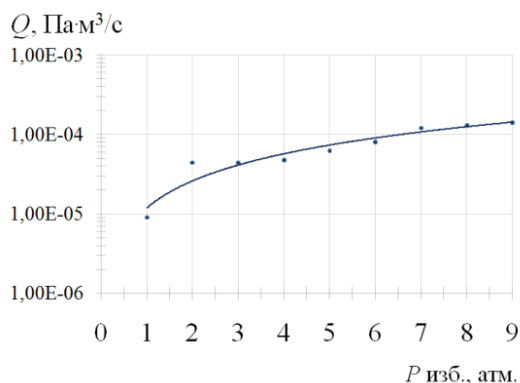


Рисунок 4. График зависимости потока контрольной течи ВАКТРОН ВКТ от давления заправки гелием.

В настоящий момент времени контрольные течи ВАКТРОН ВКТ не внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (Госреестр СИ) в качестве средств измерений. Компания ООО «Вактрон» неоднократно предоставляла в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» на калибровку контрольные течи ВАКТРОН ВКТ для определения значения потока пробного газа. Калибровка проводилась на государственном вторичном (рабочем) эталоне единицы потока газа в вакууме в диапазоне от $1 \cdot 10^{-12}$ до $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ (ГВЭТ 49-2-2006). В процессе калибровки метрологические характеристики не превышали значений, заявленных производителем.

Предполагается в дальнейшем проведение испытаний с целью утверждения типа средств измерений контрольных течей ВАКТРОН ВКТ. Утверждение типа средств измерений контрольных течей ВАКТРОН ВКТ позволит решить вопрос комплектования стендов для контроля герметичности отечественными средствами измерений.

Список литературы

- [1] ГОСТ 8.568-2017. Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения [Текст]. - Взамен ГОСТ 8.568-97 ; введ. 2018-08-01
- [2] Фомин Д М 2020 Метрологическое обеспечение мер потока газа в вакууме *НАНОИНДУСТРИЯ. СПЕЦВЫПУСК 2020 13 2s*, АО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА», сс 78-83
- [3] Vinogradov M L et al. 2015 Gas Permeation through Vacuum Materials: Mass-spectrometry Measurement System *Vakuum in Forschung und Praxis* 27 3 pp 26-9

К вопросу обезгаживания токоприемных деталей коллекторов электронов из графита различных марок

Н И Бабкова, Л Т Баймагамбетова, Д И Кириченко, Д А Нестеров, В И Шестеркин и В Л Шнирельман

АО «НПП «Алмаз», 410033, Саратов, Россия

E-mail: NesterovDA@almaz-rpe.ru

Аннотация. Представлены результаты экспериментальных исследований обезгаживания деталей из графитов марки МПГ-7, МИГ-2 и пиролитического изотропного графита (ПГИ) при нагреве до температуры 550 °С и остывании до комнатной температуры.

1. Введение

Проблема газоотделения и обезгаживания деталей и узлов электровакуумных приборов космического применения сохраняет свою актуальность при возрастающих требованиях по срокам их эксплуатации до 150 тысяч часов и более. Указанный временной ресурс работы таких приборов как лампы бегущей волны (ЛБВ), как правило, ограничен ресурсом сохранения эмиссионной способности используемых в их конструкции металлопористых катодов. Для сохранения необходимой эмиссионной способности катода внутри прибора необходимо, чтобы давление в приборе было не хуже $1 \cdot 10^{-7}$ Торр. С этой целью все детали в составе прибора подвергаются тщательной химической очистке и отжигу. Собранный прибор откачивается до давления остаточных газов $1 \cdot 10^{-7}$ Торр с выдержкой при температуре 550 °С в течение 10-15 ч. Затем детали прибора подвергаются обезгаживанию в рабочем режиме испытания под воздействием электронного пучка от электронной пушки до коллектора электронов.

Одним из важнейших направлений вакуумной электроники, где сохранение давления остаточных газов наиболее критично ввиду требования по обеспечению ресурса до 200 тыс. ч. и более является создание приборов космического применения с минимально возможными массогабаритными характеристиками и КПД более 65%. В приборе после окончательной тренировки прибора геттерно-ионный насос (ГИН) скучивается и далее поддержание вакуума в отпаянном приборе осуществляется с помощью титановых пористых газопоглотителей.

Когда все физические, конструктивные и технологические возможности увеличения КПД ЛБВ практически исчерпаны, единственной возможностью его увеличения является уменьшение обратного потока электронов из коллектора за счет применения в качестве токоприемных элементов коллекторов электронов материалов с минимально возможным коэффициентом вторичной электронной эмиссии (КВЭЭ). Как известно, к таким материалам относятся материалы из углерода в различных его модификациях: искусственные графиты (МПГ-6, 7, 8) и пиролитический графит (ПГ), как изотропный (ПГИ), так и анизотропный (ПГА). ПГ является плотным, безпористым высокотемпературным материалом, что делает его привлекательным для изготовления токоприемных элементов коллекторов электронов. К недостаткам ПГ относится сложный процесс их получения, который требует дорогостоящего оборудования. Все углеродные материалы являются химически инертными, они не смачиваются без металлизации расплавами большинства металлов. Однако после металлизации возможно получить неразъемные соединения данных деталей с керамикой и металлами с помощью припоев на основе золота и меди [1].

Достоинством искусственного графита марки МПГ является его доступность на отечественном рынке. К недостаткам относится наличие открытой и закрытой пористости [2], что, с одной стороны, увеличивает время обезгаживания деталей, а с другой облегчает процесс металлизации поверхности перед пайкой.

В данной работе приведены результаты исследований процесса обезгаживания различных марок искусственных графитов с целью оценки возможности их использования в качестве материала для изготовления токоприемных элементов коллекторов ЛБВ.

2. Макет для исследования давления остаточных газов

Исследования проводились на образцах из графитов марок МПГ-7, МИГ-2, ПГИ. Детали цилиндрической формы в форме таблетки диаметром 10 мм и высотой 5 мм были закреплены в катододержатель катодо-подогревательного узла (КПУ), который используется в мощной промышленно выпускаемой ЛБВ (рисунок 1 а, б).

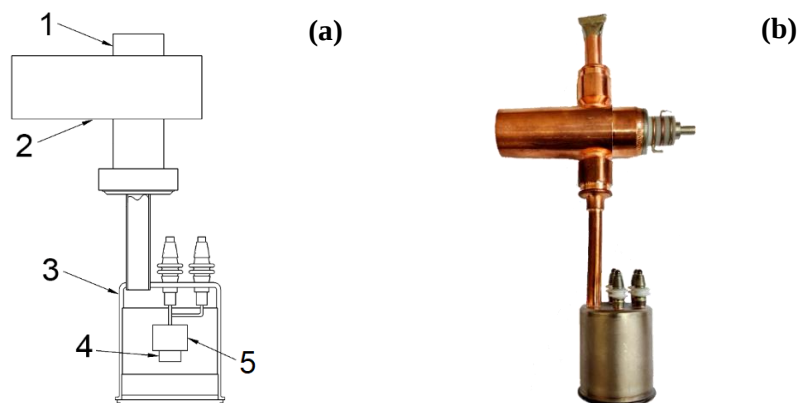


Рисунок 1. Схема макета для исследования давления остаточных газов (а) и фото макета (б), где: 1 – штенгель геттерно-ионного титанового насоса 2; 3 – металлокерамическая ножка; 4 – таблетка графита; 5 – молибденовый корпус подогревателя катода.

Макеты КПУ с образцами графитов запаивались в макет пушечного узла ЛБВ с встроенным геттерно-ионным насосом, объем которого откачивался до давления $\sim 2 \times 10^{-7}$ Торр. Макеты подвергались нагреву до 550°C в течение 2 ч. После этого для получения высокого вакуума проводились две вакуумные обработки каждого макета.

3. Исследования процессов газоотделения

Первая вакуумная обработка для обезгаживания макета, включающая обезгаживание катода и анода ГИН при температуре 550°C , осуществлялась при подаче на анод ГИН напряжения 1200 В при токе анода и катода 20 мА и 8.5 А соответственно. На накал катода макета подавалось напряжение 14 В в течение 3 ч., затем накал катода макета отключался, макет выдерживался в течение 30 мин., после чего ГИН выключался, температура в вакуумной технологической камере снижалась, а в макете измерялось давление по насосу.

Вторая вакуумная обработка для обезгаживания макета выполнялась при напряжении накала катода макета 15 В в течение 2 ч. по технологии первой вакуумной обработки катода макета.

После каждой вакуумной обработки проводились замеры давления остаточных газов. Кроме того, было выполнено несколько замеров давления в течение 231 дня при включенном и выключенном ГИН (рисунок 2, таблица 1). На рисунке 2 и в таблице 1 отсчет времени начинается с того дня, когда была проведена первая вакуумная обработка первого макета с МПГ-7.

Как видно из рисунка и таблицы, самое высокое давление остаточных газов спустя 231 день у МПГ-7 – $2.8 \cdot 10^{-7}$ Торр, несмотря на то, что в первые 28 дней значения давления держались на уровне не хуже $1 \cdot 10^{-7}$ Торр. Давление в макетах с графитом марки МИГ-2 и ПГИ, как с самого начала обработки, так и на 231 день находилось почти на одном уровне. После второй вакуумной тренировки значения их давлений составило $7 \cdot 10^{-8}$ и $8 \cdot 10^{-8}$ Торр соответственно. Линейный характер кривых давления связан с малым количеством замеров давления остаточных газов. Из представленных данных ясно видно, что для обеспечения более низкого давления в коллекторах электровакуумных приборов выгоднее использовать графит марки МИГ-2 и ПГИ. Основываясь на результатах этих исследований, были изготовлены токоприемные детали для коллектора мощной ЛБВ космического назначения. Детали из такого графита позволяют облегчить конструкцию прибора и снизить коэффициент вторичной электронной эмиссии.

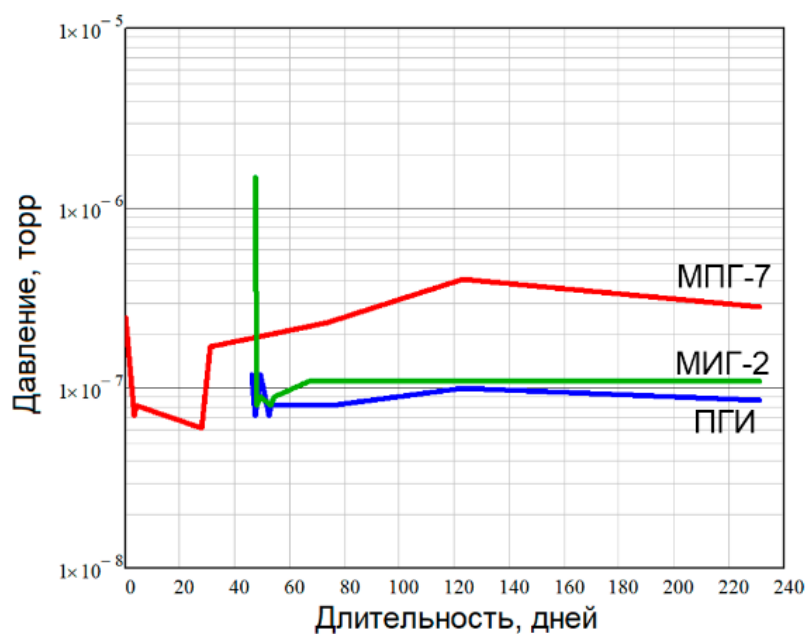


Рисунок 2. Зависимость давления остаточных газов от длительности нахождения графита в макете.

Таблица 1. Давление остаточных газов в макетах.

Длительность (дней)	Давление (МПГ-7), Торр	Длительность (дней)	Давление (МИГ-2), Торр	Длительность (дней)	Давление (ПГИ), Торр
Первая вакуумная обработка					
0	$2.5 \cdot 10^{-7}$	46	$1.2 \cdot 10^{-7}$	47	$1.5 \cdot 10^{-6}$
Вторая вакуумная обработка					
3	$7 \cdot 10^{-8}$	47	$7 \cdot 10^{-8}$	48	$8 \cdot 10^{-8}$
Замер без подачи напряжения на включенный ГИН					
4	$8 \cdot 10^{-8}$	49	$1.2 \cdot 10^{-7}$	49	$9 \cdot 10^{-8}$
28	$1 \cdot 10^{-7}$	52	$1.2 \cdot 10^{-7}$	53	$1 \cdot 10^{-7}$
Замер с выключенным ГИН (по 10 мин.)					
28	$1.1 \cdot 10^{-7}$	52	$1.2 \cdot 10^{-7}$	53	$1.1 \cdot 10^{-7}$
28	$1.5 \cdot 10^{-7}$	52	$1.5 \cdot 10^{-7}$	53	$1.2 \cdot 10^{-7}$
28	$2.4 \cdot 10^{-7}$	52	$1.5 \cdot 10^{-7}$	53	$1.6 \cdot 10^{-7}$
Замер с включенным ГИН при напряжении накала 14 В в течение 2 ч.					
28	$6 \cdot 10^{-8}$	52	$7 \cdot 10^{-8}$	53	$8 \cdot 10^{-8}$
Замер без подачи напряжения на включенный ГИН					
31	$1.7 \cdot 10^{-7}$	53	$8 \cdot 10^{-8}$	54	$9 \cdot 10^{-8}$
74	$2.3 \cdot 10^{-7}$	75	$8 \cdot 10^{-8}$	67	$1.1 \cdot 10^{-7}$
123	$4 \cdot 10^{-7}$	123	$1 \cdot 10^{-7}$	123	$1.1 \cdot 10^{-7}$
231	$2.8 \cdot 10^{-7}$	231	$8.5 \cdot 10^{-8}$	231	$1.1 \cdot 10^{-7}$

4. Выводы

В данной работы проведены исследования газоотделения графитов марки МПГ-7, МИГ-2 и ПГИ при их нагреве до 550 °С и последующем остывании. По результатам исследования было установлено, что самое высокое давление на 231 день имеет макет с графитом МПГ-7 - $2.8 \cdot 10^{-7}$ Торр. Макеты с графитами МИГ-2 и ПГИ к этому времени показали $7 \cdot 10^{-8}$ и $8 \cdot 10^{-8}$ Торр, что делает их более подходящими материалами для изготовления токоприемных деталей коллекторов электровакуумных приборов.

Список литературы

- [1] Сотникова Е М и Радзимовская Н М 1984 Углеграфитовые материалы и способы их соединения с металлами *Обзоры по электронной технике Серия 7 Технология, организация производства и оборудование* 7(1023) 62
- [2] Фиалков А С 1977 *Углерод, межслоевые соединения и композиты на его основе* (Москва: Аспект-пресс) с 718

Контроль герметичности масс-спектрометрическим методом. Пределы инструментального и технологического оснащения

Д М Юнусов

АО «Информационные Спутниковые Системы» имени академика М.Ф. Решетнева»,
662972, Железногорск, Россия

E-mail: dmyunusov@iss-reshetnev.ru

Аннотация. Контроль герметичности систем и составных частей космических аппаратов масс-спектрометрическим методом. Современные требования к нормам герметичности космических аппаратов и достигнутые пределы инструментального и технологического оснащения.

АО «ИСС» одно из ведущих предприятий космической промышленности России, обладающее мощной научно-производственной и испытательной базой в области разработки, проектирования и изготовления космических аппаратов (КА).

С первых дней своего образования в 1959 г., как ОКБ-1 С.П. Королёва, позднее НПО ПМ, было определено как удаленная самостоятельная производственная площадка. Эта идеология предприятия, обеспечивающего замкнутый цикл производства космических аппаратов от их проектирования, производства и наземной экспериментальной отработки, до приёмосдаточных испытаний, реализована и успешно развивается в настоящее время.

Космические аппараты (далее КА), выпускаемые АО «ИСС», это technically сложные, автоматизированные комплексы широкого спектра назначения, состоящие из большого количества приборов, систем и механизмов, функционирующие в открытом космическом пространстве в условиях вакуума, экстремальных температур и солнечной радиации.

Космические аппараты по типу исполнения разделяются на два вида, с герметичным и негерметичным приборным отсеком. Общий вид космических аппаратов герметичного и негерметичного исполнения представлен на рисунке 1.

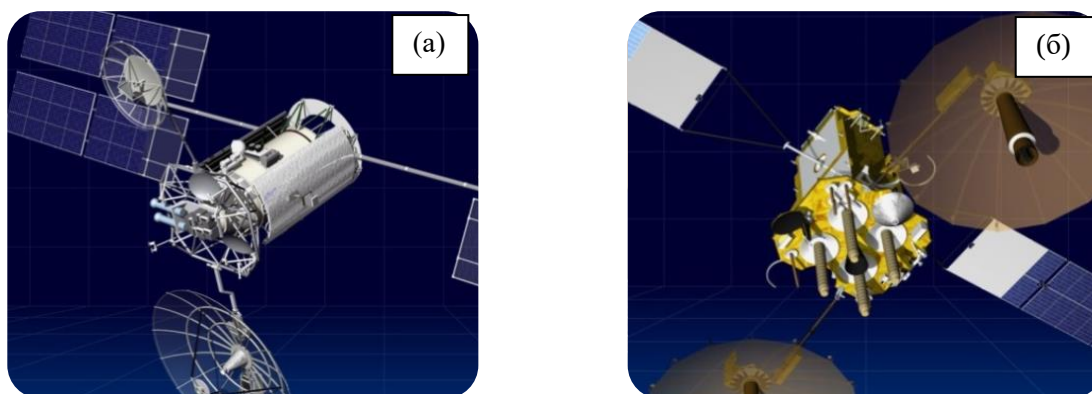


Рисунок 1. КА герметичного исполнения (а) и КА негерметичного исполнения (б).

КА в герметичном исполнении это аппараты, в которых вся полезная нагрузка располагается внутри гермоконтейнера, в котором создаётся нормальное атмосферное или немного избыточное давление для обеспечения процессов теплообмена расположенных там приборов. Так как невозможно изготовить гермоконтейнер абсолютно герметичным и давление в нём падает в течение эксплуатации, то степень герметичности является одним из определяющих параметров для расчёта срока активного

существования (далее – САС) КА. В лучшем случае САС КА в герметичном исполнении обеспечивался 7,5 лет. Нормы герметичности гермоконтейнеров небольших КА, таких как «Родник» и «Гонец» составляли 0,09 л·мкм·рт.ст/с а для более крупных КА таких как «ГЛОНАСС-М» и «Меридиан» от 0,3 до 1 л·мкм·рт.ст/с. Контроль суммарной герметичности осуществлялся масс-спектрометрическим методом вакуумной камеры с использованием течеискателей ПТИ-10 и ТИ1-14.

К разработке космических аппаратов негерметичного исполнения наше предприятие приступило в 1990-х годах. Аппараты стали легче, надёжнее, исчез параметр герметичность гермоконтейнера.

Переход на КА негерметичного исполнения, позволил существенно (в два раза) повысить САС, но повлёк за собой необходимость создания новых систем терморегулирования и повышения требований по герметичности к системам терморегулирования и коррекции (см. таблицу 1).

Таблица 1. Нормы герметичности для систем КА.

Для космического аппарата в сборе, не более	$2,0 \cdot 10^{-3}$ л·мкм·рт.ст./с
Для системы терморегулирования, не более	$5,0 \cdot 10^{-4}$ л·мкм·рт.ст./с
Для системы коррекции, не более	$5,0 \cdot 10^{-5}$ л·мкм·рт.ст./с

К основным задачам контроля герметичности в АО «ИСС» относится многоступенчатый контроль элементов и деталей систем терморегулирования и коррекции КА, автономно (по отдельности) и комплексно (в сборе).

Кроме проверки герметичности комплектующих и систем КА, задачи поиска негерметичности встают и при подготовке испытательного оборудования к работе. Это большое количество вакуумных установок со своими пневмо- и гидросистемами.

Испытания проводятся следующими методами:

- метод щупа;
- метод вакуумной камеры;
- метод обдува.

Оборудование, используемое для контроля герметичности, состоит из нескольких термовакуумных установок объёмом от 0,5 до 600 мЗ и парка течеискателей отечественного и зарубежного производства.

На рисунке 2 представлены самые большие вакуумные камеры, эксплуатируемые в АО «ИСС» на данный момент. Это вакуумные камеры ТБК-120 (объём 120 тыс. литров), КВУ-400 и ГВУ-600 (по 400 и 600 тыс. литров соответственно).

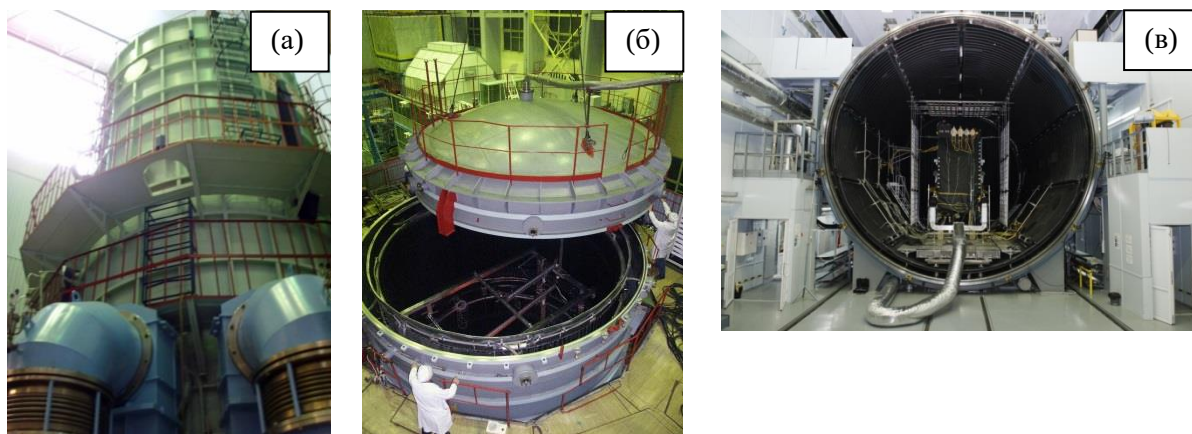


Рисунок 2. Вакуумные камеры АО «ИСС», ТБК-120 (а), КВУ-400 (б), ГВУ-600 (в).

Применяемые в АО «ИСС» течеискатели ПТИ-10, ТИ1-14, ТИ1-30, ТИ1-50, MS-40, ASM-142, ASM-340 представлены на рисунке 3.



Рисунок 3. Масс-спектрометрические течеискатели применяемые в АО «ИСС».

По состоянию на данный момент нами эксплуатируется 40 течеискателей. Из них 27 отечественных и 13 иностранных. Соотношение фактически 2 к 1. Однако, из 27-ми отечественных течеискателей, все 27 используются для выпуска продукции АО «ИСС» с предъявлением результатов измерений бюро технического контроля (БТК) и военному представительству внося данные о проведённых измерениях в технологическую документацию. Из 13-ти иностранных течеискателей для этих же целей не используется ни один течеискатель. Иностранные течеискатели MS-40, ASM-142, ASM-340 применяются для поиска локальных мест негерметичности монтируемых схем испытаний методом щупа и технологического оборудования методом обдува. Так же импортные течеискатели используются для контроля герметичности вакуумных камер при техническом обслуживании.

Преимущественное использование отечественных течеискателей в космической отрасли в целом и в АО «ИСС» в частности, обосновывается следующими причинами:

- Действующие на предприятиях отрасли программно-методические документы, стандарты и технологические процессы по контролю герметичности основываются на ОСТ 92-1527-89, в тексте которого прямо упоминается использование определённых моделей отечественных течеискателей.
- Приведённые в ОСТ 92-1527-89 формулы для расчётов, при проведении контроля герметичности методом сравнения с контрольной течью, опираются на аналоговый сигнал течеискателя. Простыми словами, измерения производятся в Вольтах с последующим пересчётом в единицы потока ($\text{м}^3 \cdot \text{Па} / \text{с}$ или $\text{л} \cdot \text{мкм} \cdot \text{рт.ст.} / \text{с}$).
- Отсутствие иного стандарта или методики проведения испытаний на герметичность с использованием цифровых течеискателей, проводящих измерения в единицах потока.
- Государственные инвестиционные проекты не допускают финансирование закупок импортного оборудования без одобрения Минпромторга.

Отечественные течеискатели имеющиеся в нашей фирме, представлены одним производителем – это завод «Измеритель».

Завод «Измеритель» был основан в 1928 году и является старейшим на территории России и СНГ предприятием по изготовлению приборов для контроля герметичности. Первый масс-спектрометрический гелиевый течеискатель ПТИ-1 был выпущен в 1948 году. Течеискатели завода

«Измеритель» распространились по всем машиностроительным предприятиям СССР и наше предприятие не исключение.

За последние годы завод «Измеритель» выпустил несколько новых моделей течеискателей (ТИ1-22, ТИ1-30, ТИ1-50), которые от модели к модели становились всё хуже и не обеспечивали требуемых режимов работы.

Маркетинговые цели, преследуемые разработчиками течеискателей завода «Измеритель», повышающие привлекательность их продукции на рынке, продиктованы конкурентной борьбой с иностранными производителями. Стремление соответствовать современным тенденциям вынудили их пойти на:

- уменьшение массогабаритных характеристик течеискателя за счёт уменьшения размеров насосной группы и как следствие снижение их производительности;
- снижение количественного отбора пробы и увеличение допустимого входного давления в течеискатель за счёт снижения тока накала катода;
- завышение допустимого давления в камере масс-спектрометра по средствам снижения тока накала катодов снизило чувствительность спектрометра примерно на 300% по сравнению с ТИ1-14.

Ухудшение характеристик современных отечественных течеискателей на примере ТИ1-50 подтверждается и опытом их применения. Испытания методом вакуумной камеры малогабаритных объектов, проводимые в установках объемом до 15 м³ обеспечиваются в полной мере с требуемой чувствительностью. Сложности возникают при проведении испытаний систем КА в камерах большого объёма. На камерах объёмом более 15 м³ выявляется недостаточная чувствительность. Так на камере ТБК-120 течеискатель ТИ1-50 уже не способен обеспечить требуемый согласно ОСТ 92-1527-89 уровень чувствительности для контроля герметичности системы коррекции КА. Чувствительность должна быть в два раза больше нормы негерметичности и соответственно иметь значение $2,5 \cdot 10^{-5}$ л·мкм·рт.ст/с. Соответственно применение ТИ1-50 на камерах КВУ-400 и ГВУ-600 совершенно невозможно.

Данный факт вынуждает нас по сей день использовать для камер большого объёма старые модели течеискателей, такие как ПТИ-10 и ТИ1-14. Сохранять их работоспособное состояние с каждым годом становится всё сложнее.

Предлагаемые решения

Подводя итог вышесказанному, хочу отметить, что в сложившейся ситуации присутствует три негативных фактора:

- Современные отечественные течеискатели не обеспечивают требуемый уровень чувствительности и не могут использоваться для контроля герметичности в камерах большого объёма;
- Широкое применение иностранных течеискателей часто встречает сопротивление со стороны заказчика и государственных инвесторов;
- Технологический уровень контроля герметичности масс-спектрометрическим методом достиг своего предела. Методы испытаний на герметичность описанные в ОСТ 92-1527-89 не удовлетворяют современным тенденциям в технике течеискания.

В 2019 году на НТС, проводившемся в ФГУП «НПО «ТЕХНОМАШ» им. С.А. Афанасьева было принято несколько решений для исправления сложившейся ситуации. А именно:

- Задачу обеспечения контроля герметичности изделий РКТ с повышенной точностью и расширенными функциональными возможностями считать актуальной.
- С учетом исчерпания возможностей повышения уровня базовых технологий, есть необходимость разработки прорывных технологий на основе применения новых ресурсов.
- В целях обеспечения необходимого технологического уровня контроля герметичности масс-спектрометрическим методом рекомендовать ФГУП «НПО «Техномаш»:
 1. Решить вопрос выпуска проекта нового стандарта ГК «Роскосмос»: «Способы испытаний на герметичность с применением гелиевых масс-спектрометрических течеискателей с цифровой обработкой информации». Стандарт должен рассматривать все известные

способы гелиевого течеискания на основе отечественной нормативной базы по технологии, отраженной в ОСТ 92-1527-89.

2. Для комплексного решения инструментальной части прорывных технологий контроля герметичности разработать повышенные требования к современным отечественным гелиевым масс-спектрометрическим течеискателям, обеспечивающим эффективную инструментальную поддержку испытаний с заделом до 2025 года.

Пилотный проект нового стандарта все участники НТС ожидали в конце 2020 года. Однако он не появился. Поэтому, считаю необходимым в очередной раз обратить внимание коллег на существующую проблему с надеждой, что общими усилиями она будет решена.

Вакуумные технологии

Система управления вакуумной установкой нанесения покрытий на детали приборной оптики с реализацией технологии «PARMS»

А Ю Буднев, О Ф Просовский, Ю О Просовский, А Н Исамов и А Б Гвоздев
АО «ОНПП «Технология» им. А. Г. Ромашина», 249030, Обнинск, Россия

E-mail: Lab37@technologiya.ru

Нанесение тонкопленочных интерференционных и конструкционных покрытий возможно с применением различных методов осаждения материалов на поверхность подложки в среде высокого вакуума, в т.ч. методом магнетронного распыления.

В работе представлены результаты построения отечественной вакуумной напылительной установки - высокотехнологичного комплекса для исследовательских и производственных целей. Цель - получение многослойных оптических материалов с высоким и низким показателем преломления, получаемых методом окисления сверхтонких (0.25-0.3нм) слоев, а также оптических мета-материалов с переменным по толщине тонкой пленки показателем преломления. Комплекс позволяет с высокой точностью воспроизводить дизайны интерференционных покрытий с общим числом слоев оптической конструкции 200 и более.

Разработка и построение нижеописанной системы проводилась в НПК в составе предприятия АО "ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина" на базе лаборатории, специализирующейся на разработках и исследованиях в области создания интерференционных оптических светофильтров. Специалистами подразделения разработаны технологии нанесения многослойных интерференционных покрытий, нашедших применение в различных изделиях космической, авиационной и военной техники, научных приборах. В настоящее время подразделение располагает в общей сложности 6-ю установками магнетронного и электронно-лучевого типов.

Принцип технологии PARMS (Plasma Assisted Reactive Magnetron Sputtering) заключается в сочетании динамического реактивного магнетронного распыления с контролем парциального давления и реактивного ассистирования процесса высокочастотным (ВЧ) источником плазмы. В процессе напыления подложка с высокой скоростью проносится над поверхностью источника (рисунок 1, рисунок 2), за один оборот тонкие субстехиометрические оксидные слои осаждаются и преобразуются в непоглощающие оксидные слои с помощью процесса реактивного ассистирования [1].

Этот метод гарантирует высокую скорость процесса с отличной воспроизводимостью слоев. Дополнительно применяя метод лямбда-зонда можно контролировать и стабилизировать процесс распыления, обеспечив однородность структуры слоев. Значительно повышает точность покрытия система оптического контроля, определяющая спектральные характеристики слоев во время роста пленки непосредственно на подложке (или образце-свидетеле) [2].

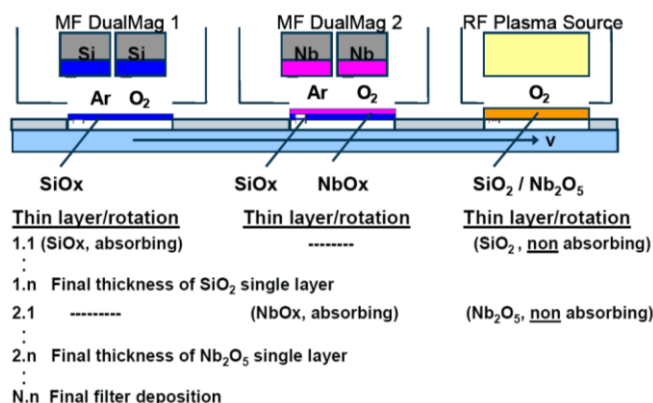


Рисунок 1. Представление технологии PARMS.

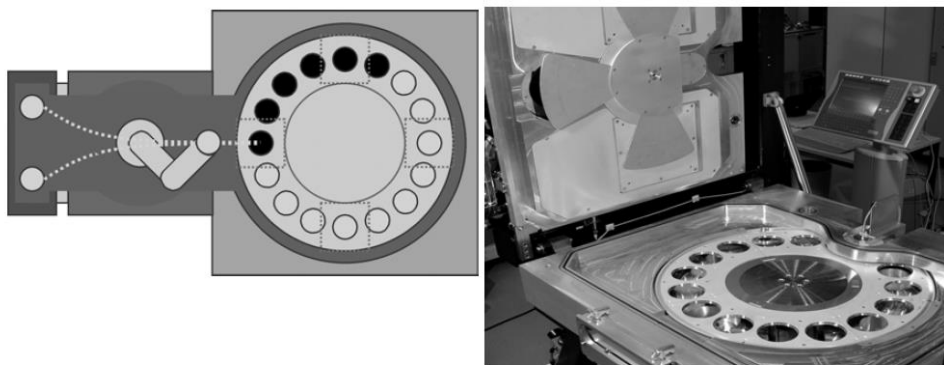


Рисунок 2. Схема установки HELIOS компании Laybold для нанесения прецизионных оптических покрытий.

В качестве базового элемента установки - вакуумной камеры - была использована достаточно распространенная Balzers ВАК-760 (рисунок 3). Проведены технологические и конструкторские работы по разработке уникальных дуальных магнетронов, внутрикамерной оснастки - пневмоприводов, планетарного подложкодержателя, системы охлаждения, нагревателей. Установлено новейшее вакуумное оборудование, высокотехнологичные источники питания, проделаны работы по монтажу, автоматизации и разработке программного обеспечения.



Рисунок 3. Вакуумная камера, шкаф управления и часть внутрикамерной оснастки.

Автоматизация установки включает разработку комплекта программного обеспечения, созданного также в условиях лаборатории, опираясь на большой научный опыт коллектива и технологические тонкости процессов. Оно позволяет не только полностью автоматизировать работу в режиме ЧПУ в соответствии с гибкой системой "рецептов", но и выполнять задачи в ручном режиме управления для решения инженерных и исследовательских задач. Глубокая настройка режимов и алгоритмов работы делает возможным воплощение любых идей в рамках исследований магнетронного напыления и тонких пленок, при этом продуманная система защиты не допускает порчу оборудования или нанесение вреда здоровью персонала в случае возникновения аварийной ситуации. В комплект программного обеспечения входит ПО уровня контроллера, в качестве которого выбран надежный и хорошо зарекомендовавший себя Simatic S7-1200, и ПО уровня визуализации для HMI-панели оператора с высокой степенью оптимизации для быстрого реагирования системы. Система позволяет управлять таким высокотехнологичным оборудованием, как высоковольтные блоки питания и управления источниками, флюо-контроллеры, управляющие точной подачей инертного и реактивного газов, откачная система, вакуумные датчики, нагреватели, пневматическая система.

Вакуумная система (рисунок 4): форвакуум обеспечивает двухступенчатый стенд на основе пластинчато-роторного насоса и насоса Рутса, высокий вакуум - криогенный насос высокой производительности Sumitomo CP-20 с диаметром головки 500мм. Отдельного внимания заслуживает высоковакуумный регулируемый клапан-шибер VAT-168, позволяющий настроить производительность насоса в зависимости от степени открытия клапана. Система управления позволяет настроить регенерацию криогенного насоса на определенный день и время для организации круглосуточной работы.

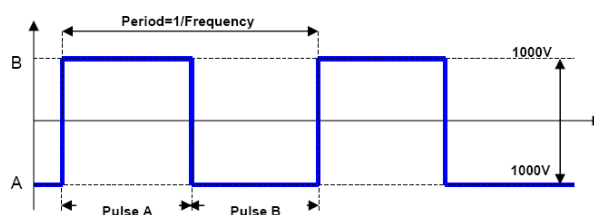


Рисунок 4. Вакуумные насосы и скриншот экрана НМИ-панели, вкладка управления откачкой.

Подложкодержатель планетарного типа позволяет обеспечить равномерность напыления за счет высокоскоростного вращения сателлитов вокруг своей оси со скоростью до 70 об/мин.

Магнетронные распылительные ячейки представляют собой конструктивно уникальные системы собственной конструкции, каждая из которых включает дуальный магнетрон, газосмесительную коробку с системами охлаждения и обеспечения равномерности напыления. Управление специальными блоками питания позволяют с высокой точностью настраивать режимы работы источника, делая возможной воспроизведение толщины слоя, близкого к молекулярной. Дуальный магнетрон работает по принципу попеременной смены полярностей мишеней.

Система управления блоками питания позволяет регулировать ширину меандра и частоту, что особенно актуально для получения высоких характеристик пленок металлов (рисунок 5). Данная функция позволяет легко изменить скорость напыления переменной ширины периода, единожды настроив стабильный режим работы дуального магнетрона. При этом сохраняются неизменными ток, напряжение, мощность магнетрона, парциальное давление в газосмесительной коробке и отношение реактивного газа к инертному, что также позволит сохранить стабильность режимов чувствительному к давлению источнику плазмы и добиться высокой воспроизводимости длительных процессов напыления [3].



Parameter	Description	Range
Frequency	$Frequency = \frac{1}{Period}$	0,001 kHz – 100 kHz
Duty	$Duty = \frac{Pulse A}{Pulse A + Pulse B}$	1 % - 99 %

Рисунок 5. Работа периода дуального магнетрона.

Диапазон работы магнетронов для в среднем ограничивается 1500-2000 Вт, при этом напряжение и ток будут стабильными и составят 600-700В и 4-4,5А соответственно, и варьируются в зависимости от

точных уставок. Система управления позволяет сделать принудительную стабилизацию по любому из 3х параметров.

Реактивность процессов обеспечивается высокочастотным источником плазмы низкого давления без нитей накала, управляемым радиочастотным методом (RF). Существенной особенностью конструкции является настраиваемая согласующая сеть, которая включена в источник - два резонансных контура, использующих переменные конденсаторы для согласования импеданса, следовательно максимальной передачи энергии в плазму. Пучок является квазинейтральным, т.е. содержит примерно такое же количество ионов и электронов, и позволяет проводить осаждение материала, травление и подготовку поверхности без значительного накопления заряда (рисунок 6).

Источник плазмы работает на кислороде. Количество кислорода постоянно, составляет 23 мл/мин. При заданной нагрузочной мощности 3000 Вт удастся понизить отраженную мощность до 20-30W, но сильная зависимость режимов от давления требует точной настройки и стабильного парциального давления в камере [4]. В случае изменения давления отраженная мощность может вырасти, что приведет к необходимости изменения положения конденсаторов для выравнивания режимов.

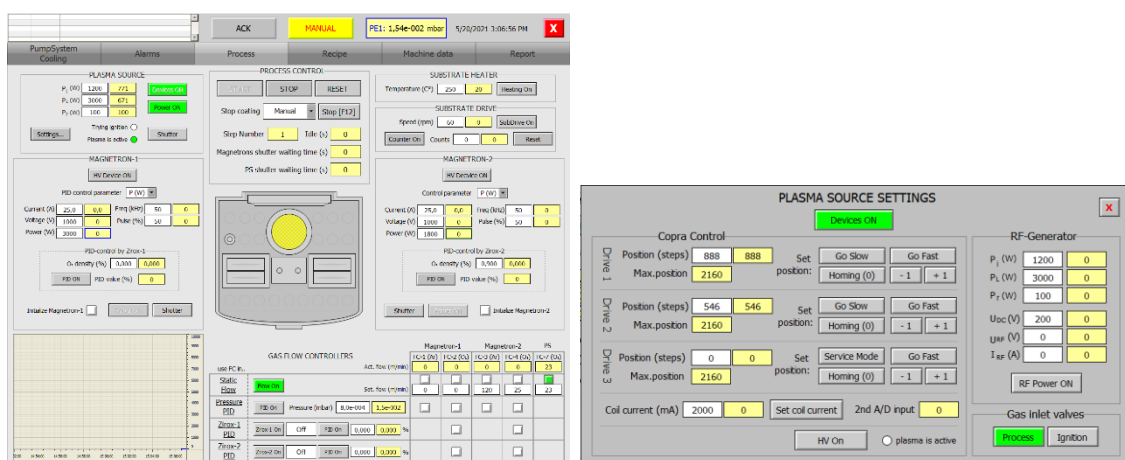


Рисунок 6. Вкладка управления процессом и окно настройки параметров источника плазмы из системы управления.

В систему управления заложены 3 метода контроля осаждения тонких пленок. Наиболее точным, с минимизацией работы оператора, можно считать полностью автоматический ЧПУ-контроль по командам оптической широкополосной или монохроматической системы. Также возможно автоматическое управление посредством счетчика оборотов подложкодержателя - метод требует предварительного получения констант показателей преломления материалов и построения отношения, вследствие высокой стабильности магнетронной системы он хорошо зарекомендовал себя как простой и надежный. Также система управления допускает ручной контроль напыления, когда завершение слоя происходит по команде оператора. При этом, каждый элемент системы может быть запущен в полностью ручной или сервисном режиме, например с целью отладки.

Перспективность технологии PARMS обеспечивается принципиально новыми многослойными оптическими материалами с улучшенными оптическими и эксплуатационными свойствами изделий прецизионной оптики авиационной техники (системы КОЛС, СНВ), волоконно-оптических систем связи (ВОЛС), лазерной техники и других перспективных образцов оптических приборов и оборудования.

Список литературы

- [1] Hagedorn H *Coating machine concepts for precision optics* OSA Publishing 2004 ME1
- [2] Scherer M *High performance Notch Filter Coatings produced with PIAD and Magnetron Sputtering* 2008 SPIE 710101
- [3] Operating Instructions for TruPlasma Bipolar G2.1 Power Supply Rev.22.2020.
- [4] Pervak V *Hafnium oxide thin films deposited by reactive middle-frequency dual-magnetron sputtering* Thin Solid Films 515 2007

Технология создания и особенности перспективных тонкопленочных покрытий типа GLAD

Ю О Просовский^{1,2}, О Ф Просовский¹, А Ю Буднев¹, А Б Гвоздев¹, А Н Исамов¹ и Д Г Денисов²

¹АО «ОНПП «Технология» им. А. Г. Ромашина», 249030, Обнинск, Россия

²МГТУ им. Н.Э. Баумана, 105005, Москва, Россия

E-mail: yurikobninsk@mail.ru

Аннотация. Было получено покрытие типа GLAD (Glancing-angle deposition, рус. нанесение под углом). Были проанализированы основные характеристики полученного покрытия. Проведено сравнение полученного покрытия типа GLAD и «классического» покрытия. Была разработана и проанализирована математическая модель GLAD покрытия. Были получены реальные спектральные характеристики такого покрытия и было произведено сравнение с математической моделью.

1. Введение

Сегодня, оптика и современные оптические приборы широко применяются для решения задач промышленности, народного хозяйства и занимают особое место в сфере производства РФ. При этом, свойства и характеристики современных оптических деталей определяет не только материал, их конфигурация, но и уникальные оптические покрытия, среди которых выделяют: уникальные отражающие, просветляющие, гидрофобные покрытия, имеющие свои оптические постоянные: коэффициент пропускания T , коэффициент отражения R и показатель преломления n , определяющие в значительной степени номенклатуру современных тонкопленочных покрытий.

Минимизация R и увеличение T определяют технологический процесс просветления. На сегодняшний день, очень остро стоит вопрос о просветлении поверхностей оптических деталей. Было математически смоделировано то, что при увеличении пористости покрытия – его просветляющая способность возрастает [1]. Именно поэтому, особое внимание заслуживает GLAD (Glancing-angle deposition) покрытие – покрытие, структура которого представляет собой ряд упорядоченных колонн с небольшими промежутками между ними [2]. Светофильтры с таким покрытием обеспечивают хорошее просветление на определенной длине волны, что позволяет их использовать для лазерных систем и приборов. На рисунке 1 представлена структура такого GLAD покрытия. Данное покрытие возможно получить путем наклона подложки под некоторым углом по отношению к потоку испаряемых веществ [3].

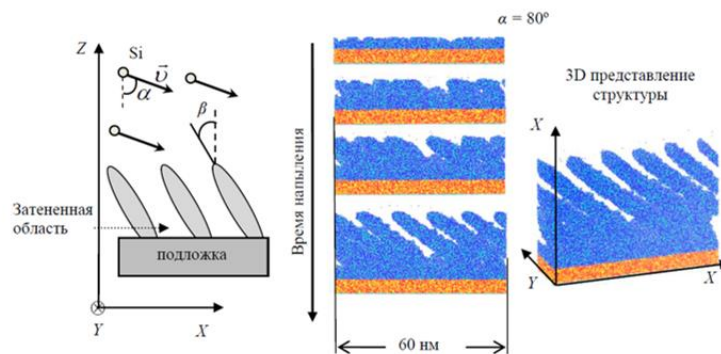


Рисунок 1. Структура покрытия типа GLAD.

2. Методика

Согласно уравнению Глэдстона-Дейла [1], связь между пористостью покрытия и его плотностью описывается уравнением:

$$\frac{n-1}{\rho} = \text{const} . \quad (1)$$

Для анализа структуры покрытия примем модель эффективной среды Бруггемана [4] (рисунок 2).

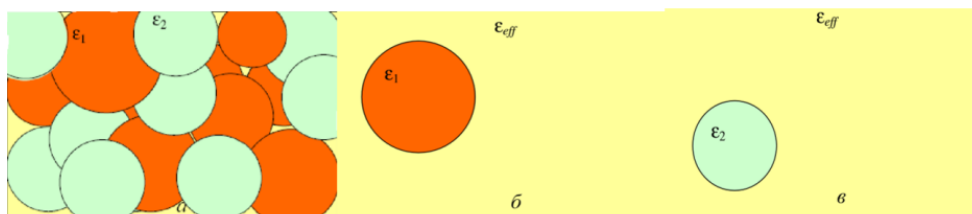


Рисунок 2. Модель эффективной среды Бруггемана.

Уравнение среды, описывающее связь пористости и показателя преломления, согласно данной модели, можно записать в виде формулы:

$$\frac{(1-p) \cdot n_{SiO_2}^2 - n^2}{2n^2 + n_{SiO_2}^2} + \frac{p \cdot n_v^2 - n^2}{2n^2 + n_v^2} = 0 , \quad (2)$$

где p – пористость покрытия, n_v – показатель преломления пор, n_{SiO_2} – показатель преломления материала пленки; n – показатель преломления получаемой пленки.

Тогда, решение данного уравнения будет записано следующим образом:

$$n(p) = \sqrt{b + \sqrt{\frac{1}{2} n_v^2 n_{SiO_2}^2 + b^2}} , \quad (3)$$

$$\text{где } b = \frac{1}{2} n_{SiO_2}^2 - \frac{1}{4} n_v^2 - \frac{3}{4} p (n_{SiO_2}^2 - n_v^2) . \quad (4)$$

Графическая зависимость показателя преломления от пористости покрытия приведена на рисунке 3.

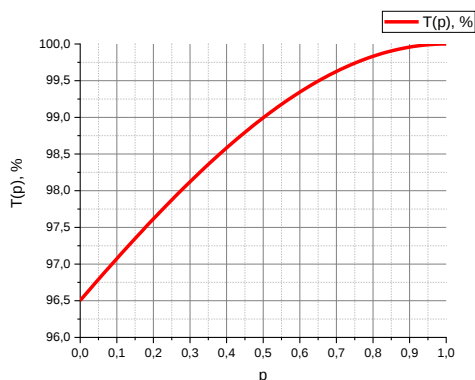


Рисунок 3. Зависимость показателя преломления от пористости покрытия.

Согласно формулам Френеля, коэффициент пропускания для нормального падения света с учетом толщины наносимого покрытия, определяется по формуле [5]:

$$T = \frac{4n_n^2 \cdot n_s}{n_n^2 (1 + n_s)^2 - (1 - n_n^2)(n_n^2 - n_s) \sin^2 \pi v} , \quad (5)$$

где n_n – показатель преломления покрытия; n_s – показатель преломления подложки;
 $v = \frac{2n_n t}{\lambda}$, где t – толщина покрытия.

3. Эксперимент

Покрытие создавалось в вакуумной напылительной установке электронно-лучевого типа ВАК-760 при помощи специально разработанной оснастки, позволяющей задавать произвольный угол наклона подложки (рисунок 4).

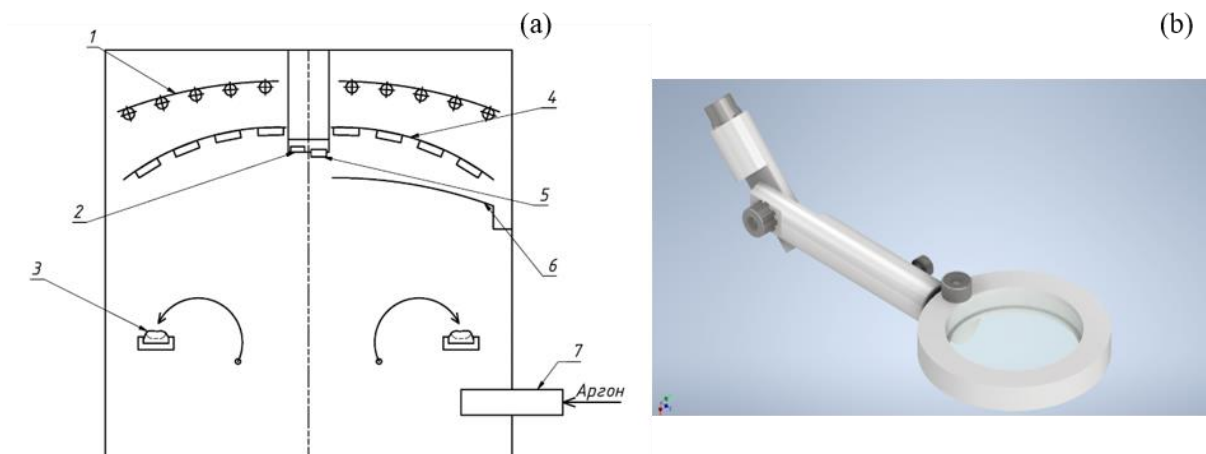


Рисунок 4. (а) Структурная схема вакуумной напылительной установки ВАК-760, где 1 – Нагреватель, 2 – Оптический свидетель, 3 – тигель с испаряемым материалом, 4 – подложкодержатель, 5 – кварцевый датчик, 6 – выравнивающий экран, 7 – flow-controller; **(б)** разработанная оснастка.

4. Результаты и обсуждения

В процессе выполнения работы были сделаны 2 серии образцов с разной толщиной покрытий: 85 нм и 400 нм. Характеристики полученных покрытий приведены в таблице 1.

Таблица 1. Характеристики полученных покрытий.

Угол, град.	Показатель преломления n, λ=500 нм	Толщина покрытия d, нм	Пористость покрытия p, %	Пропускание T, λ=500 нм
60	1,38	85/400	85	94,5
65	1,34		63	95,2
70	1,22		52	95,8
75	1,21		48	96
80	Покрытие не сформировалось			

Как можно видеть, покрытия, нанесенные под углом 70 и 75 градусов практически не различаются между собой, а при значениях угла от 80 градусов покрытие на подложке не формируется. После измерения результатов на спектрофотометре, были произведены сравнения с математической моделью (рисунок 5, 6).

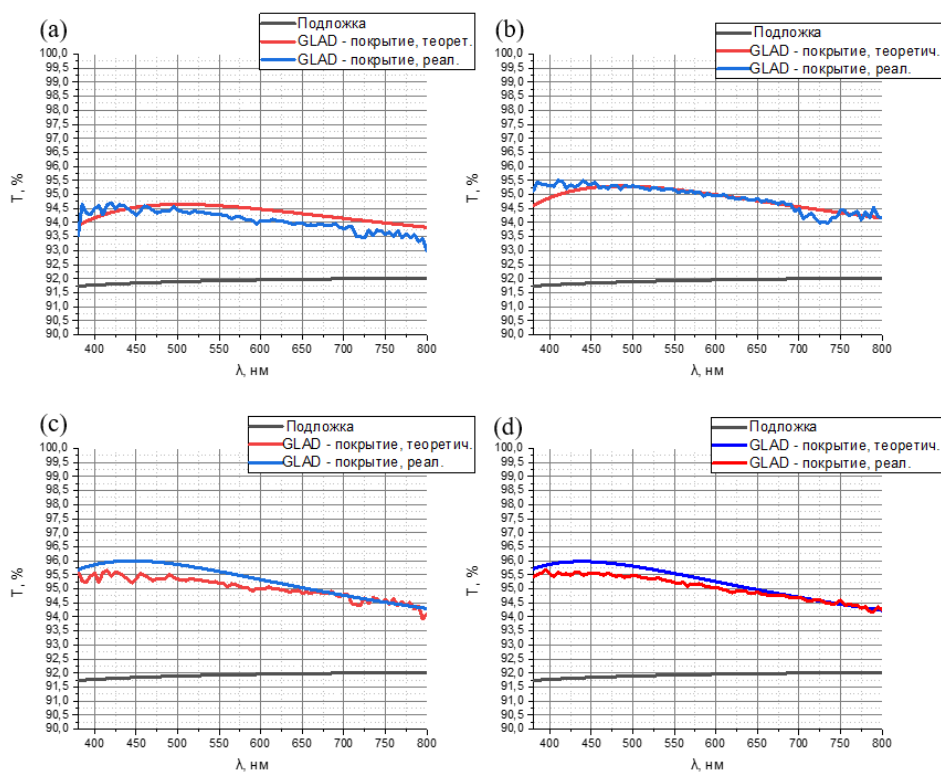


Рисунок 5. Сравнение теоретических и практических спектральных коэффициентов пропускания покрытия для покрытий с толщиной 85 нм, нанесенных под углом 60°(а), 65°(б), 70°(с), 75°(д).

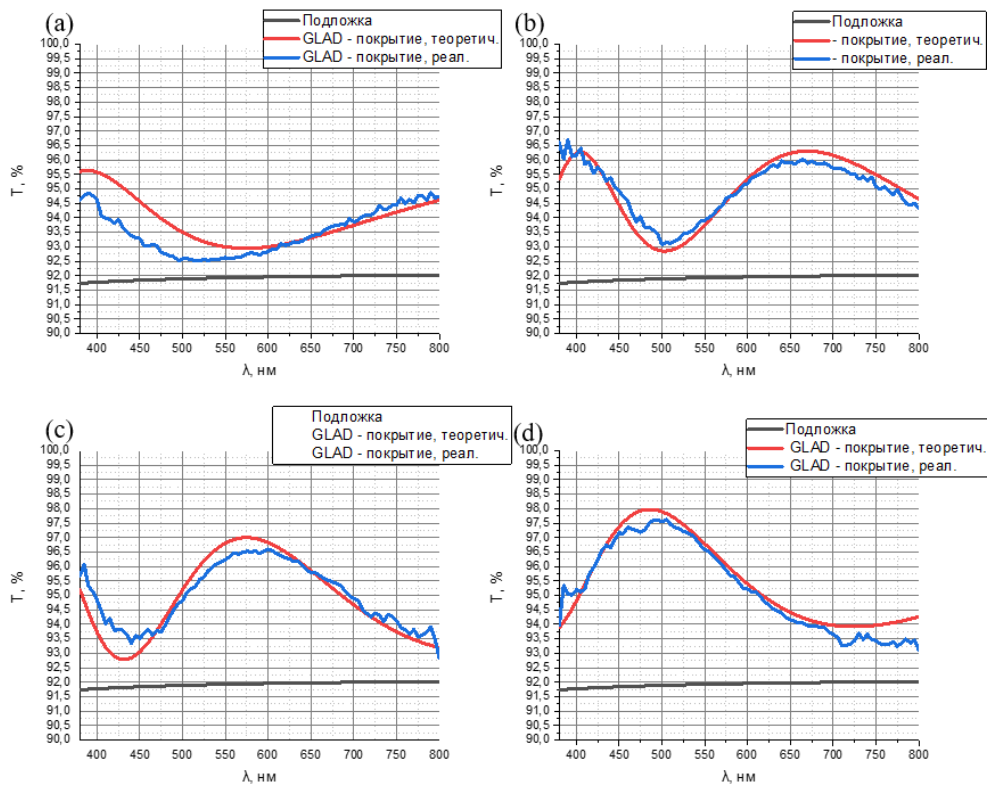


Рисунок 6. Сравнение теоретических и практических спектральных коэффициентов пропускания покрытия для покрытий с толщиной 400 нм, нанесенных под углом 60°(а), 65°(б), 70°(с), 75°(д).

Как видно из рисунков 6 и 7, для получения просветления в широком диапазоне, необходимо наносить покрытия небольшой толщины (70-80 нм). При этом, наибольший эффект просветления достигается при углах наклона 70 и 75 градусов. В случае же нанесения толстых покрытий (порядка 400 нм), то в данном случае удастся получить просветление на выбранной длине волны, причем наивысший результат (пропускание равно 97.5%) достигается при угле наклона подложки 75 градусов.

Помимо измерения спектрального коэффициента пропускания, в данной работе были проведены исследования влияния покрытия на индикатрису рассеяния. Полученные результаты, для покрытия, нанесенного под разными углами приведены на рисунке 7.

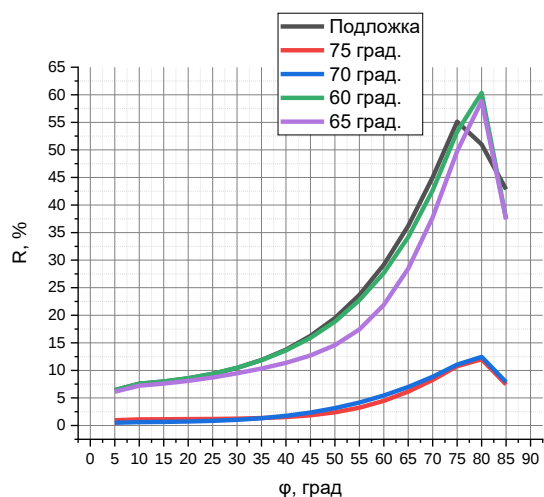


Рисунок 7. Индикатрисы рассеянного излучения.

Как можно видеть, нанесение покрытия типа GLAD под углом 70 и 75 градусов существенно уменьшает (в 5 раз) индикатрису рассеянного излучения.

5. Выводы

Таким образом, в данной работе была рассмотрена технология получения покрытия типа GLAD. Также, была проанализирована его структура, разработана математическая модель данного покрытия и произведено сравнение теоретических и практических результатов. На основании экспериментально полученных данных можно сделать следующие выводы:

- Нанесение подобного покрытия существенно уменьшает индикатрису рассеянного излучения;
- Данное покрытие показало очень хорошие результаты просветления подложки;
- Наиболее оптимальные углы нанесения оптического покрытия – 70 и 75 градусов.

Следующим этапом данной работы является решение проблемы герметизации пор. На сегодняшний день, существующие способы не обеспечивают качественную закупорку покрытия, что существенно ограничивает их возможности применения.

Список литературы

- [1] Vedam K 1978 *The Journal of Chemical Physics* **Vol.69** 4772-78
- [2] Hawkeye M M and Brett M J 2017 *J. of Vac. Sci. and Tech.* **Vol. 25** 1317
- [3] Trottier-Lapointe W, Zabeida O, Schmitt T and Martinu L 2016 *Appl. Opt.* **Vol. 55** 8796-805
- [4] Bruggeman D A G 1935 *Ann. Phys.* **Lpz. 24** 636—79
- [5] Rozenberg G V 1958 *Thin-layer optics (Moscow: State publishing house of physical and mathematical literature)* p. 121

Формирование потока частиц материала тонкопленочных покрытий импульсными методами в вакууме

Ю В Панфилов, Л Л Колесник и А В Гуров
МГТУ им. Н.Э. Баумана, 105005, Москва, Россия

E-mail: panfilov@bmstu.ru

Аннотация. Описаны способы генерации частиц осаждаемого материала импульсными источниками: магнетронного распыления HiPIMS, лазерной абляции PLD, вакуумного дугового разряда VAPD и высокоинтенсивного импульсного ионного удара HIPIB. Показано, что поток материала при импульсном воздействии на поверхность мишени формируется в результате взрывных процессов – абляции, лавины парных соударений и микросекундного электрического пробоя, что создает предпосылки для формирования тонкопленочных нанокристаллических покрытий.

Одной из актуальных задач в области нанесения тонких пленок в вакууме с уникальными свойствами является разработка и применение импульсных методов. Так, например, с помощью импульсных методов можно наносить упрочняющие углеродные покрытия с твердостью до 60 – 80 ГПа, имеющие структуру тетраэдрического аморфного углерода ta-C [1]. Преимуществом импульсных методов по сравнению с традиционными методами нанесения тонких пленок в вакууме является возможность получения потока осаждаемых частиц более высокой плотности и с более высокой энергией.

В статье рассмотрены и проанализированы наиболее распространенные методы импульсного воздействия высокоэнергетических частиц на поверхность мишени из материала осаждаемого покрытия. С помощью такого воздействия реализуются следующие методы нанесения тонкопленочных покрытий в вакууме: импульсное магнетронное распыление – HiPIMS (High power impulse magnetron sputtering) [2], лазерная абляция – PLD (Pulse laser deposition) [3], импульсное вакуумно-дуговое осаждение – VAPD (Vacuum arc pulse deposition) [4] и высокоинтенсивное импульсное ионное осаждение – HIPIB (High-intensity pulsed ion beams) [5].

Метод импульсного магнетронного распыления HiPIMS характеризуется удельной мощностью на катоде приблизительно в 100 раз большей, чем при традиционном магнетронном распылении. В результате воздействия на мишень короткого импульса высокого напряжения образуется плазма большой плотности и происходит ионная бомбардировка поверхности с большой удельной мощностью (рисунок 1). Мощность передается в коротких импульсах, что позволяет избежать перегрева мишени. Физический эффект воздействия ионов на мишень в данном случае можно предположительно рассматривать как возбуждение лавины парных соударений, в результате которых генерируется импульсный поток атомов и ионов материала мишени. Метод HiPIMS объединяет в себе преимущества дугового испарения и классического магнетронного распыления, что дает возможность формирования импульсных высококонцентрированных ионно-плазменных потоков без наличия микрокапель.

Метод нанесения тонких пленок в вакууме с помощью лазерной абляции PLD имеет многочисленные области применения благодаря простоте реализации и наличию промышленного оборудования. Физический эффект воздействия на мишень известен как лазерная абляция, возникающая в результате попадания на мишень лазерного луча с энергией большой плотности (рисунок 2). Импульсный лазерный луч с большой плотностью энергии имеет взрывной характер взаимодействия с материалом мишени, в результате чего формируется кратер с расплавленным граничным слоем на его стенках, а из кратера с большой скоростью инжектируются частицы материала мишени.

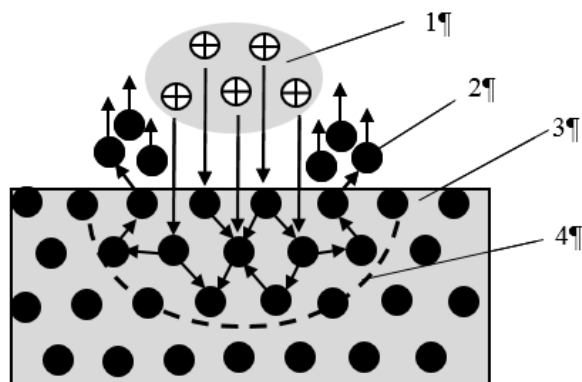


Рисунок 1. Схема воздействия импульсного магнетронного разряда на поверхность мишени: 1 – импульсный поток ионов из плазмы магнетронного разряда, 2 – атомы и ионы материала мишени, 3 – мишень, 4 – зона воздействия ионного импульса с взрывным эффектом парных соударений.

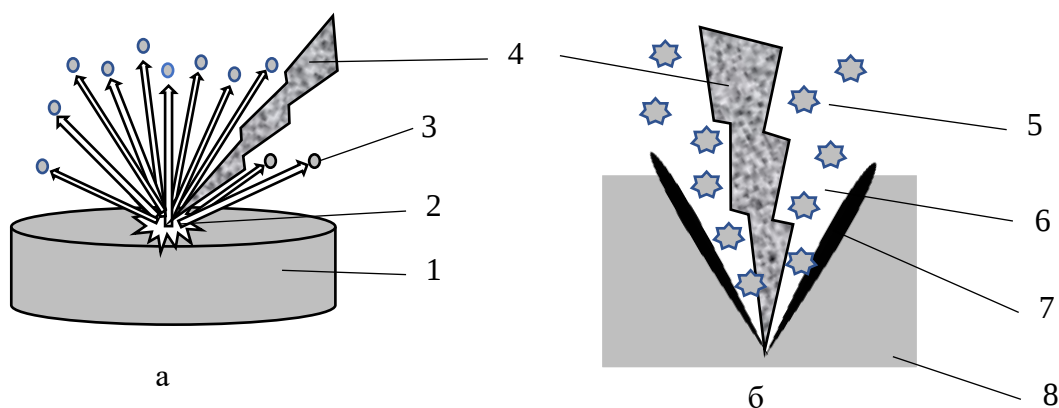


Рисунок 2. Схема воздействия импульсного лазерного луча на поверхность мишени (а) и процесса лазерной абляции (б): 1 – мишень, 2 – взрыв материала мишени, 3 – продукты взрыва, 4 – импульсный лазерный луч, 5 – инжектированные частицы материала мишени, 6 – кратер, 7 – граничный слой, 8 – зона воздействия единичного импульса.

Импульсный вакуумный дуговой метод VAPD характеризуется взрывообразной эрозией катода (рисунок 3). В результате действия импульсной электрической дуги, которая представляет собой низковольтный разряд между холодным катодом и анодом, горящий в парах эродирующего катода образуются катодные пятна. При импульсном дуговом разряде большая часть материала удаляется с катода в режиме абляции. К взрывообразной эрозии катода (абляции) приводит высокая концентрация энергии и взрывная электронная эмиссия, в результате которой на микродефектах поверхности катода формируются катодные пятна.

Катодное пятно разогревается до температуры 15000 К, имеет давление до 20 ГПа и образует на поверхности катода кратер диаметром 1 – 10 мкм, из которого под действием большого давления плазмы выбрасываются одно- и многозарядные ионы, нейтральные атомы и молекулы, а также атомные кластеры и микрокапли материала катода. Время существования катодного пятна приблизительно 10^{-7} с, за один импульс с поверхности катода удаляется приблизительно 10^{-8} кг и, соответственно, порядка 10^{15} – 10^{16} атомов материала катода [4].

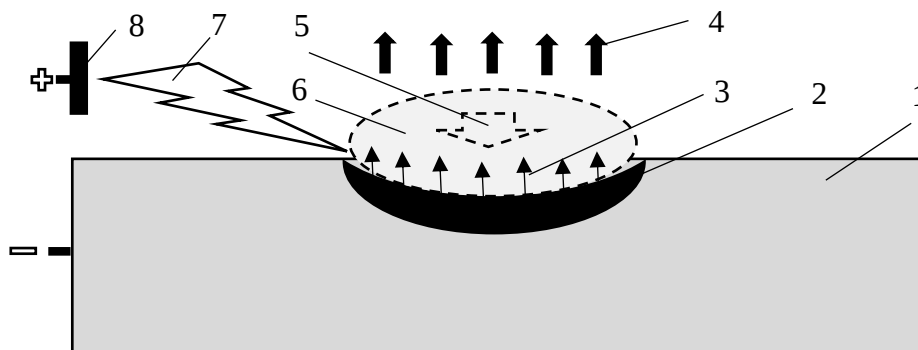


Рисунок 3. Схема воздействия импульсного дугового разряда на поверхность мишени: 1 – мишень-катод, 2 – центр взрывной эмиссии, 3 – эмиссия электронов, 4 – импульсный поток ионов, электронов, нейтральных атомов, молекул и капель материала мишени, 5 – давление плазмы, 6 – плазменное катодное пятно, 7 – импульсный дуговой разряд, 8 – анод.

В [5] описан способ воздействия на поверхность твердого тела высокоинтенсивного импульсного ионного пучка НІРІВ, с помощью которого в режиме абляции можно получать тонкопленочные наноструктурированные покрытия с высокой твердостью. В результате воздействия высокоинтенсивного ионного пучка возникают следующие физические эффекты: выброс абляционной плазмы материала мишени, модификация поверхностного слоя в результате проникновения ионов в мишень, а также, сжимающие кристаллическую решетку материала мишени волны (рисунок 4).

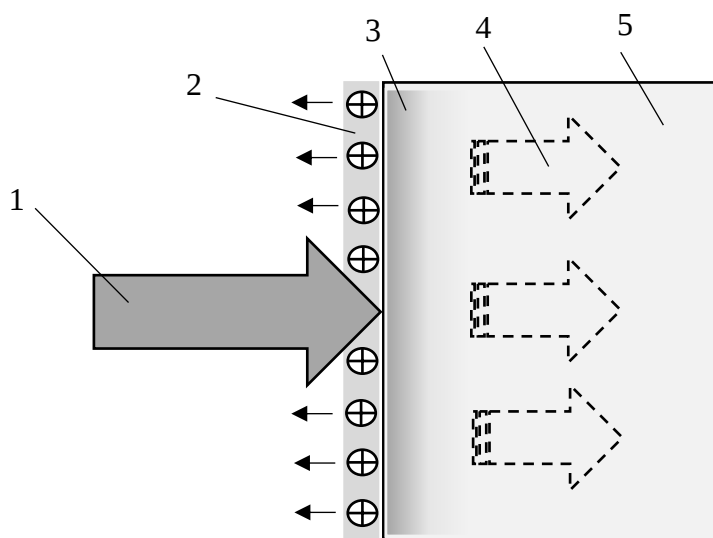


Рисунок 4. Схема воздействия высокоинтенсивного импульсного ионного пучка на поверхность мишени: 1 – ионный пучок НІРІВ, 2 – абляционная плазма, 3 – область пробега ионов и модификации поверхности мишени, 4 – волны сжатия, 5 – мишень.

Плазменный поток, образованный в результате абляции приповерхностного слоя мишени, адиабатически распространяется со скоростью $10^3 - 10^5$ м/с в направлении по нормали к поверхности подложки (аналогично лазерной абляции, но с более высокой суммарной энергией на мишени, с большей площадью и с большей скоростью генерации частиц). Основными достоинствами метода являются высокая скорость осаждения, стехиометрия покрытия соответствует стехиометрии материала мишени, в том числе многокомпонентной, высокая чистота и однородность покрытия.

Области применения НІРІВ в зависимости от плотности мощности ионного пучка на поверхности мишени [5]: $10^6 - 10^7$ Вт/см² имплантация ионов и отжиг, $10^7 - 10^8$ Вт/см² упрочнение и модификация поверхности, $10^8 - 5 \cdot 10^9$ Вт/см² нанесение тонких пленок из абляционной плазмы (плотность энергии более 3 Дж/см²).

Сравнение описанных выше методов импульсного нанесения тонкопленочных покрытий в вакууме (таблица 1) показывает, что имеет место некая закономерность: минимальная удельная скорость осаждения (0,02 нм/импульс) соответствует максимальной энергии осаждаемых частиц (10 – 50 эВ) и наоборот – максимальная скорость осаждения (40 нм/импульс) соответствует минимальной энергии частиц (0,2 – 2,0 эВ). Обработка проводится при давлении от 1 до 10^{-5} Па при температуре нагрева подложки 423 – 723 К.

Таблица 1. Сравнение методов импульсного нанесения тонкопленочных покрытий.

Метод	НІРІМС	PLD	VAPD	НІРІВ
Физический эффект воздействия на мишень	Поток ионов с большой удельной мощностью	Лазерный луч с большой плотностью энергии	Вакуумная электрическая дуга с взрывообразной эрозией катода	Ионная бомбардировка с большой энергией ионов
Частота импульсов, Гц	100 – 4000	30	3 – 1000	0,08 – 0,18
Длительность импульса, мкс	60	$2,5 \cdot 10^{-2}$	250 – 1200	$1,5 \cdot 10^{-1}$
Плотность ионного тока, А/м ²	$3 \cdot 10^4$		100	40 – 250
Плотность энергии или мощности	$10^3 - 3 \cdot 10^3$ Вт/см ²	2 – 10 Дж/см ²	10^9 Вт/см ²	$10^6 - 10^9$ Вт/см ²
Энергия бомбардирующих мишень ионов, кэВ	0,9 – 1,0			400
Температура нагрева подложки, К	293 – 473	293 – 423	293 – 343	573 – 723
Давление в камере, Па	1,0	10^{-5}	$8 \cdot 10^{-3}$	10^{-2}
Энергия частиц, эВ	10 – 50	0,1 – 10	10 – 12	0,2 – 2,0
Удельная скорость осаждения пленки, нм/импульс	0,02	0,04 – 0,1	1,8	40

Механизм формирования тонкой пленки при импульсном осаждении должен отличаться от известных механизмов роста – островковому, двумерному, комбинированному и т.д., когда адатом диффундирует по поверхности подложки пока не придет в термодинамическое равновесие с подложкой. При импульсном осаждении механизм роста тонкой пленки заключается в перемешивании осевших атомов, а не их перемещении по поверхности, из-за отсутствия свободной поверхности для перемещения и в термодинамическое равновесие они приходят путем рассеивания энергии на соседних атомах. Это и создает предпосылки для формирования нанокристаллической рентгеноаморфной пленки. Чем больше атомов попадает на поверхность за один импульс, тем с большей вероятностью формируются более мелкие зерна, а, следовательно, и такая характеристика тонкой пленки, как, например, твердость покрытия становится более высокой [1].

Одной из дальнейших задач исследований стоит моделирование режимов формирования тонкой пленки с заданной структурой, например, со структурой тетраэдрического аморфного углерода ta-C. В

настоящее время существуют пакеты программ для моделирования процесса формирования тонких пленок классическими методами PVD и CVD. Эти пакеты базируются на моделях межатомного потенциала взаимодействия, потенциала гауссовой аппроксимации (GAP), теории функционала плотности (DFT) [6, 7] и др. Большинство пакетов требуют чрезвычайно большие вычислительные мощности, т.к. моделирование возможно осуществить только для небольшого количества (250 – 300) атомов. Кроме того, пока не удалось найти примеры компьютерного моделирования тонкопленочного покрытия при импульсном осаждении. Поэтому, предполагается дальнейшие исследования проводить путем сочетания моделирования с относительно низкими вычислительными затратами с экспериментальными исследованиями.

Список литературы

- [1] Панфилов Ю В 2021 Импульсные методы нанесения упрочняющих нанокристаллических углеродных покрытий / *Упрочняющие технологии и покрытия*, №2, с. 93 – 6
- [2] J Capek, M Hala, O Zabeida, J E Klemberg-Sapieha and L Martinu 2013 Deposition rate enhancement in HiPIMS without compromising the ionized fraction of the deposition flux / *J. Phys. D: Appl. Phys.* 46 (2013) 205205 (10 pp), doi: 10.1088/0022-3727/46/20/205205
- [3] Девицкий О.В., Никулин Д.А., Сысоев И.А. 2020 Импульсное лазерное напыление тонких пленок нитрида алюминия на сапфировой подложке / *Научно-технический сборник информационных технологий, механики и оптики*, Т. 20, № 2 doi: 10/175862226-1494-2020-20-2-177-184
- [4] I. Brown and E Oks 2002 Emerging application of vacuum-arc-produced plasma, ion and electron beams / *NATO science series II. Mathematics, Physics and Chemistry*. Vol. 88, pp. 1 – 14
- [5] G.E. Remnev at al. 1999 High intensity pulsed ion sources and their industrial application / *Surface and Coatings Technology* 114, 206 – 12
- [6] Caro M A Zoubkoff R Lopez-Acevedo O and Laurila T 2014 Atomic and electronic structure of tetrahedral amorphous carbon surfaces from density functional theory: Properties and simulation strategies *Carbon* 77 1168
- [7] Caro M A Deringer V L Koskinen J Laurila T and Csányi G 2018 Growth Mechanism and Origin of High sp³ Content in Tetrahedral Amorphous Carbon *Phys. Rev. Lett.* 120 (2018)166101

Получение и исследование фотокаталитической и биологической активности многомодальных нанопорошков, полученных с помощью импульсного электронного испарения в вакууме

О А Малова^{1,2}, С Ю Соковнин^{1,2} и В Г Ильвес¹

¹ ФГБУН «Институт электрофизики УрО РАН», 620016, Екатеринбург, Россия

² ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», 620002, Екатеринбург, Россия

E-mail: olma_20@mail.ru

Аннотация. Нанопорошки, допированные серебром, были получены методом испарения импульсным электронным пучком. Проведена оценка фотокаталитических и цитотоксических свойств на клетках. Показана перспективность применения многомодальных нанопорошков в качестве фотокаталитического агента, а так же с целью применения в медицине.

1. Введение

Нанопорошки, допированные серебром, являются интересными соединениями для применения в сфере медицины, благодаря антимикробным и противоопухолевым свойствам. Оксид висмута, часто выступает в качестве объекта при создании фотокатализаторов, повышение устойчивости создается благодаря серебряному покрытию, наночастицы которого обладают бактерицидными свойствами. Нанопорошки были получены методом испарения импульсным электронным пучком (РЕВЕ) [1]. В ходе исследования, были получены нанопорошки оксида висмута, циркония, с добавками (1 и 5 масс.%) азотнокислого серебра.

Целью данной работы является исследование фотокаталитической и биологической активности нанопорошков оксида висмута и циркония, допированных серебром, изучение перспектив их возможного применения, в том числе в наномедицине.

2. Материалы и методы

Получение нанопорошков производилось с помощью установки НАНОБИМ-2. Установка работает следующим образом: электронный пучок фокусируется в отверстии верхнего газодинамического окна, далее проходит через второе газодинамическое окно, дополнительно фокусируется отклоняющейся катушкой на мишени [1]. Под действием импульсного электронного пучка происходит испарение материала мишени, которые обжигались на воздухе при температуре 600 °С, для получения которых прессовали на ручном прессе таблетки (диаметром 40 мм и высотой 15 мм), образующаяся пароплазменная смесь охлаждается газом низкого давления в камере испарения, где происходит конденсация и образование НП. После НП попадает систему сбора. Испарение проводилось в режиме: ускоряющее напряжение - 38 кВ, ток пучка - 0.3 А, длительность импульса - 100 мкс, частота - 50 Гц, время испарения - 45 мин, давление в камере испарения ~ 4 Па. После проводился отжиг нанопорошка оксида висмута. Оксид циркония, после получения, отжигу не подвергался

Метод оценки фотокаталитических свойств композитных порошков состоял в следующем: краситель метиловый фиолетовый (МФ) растворяли в дистиллированной воде (концентрацией 10 мкг/мл); далее в раствор добавляли водную суспензию исследуемого НП объемом 300 мкл (для концентрации НП 100 мкг/мл), состоящую из 10 мг НП и 5 мл дистиллированной воды и 300 мкл (для концентрации НП 300 мкг/мл), состоящую из 20 мг НП и 5 мл дистиллированной воды. Затем проводили облучение суспензии на УФ газоразрядной лампе ДРШ 250-3 в течении 40 минут. Для определения скорости обесцвечивания раствора измеряли его оптическую плотность, для этого отбирали аликвоту 4 мл каждого раствора в кварцевую кювету и помещали в спектрофотометр Экрос

ПЭ-5400УФ. Измерения оптической плотности проводили на длине волны 595 нм перед и после облучения УФ излучением.

Цитотоксичность оксидных наноматериалов с серебряным покрытием была протестирована клеточных культурах человека и животных: на культуре клеток зеленой мартышки Vero и опухолевой культуре человека HeLa. Цитотоксичность оценивалась по жизнеспособности клеток с помощью МТТ-теста. Исследования проводились на трех концентрациях (К): 0,1, 0,5 и 1 мг/мл. Клеточные культуры помещали в 96-луночные планшеты по 100 мкл. Культивирование проводили в течение 24-х часов. После чего в лунки добавляли суспензии НП, после отстаивания в течении 2 часов, сливали среду и добавляли краситель DMSO. После проводилось исследование на планшетном сканере Tecan Infinite M200 PRO.

3. Результаты и обсуждения

После получения нанопорошка оксида висмута, был проведен отжиг исходного НП оксида висмута (образец S0) в алуновых тиглях при температуре 200, 300, 500 и 750 °С, далее будут обозначаться как образцы S200, S300, S500 и S750, соответственно. Установлено изменение цвета при нагреве НП оксида висмута в последовательности: коричневый → желтый → красный (вишневый) → желтый. Время изотермической выдержки 10 минут, охлаждение производилось вместе с печью до 100–150 °С. Текстульные свойства НП изучались методом БЭТ на анализатора Micromeritics TriStar 3000 V6.03 A. Размеры пор НП составили 25,1 – 32,5 нм, объем 0,069 – 1,121 см³/г, удельная поверхность (SSA) мишени 1,4 м²/г, SSA образцов 10 – 23 м²/г. НП оксида циркония является мезопористым материалом согласно классификации ИЮПАК, так как диаметр пор данного НП находится в пределах от 23.8 до 37.9 нм. Полученные НП обладают низкой удельной поверхностью. Если сравнивать ZrO₂-1%Ag и ZrO₂-5%Ag, то можно увидеть, что при большей концентрации серебра площадь поверхности и объем пор меньше, чем у ZrO₂-1%Ag, но при этом у ZrO₂-5%Ag диаметр пор больше.

Зависимость скорости обесцвечивания раствора МФ от времени воздействия УФ излучением может быть описана линейным уравнением $y=kx+b$. Значение скорости фотодеструкции (фоторазложения) определяется тангенсом угла наклона прямой $y=kx+b$ (т.е. коэффициентом k), с помощью которого можно аппроксимировать, полученные кривые в результате фотодеградации красителя (реперные точки соответствующие оптической плотности, измеренной в определенные промежутки времени). Чем больше коэффициент a , тем быстрее обесцвечивается раствор. Результаты представлены в таблицах 1-3.

Таблица 1. Значение коэффициента k для НП Bi_2O_3 .

Образец Bi_2O_3	Концентрация 100 мкг/мл		Концентрация 300 мкг/мл	
	Абсолютное значение	Приведенное к контролю	Абсолютное значение	Приведенное к контролю
Контроль	-0,0249	1	-0,0152	1
S0	-0,0295	1,18	-0,0264	1,74
S200	-0,0186	0,74	-0,0198	1,30
S300	-0,0208	0,84	-0,0265	1,75
S500	-0,0184	0,74	-0,0216	1,42
S750	-0,0198	0,80	-0,0159	1,04

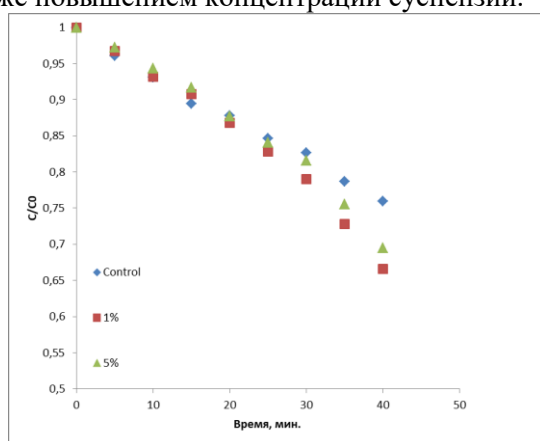
Таблица 2. Значения коэффициента k для НП $\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{Ag}$, масс. 1 %.

Образец ($\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{Ag}$, масс. 1 %)	Концентрация 100 мкг/мл		Концентрация 300 мкг/мл	
	Абсолютное значение	Приведенное к контролю	Абсолютное значение	Приведенное к контролю
Контроль	-0,0134	1	-0,0134	1
S0	-0,0139	1,03	-0,0261	1,9
S200	-0,0076	0,57	-0,016	1,19
S500	-0,0077	0,57	-0,0086	0,64

Таблица 3. Значения коэффициента k для НП $\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{Ag}$, масс. 1 %

Образец ($\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{Ag}$, масс. 5 %)	Концентрация 100 мкг/мл		Концентрация 300 мкг/мл	
	Абсолютное значение	Приведенное к контролю	Абсолютное значение	Приведенное к контролю
Контроль	-0,0148	1	-0,0146	1
S0	-0,0246	1,66	-0,031	2,12
S200	-0,0178	1,20	-0,0156	1,06
S300	-0,0156	1,18	-0,031	2,12
S400	-0,0175	1,18	-0,0168	1,15
S500	-0,0149	1,01	-0,0126	0,86

По данным таблиц 1-3 установлено, что образцы оксида висмута S0 и S300 при концентрации 300 мкг/мл имеют лучшие показатели, среди всех измеряемых. Высокая активность вызвана отжигом образцов, что позволило снизить дефектность структуры нанопорошка, его покрытием серебром, а так же повышением концентрации суспензии.

**Рисунок 1.** Результаты приведенных значений фотокаталитических свойств НП $\text{ZrO}_2\text{-1\%Ag}$ и $\text{ZrO}_2\text{-5\%Ag}$.

По получившимся данным эксперимента на фотокаталистическую активность, можно увидеть, что нанопорошок $\text{ZrO}_2\text{-1\%Ag}$ и $\text{ZrO}_2\text{-5\%Ag}$ проявили фотокаталистические свойства, причем можно заметить, что порошок $\text{ZrO}_2\text{-1\%Ag}$ проявил более сильные фотокаталистические свойства, чем $\text{ZrO}_2\text{-5\%Ag}$, это связано с тем, что нанопорошок $\text{ZrO}_2\text{-1\%Ag}$ обладает большей площадью поверхности частиц.

Эксперимент по исследованию цитотоксических свойств НП оксида циркония был выполнен на культуре клеток почки африканской зеленой марышки (Vero) и клеток карциномы шейки матки человека (HeLa).

Результаты биологической активности нанопорошка оксида висмута представлены в таблицах 4,5.

Таблица 4. Влияние НП Bi_2O_3 на относительную жизнеспособность культуры клеток HeLa.

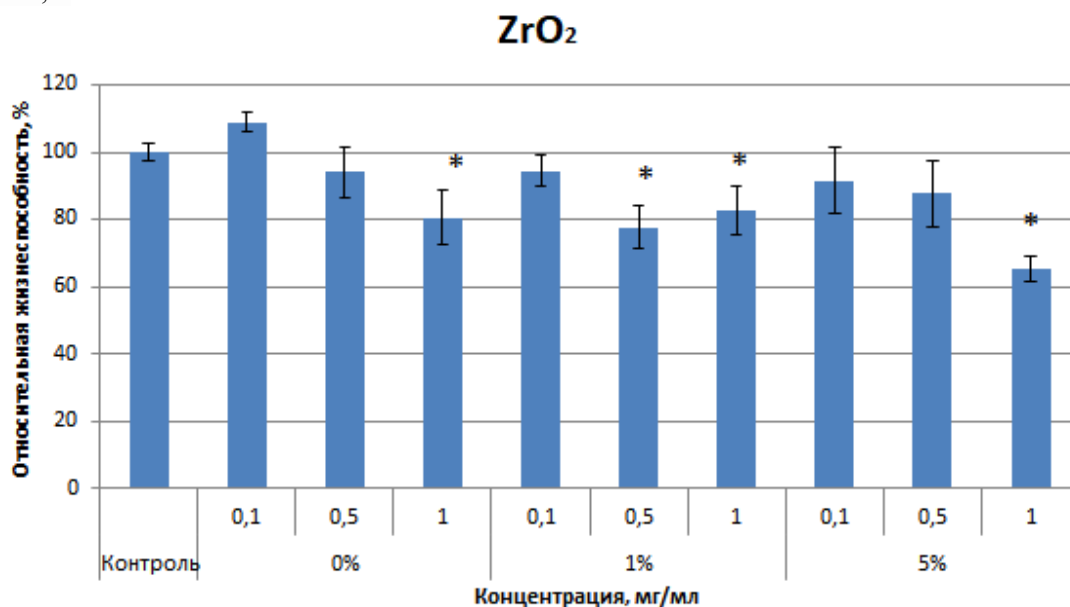
		Bi_2O_3								
Образец		S200			S300			S500		
К, мкг/мл	Test	0,1	0,5	1	0,1	0,5	1	0,1	0,5	1
Относит. жизнеспособ- ность, %	100	97,3± 3,9	79,4± 8,1	74,5± 4,5	99,4± 4,5	83,2± 5,9	67,2± 7,3	97,8± 5,6	73,7± 4,4	72,1± 5,9
		$\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{Ag}$, масс. 5 %								
	100	95,7± 2,9	76,8± 5,1	64,9± 1,6	92,1± 6,0	70,2± 6,0	50,0± 2,0	92,0± 7,5	71,6± 4,1	48,1± 1,8
		$\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{Ag}$, масс. 1 %								
	100	86,3± 9,8	96,8± 6,1	92,3± 7,4	123,1± 9,5	97,1± 3,4	80,0± 6,6	101,0± 4,1	85,0± 4,8	93,4± 4,7

Таблица 5. Влияние НП Bi_2O_3 на относительную жизнеспособность культуры клеток Vero.

		Bi_2O_3								
Образец		S200			S300			S500		
К, мг/мл	Test	0,1	0,5	1	0,1	0,5	1	0,1	0,5	1
Относит. жизнеспособн ость, %	100	87,7 $\pm 4,5$	53,8 $\pm 2,6$	39,5 $\pm 2,3$	84,1 $\pm 2,4$	49,8 $\pm 3,3$	36,6 $\pm 1,0$	78,1 $\pm 5,4$	38,4 - 3,2	33,7 $\pm 2,6$
		$\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{Ag, mass. 5 \%}$								
	100	74,8 $\pm 6,0$	46,7 $\pm 2,0$	34,6 $\pm 2,8$	47,7 $\pm 2,9$	39,4 $\pm 1,4$	40,4 $\pm 0,9$	54,9 $\pm 4,2$	33,8 $\pm 2,5$	35,9 $\pm 2,5$
		$\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{Ag, mass. 1 \%}$								
	100	86,3 $\pm 9,8$	96,8 $\pm 6,1$	92,3 $\pm 7,4$	123,1 $\pm 9,5$	97,1 $\pm 3,4$	80,0 $\pm 6,6$	54,9 $\pm 4,2$	33,8 $\pm 2,5$	35,9 $\pm 2,5$

Было обнаружено, что все образцы НП Bi_2O_3 оказывают цитотоксическое действие на клетки опухолевого и неопухолевого происхождения. При этом повышение температуры отжига и наличие серебра усиливают цитотоксическое действие НП, как по отдельности, так и совместно. Стоит отметить $\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{Ag, mass. 1 \%}$, нанопорошок оказывает влияние на опухолевые клетки (убивает более 60 %).

Результаты биологической активности нанопорошка оксида циркония представлены на рисунках 2,3.

**Рисунок 2.** Результаты эксперимента НП ZrO_2 для клеток HeLa.

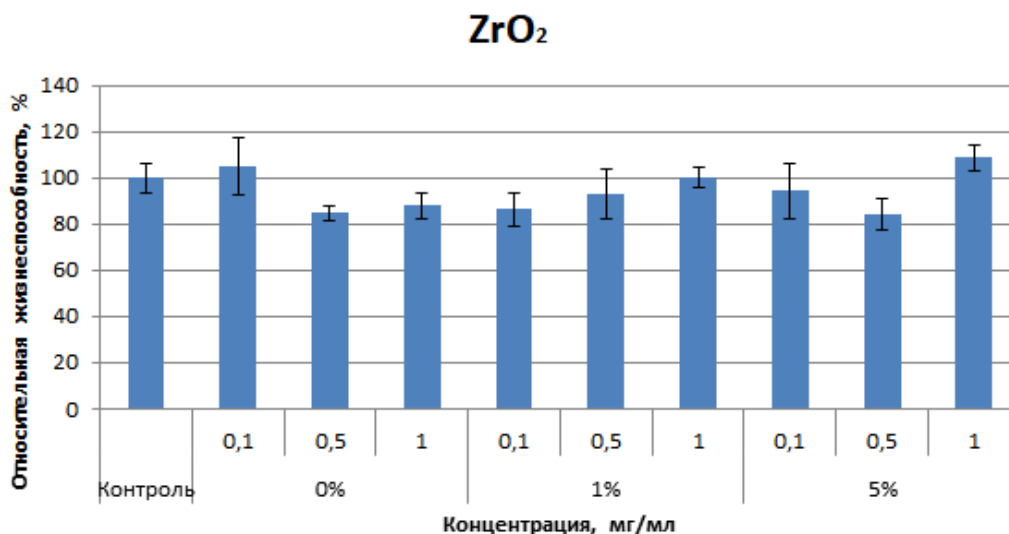


Рисунок 3. Результаты эксперимента НП ZrO₂ для клеток Vero.

По результатам исследования было выявлено, что образец НП ZrO₂ не оказывает цитотоксическое действие на неопухолевые клетки Vero, не зависимо от концентрации серебра (рисунок 3), но можно наблюдать, что НП ZrO₂ действует на опухолевые клетки HeLa при любой концентрации серебра. По рисунку 2 можно увидеть, что для образца ZrO₂-1%Ag жизнеспособность опухолевых клеток уменьшилась на 18-23% по сравнению с контролем при концентрациях 0,1 мг/мл и 0,5 мг/мл. Для образца ZrO₂-pure жизнеспособность клеток уменьшилась только при концентрации 1 мг/мл на 20% по сравнению с контролем. Лучший результат был получен для НП ZrO₂-5%Ag при концентрации 1 мг/мл, в этом случае жизнеспособность опухолевых клеток уменьшилась на 35% по сравнению с контролем.

Таким образом, по результатам опыта, можно увидеть, что НП оксида циркония в случае внедрения его в опухолевые клетки является перспективным объектом для исследования в медицине.

4. Выводы

Были получены нанопорошки оксида висмута и циркония, допированные серебром.

Все образцы нанопорошка оксида висмута, допированные серебром, оказывают цитотоксическое действие на клетки опухолевого и неопухолевого происхождения. При этом наличие серебра усиливает цитотоксическое действие НП. При концентрациях в 0,5 и 1 мг/мл жизнеспособность опухолевых клеток снижается на 25-30% по сравнению с контролем, в неопухолевых клетках наблюдается снижение жизнеспособности при всех концентрациях на 30-65%.

Анализ на цитотоксические свойства показал, что НП ZrO₂-1%Ag и ZrO₂-5%Ag не оказали влияния на неопухолевые клетки, в случае опухолевых клеток исследуемые нанопорошки было выявлено уменьшение жизнеспособности опухолевых клеток от 18 до 35%.

С помощью эксперимента на фотокаталитическую активность было установлено, что исследуемые нанопорошки проявили себя как фотокатализаторы.

Благодарности

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Свердловской областью в рамках научного проекта № 20-48-660019».

Список литературы

- [1] С.Ю. Соковнин и В.Г. Ильвес, *Ferroelectrics*, **436(1)** 101-7

Получение оксидных наноматериалов с серебряным покрытием и изучение их свойств

М А Киселева¹, С Ю Соковнин^{1,2} и М Е Балезин²

¹ ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», 620002, Екатеринбург, Россия

² ФГБУН «Институт электрофизики УрО РАН», 620016, Екатеринбург, Россия

E-mail: vereshhagina1997@mail.ru

Аннотация. Радиационно-химическим методом получены нанопорошки оксида алюминия, оксида кремния и оксида железа с серебряным покрытием. Размеры наночастиц составили от 50 до 80 нм, а площадь покрытия можно изменять от 2-3%, до 40%. Проведена оценка антибактериальных свойств против кишечной палочки и стафилококка. Оценены фотокаталитические свойства нанопорошков, которые показали перспективность применения в качестве фотокаталитического агента. А также исследованы цитотоксические свойства, которые показали актуальность применения некоторых полученных композитов для адресной доставки лекарств.

1. Введение

Нанопорошки (НП) оксидных материалов с серебряным покрытием, являются перспективным соединением для применения в медико-фармацевтической сфере благодаря антимикробным[1], противоопухолевым[2] и другим свойствам оболочки и биоинертному ядру.

Получение композитных НП с серебряным покрытием проводилось на основе радиационно-химической технологии [3]. Данный метод получения композитов подходит для разных оксидов. Для сравнения были выбраны композиты на основе оксида алюминия, оксида кремния и оксида железа, покрытые наноразмерным серебром, так как они представляют наибольший интерес для доставки лекарств и получения поликомпонентного действия.

Цель настоящей работы состоит в получении композитов с наноразмерным серебряным покрытием на оксидной основе с использованием радиационно-химической технологии и применении их в медико-фармацевтической сфере.

2. Материалы и методы

Метод получения композитов на оксидной основе с серебряным покрытием описан ранее в статье [3]. НП после облучения наносекундным электронным пучком были разделены на 2 части в зависимости от времени оседания серебра на основу: в течение 15 часов – $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag}_{15}$ и $\text{SiO}_2\text{Ag}_{15}$, в течение 96 часов – $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag}_{96}$, $\text{SiO}_2\text{Ag}_{96}$ и $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{Ag}_{96}$. После чего растворы сливали, а полученные порошки промывали дистиллированной водой (3 раза) и сушили.

Состав полученных НП и определение их структурных свойств определялись с помощью электронного микроскопа LEO 982 с приставкой Oxford Instruments X-Max.

Антибактериальные способности оксидных наноматериалов с серебряным покрытием проверяли методом лунок по отношению к штаммам кишечной палочки и стафилококка, которые являются индикаторами загрязнения внешней среды.

Посев штаммов бактерий проводился на мясо-пептонный агар. Перед посевом микроорганизмов на поверхность питательной среды в лунки помещали образцы исследуемых НП: оксид алюминия (Al_2O_3), серебро (Ag), оксид кремния (SiO_2), оксид железа (Fe_2O_3), композиты на основе оксида алюминия, оксид кремния и оксида железа, покрытые серебром ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag}_{96}$, $\text{SiO}_2\text{Ag}_{96}$ и $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{Ag}_{96}$ соответственно). Затем микроорганизмы термостатировали, после чего проводили оценку роста колоний микроорганизмов вокруг проб нанопорошков.

Для оценки фотокаталитических свойств в качестве имитатора загрязнения был использован метиловый фиолетовый (МФ). Раствор МФ распределяли в 4 чашки диаметром 40 мм по 6 мл в каждую. В каждой серии экспериментов одна из чашек была контрольной пробой, а в каждую из оставшихся добавляли по 300 мкл суспензий НП из заранее приготовленных разведений каждого НП (1 разведение – концентрация НП 2 мг/мл, 2 разведение – 4 мг/мл). В первой и второй сериях экспериментов исследовали Al_2O_3 , Ag и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ с разными концентрациями, в третьей и четвертой – SiO_2 , Ag и $\text{SiO}_2\text{Ag96}$, в пятой и шестой – Fe_2O_3 , Ag и $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{Ag96}$. Таким образом, в первой, третьей и пятой сериях экспериментов концентрация НП в каждой чашке была 100 мкг/мл, а во второй, четвертой и шестой – 300 мкг/мл. Погрешность метода составляет 0,8 %.

Измерение оптической плотности раствора проводили на спектрофотометре Экрос ПЭ-5400УФ для определения скорости обесцвечивания перед облучением УФ излучением и ещё 4 раза после каждого облучения (время облучения 5 минут). Погрешность метода составляет 0,8 %.

Определение цитотоксической активности наноматериалов проводили на двух клеточных культурах: дермальные ФЧ и клетки HeLa (карцинома шейки матки человека).

Для исследования воздействия НП на жизнеспособность использовали МТТ-тест. Клеточные культуры помещали в 96-луночные планшеты по 100 мкл. Культивирование проводили в течение 24-х часов. После чего в лунки добавляли суспензии НП по 10 мкл в конечных концентрациях 0,1 мг/мл, 0,5 мг/мл и 1 мг/мл. После культивирования клеток в планшетах на 3 сутки в лунки добавляли МТТ-краситель по 20 мкл в каждую, после чего планшеты ставились в термостат на 2 часа. Далее из лунок сливали среду и краситель, и добавляли по 100 мкл DMSO после чего проводилось определение поглощения на автоматическом спектрофотометрическом планшетном сканере Tecan Infinite M200 PRO при длине волны 570 нм. Погрешность метода оценивали с помощью статистических методов.

3. Результаты и обсуждения

По данным микроскопического анализа установлен размер НП порошков: $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag15}$ – 50 нм и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ – 80 нм, а доля серебряного покрытия $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag15}$ – 2-3 % и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ – от 16 до 40 %.

При оценке антибактериальных свойств НП обнаружили, что в первой серии экспериментов для образца Al_2O_3 бактерицидный или бактериостатический эффекты были не зафиксированы, при этом НП Ag и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ проявили слабую активность в отношении кишечной палочки и стафилококка [3].

Во второй серии экспериментов образцы SiO_2 и $\text{SiO}_2\text{Ag96}$ также как и Al_2O_3 не проявили антибактериальных свойств.

В третьей серии НП Ag, Fe_2O_3 были неэффективны против исследуемых штаммов бактерий, а $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ проявил бактерицидное действие.

Таким образом, композиты на основе оксида алюминия и оксида железа, покрытые серебром, обладают большей антибактериальной активностью в сравнении с композитами на основе оксида кремния, покрытого серебром.

Результаты оценки фотокаталитических свойств представлены в таблицах 1 - 3. Зависимость обесцвечивания раствора МФ от времени воздействия УФ излучением может быть описана линейным уравнением $y=kx+b$, где коэффициентом k – скорость фотодеструкции (обесцвечивания).

Таблица 1. Значение коэффициента k при разных концентрациях для образцов Al_2O_3 , Ag, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$.

Образец	При концентрации 100 мкг/мл		При концентрации 300 мкг/мл	
	Абсолютное значение	Приведенное к контролю	Абсолютное значение	Приведенное к контролю
Контроль	-0,02846	1,00	-0,00963	1,00
Al_2O_3	-0,01866	0,66	-0,02002	2,08
Ag	-0,01838	0,65	-0,02191	2,28
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$	-0,02052	0,72	-0,02334	2,42

Из данных таблицы 1 видно, что при концентрации 100 мкг/мл скорость фотодеструкции всех образцов с порошками Al_2O_3 , Ag и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ была меньше, чем в контрольной пробе. Следовательно, что при данной концентрации НП выступают в качестве фотопротекторов, причем композит ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$) проявил наименьшие фотопротекторные свойства.

При концентрации 300 мкг/мл наоборот – скорость фотодеструкции всех образцов с порошками была больше, чем в контрольной пробе. Следовательно, при концентрации 300 мкг/мл НП проявили фотокаталитические свойства, причем наибольшую эффективность проявил композит ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$) [3].

Таблица 2. Значение коэффициента k при разных концентрациях для образцов SiO_2 , Ag, $\text{SiO}_2\text{Ag96}$.

Образец	При концентрации 100 мкг/мл		При концентрации 300 мкг/мл	
	Абсолютное значение	Приведенное к контролю	Абсолютное значение	Приведенное к контролю
Контроль	-0,02606	1,00	-0,03113	1,00
$\text{SiO}_2\text{Ag96}$	-0,02568	0,99	-0,02731	0,88
SiO_2	-0,02257	0,87	-0,02533	0,81
Ag	-0,02066	0,80	-0,02608	0,84

Из таблицы 2 видно, что исследуемые НП SiO_2 , Ag и $\text{SiO}_2\text{Ag96}$ выступают фотопротекторами при обеих концентрациях, причем самым слабым фотопротектором является композит.

Таблица 3. Значение коэффициента k при разных концентрациях для образцов Fe_2O_3 , Ag, $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{Ag96}$.

Образец	При концентрации 100 мкг/мл		При концентрации 100 мкг/мл	
	Абсолютное значение	Приведенное к контролю	Абсолютное значение	Приведенное к контролю
Контроль	-0,02355	1,00	-0,02116	1,00
Ag	-0,02343	0,99	-0,02529	1,20
Fe_2O_3	-0,02315	0,98	-0,02635	1,20
$\text{Fe}_2\text{O}_3\text{Ag96}$	-0,02309	0,98	-0,02337	1,10

Анализируя данные таблицы 3, сделали вывод, что порошки Fe_2O_3 , Ag и $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ ведут себя аналогично НП первого эксперимента с Al_2O_3 , Ag и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$. При концентрации 100 мкг/мл все порошки проявляют слабые фотопротекторные свойства, а при большей концентрации 300 мкг/мл – слабые фотокаталитические свойства.

Исходя из полученных данных установлено существенное влияние серебряного покрытия на некоторых оксидах на их фотокаталитические свойства: для $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ и $\text{SiO}_2\text{Ag96}$ покрытие стимулировало фоторазложение МФ, несмотря на это $\text{SiO}_2\text{Ag96}$ проявил себя как фотопротектор, а $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ как фотокатализатор. Однако для части оксидов, таких как $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{Ag96}$, данное действие не обнаружено, они проявили инертность по отношению к МФ и аналогичным образом ведут себя как с покрытием, так и без него. Таким образом, наиболее подходящим композитом для обеззараживания воды является $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$.

Результаты цитотоксической активности НП, проведенные на ФЧ и клеточной культуре HeLa, представлены в таблице 4.

Таблица 4. Действие оксидных наноматериалов и композитов с серебряным покрытием на ФЧ и клетки HeLa.

НП, %	Действие на ФЧ			Действие на клетки HeLa		
	0,1 мг/мл	0,5 мг/мл	1 мг/мл	0,1 мг/мл	0,5 мг/мл	1 мг/мл
Контроль	100	100	100	100	100	100
Ag	82 ^a	68 ^a	66 ^a	82 ^a	34 ^a	39 ^a
Al_2O_3	93	89	87	83 ^a	83 ^a	88 ^a
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$	82 ^a	87 ^a	77 ^a	85 ^a	79 ^a	92
SiO_2	106	126 ^a	91	93	86 ^a	92
$\text{SiO}_2\text{Ag96}$	100	110	98	87 ^a	69 ^a	45 ^a
Fe_2O_3	96	98	114	91	93	97
$\text{Fe}_2\text{O}_3\text{Ag96}$	95	101	98 ^a	92	72 ^a	58 ^a

^a Достоверные отличия от контроля

Таким образом, установлено различное влияние серебряного покрытия на оксидах на их биологические свойства: композиты $\text{SiO}_2\text{Ag96}$ и $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ проявили повышенную токсичность к опухолевым клеткам в сравнении с их чистыми оксидами. При этом композиты показали низкую цитотоксичность к ФЧ, сходную с их чистыми оксидами.

Однако оксид алюминия и композит на его основе ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$) подобными свойствами не обладают, они примерно в равной степени проявили слабую токсичность к обеим клеточным культурам.

Исходя из полученных данных, композитные наноматериалы, такие как $\text{SiO}_2\text{Ag96}$ и $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{Ag96}$, более перспективны для применения в адресной доставке лекарств, чем $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ в силу многофакторности воздействия.

5. Выводы

Получены композитные НП оксида алюминия, оксида кремния и оксида железа, покрытые наноразмерным слоем серебра. Размеры НЧ составили для $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag15}$ – 50 нм, для $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ – 80 нм, а доля серебряного покрытия $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag15}$ – 2-3 % и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ – от 16 до 40 %. Достоинством данного метода получения композитов на основе серебра является возможность их управляемого (по степени покрытия) получения.

Антибактериальные свойства композитов исследованы на кишечной палочке и стафилококке. НЧ оксида алюминия и оксида железа с серебряным покрытием показали эффективность против данных штаммов. Композитные НП на основе оксида алюминия и оксида железа являются перспективными антибактериальными агентами. Полученные данные требуют более тщательной проверки.

Проверены фотокаталитические свойства композитных НП. Композит $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ показал перспективность для использования в качестве фотокатализатора.

Исследованы цитотоксические свойства, которые показали, что НП $\text{SiO}_2\text{Ag96}$, $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ не проявили токсического действия в отношении дермальных ФЧ в отличие от $\text{Al}_2\text{O}_3\text{Ag96}$, при этом все порошки проявили ингибирующее действие на жизнеспособность клеток HeLa. Таким, образом, $\text{SiO}_2\text{Ag96}$ и $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{Ag96}$ проявили себя как потенциальные мультимодальные агенты в области направленной доставки лекарств.

Благодарности

Работа была частично поддержана Российским фондом фундаментальных исследований и Свердловской областью в рамках проекта № 20-48-660019.

Авторы признательны О. Р. Тимошенко (Институт электрофизики УРО РАН) за проведение анализов.

Список литературы

- [1] Toh H, Faure R, Amin L, Hay C and George S 2017 *Nanotechnology, Science and Applications* **10** 147–162.
- [2] Yuan Y, Peng Q and Gurunathan S 2017 *International Journal of Nanomedicine* **12** 6487—6502.
- [3] Sokovnin S Yu, Balezin M E and Kiseleva M A 2021 *Radiation Physics and Chemistry* **179** 109218.

Исследование параметров пленок оксида молибдена оптическими методами

Д А Николюкин и В И Шаповалов

СПбГЭТУ «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина), 197376, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. В работе были исследованы физические свойства пленок оксида молибдена, которые получены методом реактивного магнетронного распыления. На основе экспериментальных спектров пропускания и отражения для образцов при разном токе в области фундаментального поглощения была установлена ширина оптической щели, а в видимом диапазоне – толщина пленок. Изучаемые пленки имели значения оптических параметров, которые наблюдали и другие авторы. Однако зависимость ширины оптической щели от толщины пленок в литературе не встречается и может быть связана с влиянием на структуру пленки плотности потока распыленного вещества с поверхности мишени.

Пленки на основе оксидных материалов приобрели популярность в последние годы, в частности оксида молибдена, благодаря своим свойствам, которые включают высокую оптическую прозрачность, хорошую подвижность электрических носителей и устойчивость к механическим нагрузкам.

Возможность настройки их физических свойств, приводящих к различным электронным и геометрическим структурам, которые могут иметь металлические, полупроводниковые или изолирующие свойства, делает этот класс материалов уникальным. Это увеличивает их важность как потенциальных материалов в широком диапазоне применений, включая прозрачную электронику, оптоэлектронику, магнитоэлектронику, фотонику, спинтронику, термоэлектрику, пьезоэлектрику, сбор энергии, хранение водорода и утилизацию экологических отходов. В частности, перспективной сферой применения оксида молибдена могут быть плоские 2D-материалы, которые, возможно, являются идеальными кандидатами в каналы для будущих полевых транзисторов [1].

Существует несколько способов получения тонких пленок MoO_3 , включая физическое распыление, химическое осаждение из паровой фазы, импульсное лазерное напыление, покрытие методом центрифугирования, пиролиз распылением, осаждение атомного слоя и печать [2]. В частности, осаждение методом реактивного магнетронного распыления рассматривается как наиболее подходящий способ получения однородной тонкой пленки.

В работах [3-5] были определены оптические свойства пленок оксида молибдена при различных условиях осаждения. При стандартных условиях пленки имеют слабое поглощение в видимом диапазоне длин волн. Было установлено, что ширина оптической щели варьируется от 2.5 до 4 эВ, показатель преломления изменяется от 1.55 до 2.5, оптическое пропускания пленок доходит до 95 процентов.

В данной работе пленки оксида молибдена были синтезированы методом реактивного магнетронного распыления в среде $\text{Ag} + \text{O}_2$. Объем вакуумной камеры составлял $8 \times 10^{-3} \text{ м}^3$, внутри бы помещен планарный магнетрон с мишенью диаметром 60 мм из молибдена. Нанесение пленок на стеклянную подложку происходило в течение 20 минут, при этом давление Ag было равно 6 мТорр. Расход O_2 выбирался таким образом, чтобы при распылении наблюдался оксидный режим работы. Пленки напылялись при трех значениях тока (0.6, 1.1 и 1.5 А).

При снятии экспериментальных спектров пропускания в области 200-1000 нм был использован спектрометр ISM3600 с абсолютной погрешностью длины волны не более 0,5 нм. Обработка полученных спектров происходила в программе Aspect2010. В качестве источников оптического излучения были использованы галогенная лампа в диапазоне 400-1000 нм и дейтериевая лампа в диапазоне 200-400 нм.

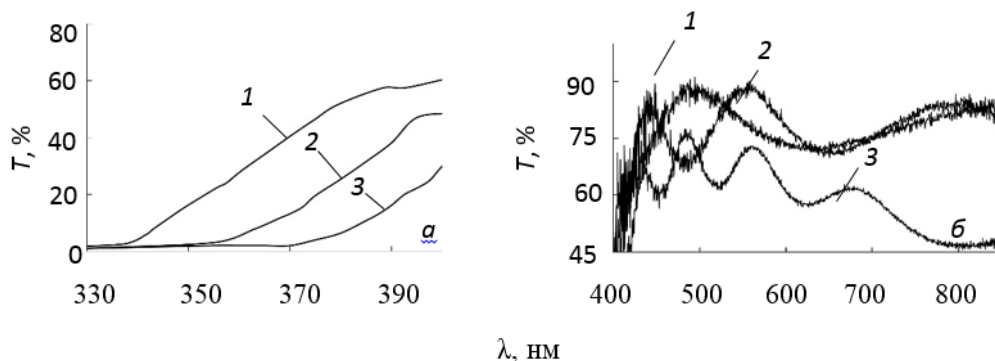


Рисунок 1. Экспериментальные спектры пропускания пленок MoO_3 : *a* – в УФ диапазоне; *б* – в видимом диапазоне при значениях тока разряда (в А): 1 – 0.6; 2 – 1.1; 3 – 1.5.

Результаты измерений экспериментальных спектров пропускания пленок, которые были изготовлены при разных токах можно увидеть на рисунке 1. Осцилляции, возникающие в видимом диапазоне, объясняются интерференцией падающих и отраженных волн от границы раздела пленка-подложка. Известна методика вычисления параметров пленок, основанная спектрах пропускания и позволяющая определить их толщину, показатели преломления и поглощения [6], [7].

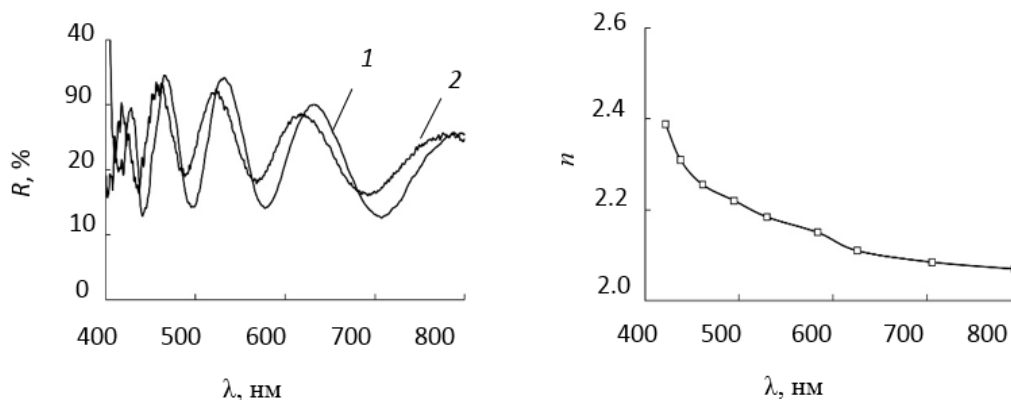


Рисунок 2. Спектры отражения пленки, осажденной при токе разряда 1,5 А при α : 1 - 0° ; 2 - 30° .

Рисунок 3. Дисперсия показателя преломления пленки, осажденной при токе разряда 1,5 А.

В данной работе была использована более простая методика расчета толщины пленки и показателя преломления, в которой вычисления проводят по спектрам отражения при двух углах падения световой волны (рисунок 2). При изменении угла падения происходит смещение положения экстремумов. По данным смещениям через разность хода лучей и уравнение Снеллиуса выполняют расчет требуемых параметров. Методика вычислений построена на совокупности формул:

$$d = \frac{\sqrt{\Delta^2 - (\Delta')^2}}{\sin \alpha}, \quad n = \frac{\sin \alpha}{\sqrt{1 - \left(\frac{\Delta'}{\Delta}\right)^2}}, \quad \Delta = \frac{\lambda_{\max} \lambda_{\min}}{4|\lambda_{\max} - \lambda_{\min}|}, \quad \Delta' = \frac{\lambda'_{\max} \lambda'_{\min}}{4|\lambda'_{\max} - \lambda'_{\min}|}, \quad (1)$$

где d – толщина пленки; α – угол падения световой волны; n – показатель преломления; λ и λ' – положения экстремумов $\max$ и $\min$ при $\alpha = 0^\circ$ и $\alpha = 30^\circ$, соответственно. Результаты расчета сведены в таблице 1 и показаны на рисунке 3.

Показатель преломления в видимом диапазоне имеет нормальную дисперсионную характеристику (рисунок 2). К сожалению, метод расчета дисперсионной характеристики $n(\lambda)$ для других образцов

рассчитать данным методом не представляет возможности из-за малого количества экстремумов в спектрах.

Таблица 1. Толщина пленок.

Ток разряда, А	Толщина пленки, нм
0.6	270
1.1	420
1.5	650

Из спектров пропускания в УФ диапазоне на рисунке 1, *а* видно, что край фундаментального поглощения с увеличением тока смещается в более длинноволновую область. Это говорит об увеличении ширины оптической щели пленки E_g .

Фундаментальное поглощение определяется конфигурацией энергетических зон и все пленки можно разделить на два основных типа [8]. У первых из них происходят вертикальные или прямые переходы электронов в зону проводимости, их вероятность зависит от энергии фотона так, что коэффициент собственного поглощения α можно выразить следующим образом:

$$\alpha = \begin{cases} A(h\nu - E_g)^{1/2} & h\nu > E_g \\ 0 & h\nu \leq E_g \end{cases}, \quad (2)$$

где A – коэффициент пропорциональности; $h\nu$ – энергия фотона; E_g – ширина оптической щели.

В пленках второго типа происходят не прямые (невертикальные) переходы, которые осуществляются с испусканием или поглощением фононов. Пренебрегая энергией фонона, которая обычно меньше ширины щели более, чем на порядок, коэффициент собственного поглощения при не прямых переходах выражают формулой:

$$\alpha = \begin{cases} B(h\nu - E_g)^2 & h\nu > E_g \\ 0 & h\nu \leq E_g \end{cases}, \quad (3)$$

где B – коэффициент пропорциональности.

Из (2) и (3) следует, что, если в пленке возникают переходы только одного вида (прямые или не прямые), то полиномом первого порядка может быть только одна из зависимостей:

$$\alpha^2 = f(h\nu) \text{ или } \sqrt{\alpha} = f_1(h\nu), \quad (4)$$

соответственно. Чтобы определить, какой тип перехода реализуется, обе зависимости аппроксимируют этим полиномом. Вид перехода определяют по лучшему согласию аппроксимирующей прямой с экспериментальными точками. Экстраполируя выбранную прямую до пересечения с осью энергии фотона, определяют значение величины E_g . Результаты вычислений по формулам (4) представлены на рисунке 4, из которого следует, что в исследуемых пленках происходят не прямые переходы. Численные значения E_g сведены в таблице 2.

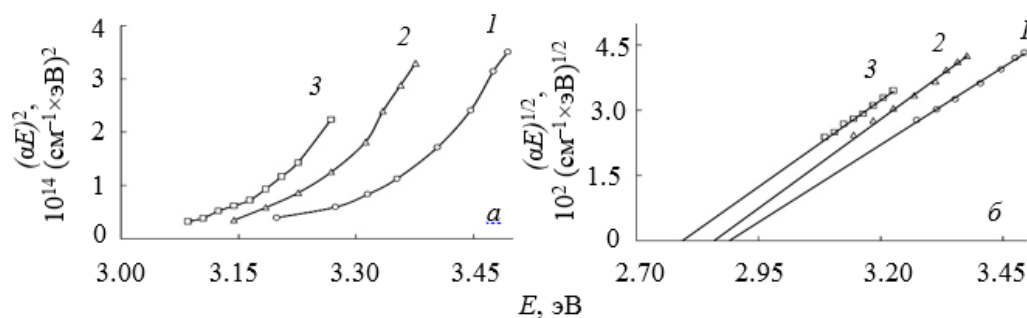


Рисунок 4. Зависимости переходов в пленках MoO₃: а – прямого; б – непрямого. Точками показаны результаты расчета при значениях тока разряда (в А): 1 – 0.6; 2 – 1.1; 3 – 1.5.

Таблица 2. Значения E_g.

Ток разряда, А	Ширина оптической щели, эВ
0.6	2.80
1.1	2.85
1.5	2.90

В заключение отметим, что изучаемые пленки имеют значения оптических параметров, которые наблюдали и другие авторы. Однако зависимость ширины оптической щели от толщины пленок в литературе не встречается и может быть связана с влиянием на структуру пленки плотности потока распыленного вещества с поверхности мишени.

Список литературы

- [1] Marciel A, Graça M, Bastos A et al. 2021 *Materials* **14** 821
- [2] Saji K J, Tian K, Snure M et al. 2016 *Advanced Electronic Materials* **2** 383–96
- [3] Nirupama V, Gunasekhar K R, Sreedhar B et al. 2009 *Current Appl. Phys.* **10** 272–8
- [4] Lee Y J, Nichols W T, Kim D-G et al. 2009 *J. Phys. D: App. Phys.* **42** 115419
- [5] Lin S-Y, Chen Y-C, Wang C-M et al. 2009 *Applied Surface Science* **255** 3868–74
- [6] Shapovalov V I, Morozova A A, Lapshin A E 2014 *Glass Phys. Chem.* **40** 341–5
- [7] Barybin A A, Shapovalov V I 2010 *Inter. J. Opt.* **2010**. 137572.
- [8] Shapovalov V I, Komlev A E, Komlev A A et al. 2013 *Glass Phys. Chem.* **39** 664–6

Перспективные вакуумные обработки поверхности ионами азота

М С Мельниченко, А И Кузьмичёв и В М Шулаев
ООО НПП «НИТТИН», 308013, Белгород, Россия

e-mail: nittin.ru@gmail.com

Аннотация. Рассматриваются современные виды вакуумных обработок ионами азота. Представлена физико-кинетическая модель и расчёты для систем с сильным полем для генерации высокоэнергетичных потоков ионов и нейтралов азота. Дана информация о промышленных разработках НПП «НИТТИН».

1. Введение

Азот является одним из важнейших технологических газов и издавна применяется в приборо- и машиностроительной промышленности, что объясняется его физическими и химическими свойствами. При этом азот доступен – его легко добывать из атмосферного воздуха. В неионизованной форме при невысокой температуре используется его относительная химическая инертность, и он применяется в системах антикоррозионного хранения изделий и в чистом виде в термических процессах, как среда для ускоренного охлаждения садки в вакуумных электропечах торговой марки «НИТТИН» [1], либо как разбавляющий газ (как в формиргазе – смеси N_2 и H_2). При повышенной температуре используются физико-химические свойства азота в так называемых процессах вакуумного азотирования с образованием нитридов на поверхности стальных изделий и в приповерхностном слое благодаря диффузии атомов азота в твёрдое тело. Процессы газового азотирования при низких давлениях обычно выполняют с использованием аммиака в качестве, как источника азота, так и водорода для восстановления окислов. Ионизация азота и сопутствующие процессы диссоциации и электронного возбуждения расширяют и усиливают его свойства [2]. Появляется возможность за счёт ускорения ионов электрическим полем управлять энергетикой физико-химических, диффузионных и имплантационных процессов и, в частности, управлять температурой изделий, т.е. обходиться без внешнего подогрева или снизить его интенсивность. Можно реализовать физические процессы с ускоренными ионами, а именно: ионное распыление и ионную имплантацию, и реализовать так называемую ионную металлургию. Наконец, азот в ионно-плазменном состоянии является рабочей средой в электронных приборах с газовым разрядом – коммутационных и защитных разрядниках и газовых лазерах. В данной работе рассмотрим перспективные вакуумные обработки ионами азота и математическую модель системы низкого давления для получения высокоэнергетичных потоков ионов и нейтралов азота.

2. Перспективные применения ионов азота

В настоящее время к выпускаемым изделиям промышленности предъявляются всё более высокие требования, и большое внимание уделяется модифицированию поверхности, т.к. именно её состояние и свойства во многом определяют эксплуатационные характеристики. Свойства поверхность эффективно управляются посредством воздействия на нее потоками высокоэнергетичных частиц, в первую очередь, ионов рабочих газов, в том числе ионов и быстрых нейтралов азота. Управляя энергией бомбардирующих частиц, реализуют процессы очистки поверхности от загрязнений, имплантацию частиц в приповерхностные слои, осаждение различных по составу, структуре, свойствам и характеристикам покрытий. Далее рассмотрим наиболее часто реализуемые процессы азотных технологий.

2.1. Ионно-плазменное азотирование (азотирование в газовых разрядах)

Эта химико-термическая обработка деталей состоит в помещении деталей в плазму аномального тлеющего разряда (АТР) азотосодержащей газовой смеси и диффузном насыщении поверхности деталей атомами азота. Насыщенный слой придает поверхности повышенную твердость и износостойкость. Кроме АТР применяют и другие формы тлеющего разряда (разряд с полым катодом), ВЧ и СВЧ разряды для генерации ионов азота и диссоциации молекул N_2 на атомы [2]. Регулирование электрического режима разрядов в чистом азоте в отсутствие водорода позволяет управлять энергетическими параметрами потока ионов на детали с отрицательным потенциалом, что делает процесс более гибким [3] в установке безводородного азотирования в тлеющем разряде БАТР-1 торговой марки «НИТТИН». Толщина диффузионно-насыщенного слоя составляет от нескольких до сотен микрон. Преимуществами технологии являются азотирование в тлеющем разряде различных сталей и других металлов и малая продолжительность процесса в установках тлеющего разряда модели АТР-1-5.6/6-НИТТИН. Обе установки не уступают импортным аналогам по своим техническим характеристикам, но значительно их дешевле на отечественном рынке.

2.2. Ионно-плазменное и ионно-лучевое осаждение покрытий

Освоены различные варианты этой азотной технологии с напуском азота в газоразрядную камеру, которые условно можно разделить на 2 группы – PVD и CVD. Технологии реализуют в широком диапазоне давлений – от десятых долей паскалей до атмосферного.

В одних PVD технологиях азот нужен для формирования нитридного покрытия на подложке. Второй компонент нитрида – металл (Ti, Al и др.) направляется на подложку либо путём ионного распыления металлической мишени ионами распыляющего газа (обычно Ar^+) в разрядах разного типа (АТР, магнетронном, ВЧ, СВЧ), либо электронно-лучевым испарением металла из тигля, либо испарением металлического катода в вакуумно-дуговом разряде [2]. При этом в пространстве перед подложкой благодаря поддержанию плазменного разряда (DC, ВЧ, СВЧ) генерируются ионы азота (N^+ , N_2^+) и другие химически активные его частицы, а на подложку подаётся отрицательный потенциал, что приводит к стимулированию образования нитрида и вместе с нагревом подложки за счёт ионной бомбардировки формированию требуемой структуры покрытия [4]. Таким способом получают твёрдые, износостойкие, антикоррозионные, антидиффузионные барьерные, декоративные с уникальными свойствами [5]. Покрытия можно наносить на подложки разной формы и площади, включая порошковые материалы. Получают покрытия с супервысокими магнитными и оптическими свойствами, для стойких к электроэрозии контактов и электродов.

В других PVD технологиях ионы азота используются для физического распыления поверхности вместо ионов аргона. Такая технология использована в триодной системе для нанесения плёнок Os, Ir и других металлов на металлопористые термокатоды (МПК) мощных электровакуумных приборов (ЭВП), причем бомбардировка ионами используется сначала для ионной очистки и фрезерования поверхности катодов, потом для распыления мишени с одновременной бомбардировкой ионами поверхности наносимого покрытия [6].

В CVD технологиях в газоразрядную камеру одновременно с напуском азота (или аммиака) напускают прекурсор второго компонента покрытия – металла или полупроводника (Si). CVD метод позволяет наносить равномерные покрытия на неровных подложках, порошках и внутри отверстий и трубчатых деталей. Для снижения температуры CVD процесса его проводят в плазменной среде; при необходимости, с подачей отрицательного потенциала на подложку.

В технологиях ионно-лучевого осаждения ионы азота обычно используются в виде луча, испускаемого ионной пушкой, для бомбардировки осаждаемого покрытия с целью формирования покрытия с требуемыми составом и структурой. Этот метод требует высокого вакуума порядка сотых долей паскаля, а для нанесения основного материала применяют испарение из тигля или распыление мишени тяжёлыми ионами.

2.3. Ионная имплантация

Это процесс внедрения вглубь материала ускоренных в электрическом поле ионов азота с высокой энергией (от 10 до сотен кэВ). Имплантацию осуществляют в двух вариантах – в высоком вакууме с направлением ионов на подложку в виде сфокусированного масс-сепарированного луча из отдельного

устройства с ионным источником, масс-сепаратором и ускорителем или помещением подложки с высоким отрицательным потенциалом в объём плазмы газового разряда в азотсодержащей газовой среде. Второй вариант именуют плазмо-иммерсионной имплантацией (ПИИ)), в ней на подложку попадают все виды положительных ионов из плазмы. Ионно-лучевая имплантация широко применяется в электронной промышленности для легирования полупроводников и управления их электрофизическими свойствами. Для этих же целей можно применять и ПИИ, но она чаще применяется для легирования и управления свойствами поверхности металлических деталей в машиностроении для увеличения жаростойкости, коррозионной стойкости, длительной прочности, сопротивления усталости рабочие лопатки паровых турбин. Можно улучшить антикоррозионные и фрикционные свойства стали, предотвращать образование трещин на поверхности металлов, упрочнять поверхности режущих инструментов. Толщина модифицированного слоя составляет несколько микрон.

2.4. Ионно-плазменное травление

Это процесс удаления поверхностных слоёв физическим распылением, как описано в секции 2.2 в отношении технологии изготовления МПК с помощью триодной системы. Для удаления адсорбированных частиц используются ионы азота с энергией в диапазоне от 20 до 100 эВ, а для удаления слоев основного материала – от 100 до 2000 эВ. Достоинство азотных ионов – их малая масса и меньшая вероятность структурных повреждений подложки. Но скорость распыления ионами азота меньше скорости распыления ионами аргона. В любом случае, ионное травление можно выполнять в едином вакуумном цикле перед нанесением покрытий.

3. Кинетическое моделирование системы для ионной обработки

Математическую модель системы для ионной обработки формируем на принципах физической кинетики для высоковольтной части системы, в которой происходит ускорение ионов до энергий, обеспечивающих выполнение требуемого технологического процесса, а именно: для прикатодного слоя пространственного заряда в случае применения аномального тлеющего разряда с анодной плазмой или ускоряющего промежутка между катодом и металлическим анодом с анодным источником ионов азота. При этом необходимо учесть физические процессы в достаточной степени для получения адекватных результатов расчётов в широком диапазоне напряжений и давлений азота. Поэтому используем следующую модель физических процессов: обрабатываемое изделие является катодом, со стороны анода в прикатодную область с сильным полем поступает поток ионов с плотностью тока $j_{i,a}$, ионы ускоряются электрическим полем и на пути к катоду участвуют в процессах перезарядки, ионизации газа и самообдирки; нейтральные высокоэнергетичные частицы, образовавшиеся при перезарядке ионов (бывшие ионами до перезарядки) летят к катоду, также участвуя в процессах ионизации газа и самообдирки. Бомбардировка катода ионами и нейтральными частицами приводит к вторичной электронной эмиссии и отражению (обратному рассеиванию) части бомбардирующих частиц в виде потока высокоэнергетичных нейтральных атомов, летящих в сторону анода. Катодные электроны и отражённые атомы, как и вторичные электроны и ионы, образованные в межэлектродном промежутке, также ионизуют газ.

Математическую модель представляем следующей системой кинетических уравнений для плоской системы электродов и уравнения Пуассона для электрического поля для режима постоянного тока:

$$\begin{aligned} v_x \frac{\partial f_e(x, \vec{v})}{\partial x} - \frac{e}{m} E(x) \frac{\partial f_e(x, \vec{v})}{\partial v_x} &= 2nv_x \delta(v^2) (q_e + q_i + q_n + q_r), \\ \frac{\partial f_i(x, v_x)}{\partial t} v_x \frac{\partial f_i(x, v_x)}{\partial x} + \frac{e}{M} E(x) \frac{\partial f_i(x, v_x)}{\partial v_x} &= 2nv_x \delta(v_x^2) (q_e + q_i + q_n + q_r) - \\ &- n f_i(x, v_x) \sigma_{ce}(v_x) v_x + 2nv_x \delta(v_x^2) \int f_i(x, v'_x) \sigma_{ce}(v'_x) v'_x dv'_x, \\ q_\alpha &= \int f_\alpha(x, \vec{v}') \sigma_\alpha(v') v' d\vec{v}', \alpha = e, r, \\ q_\beta &= \int f_\beta(x, v'_x) \sigma_\beta(v'_x) v'_x dv'_x, \beta = i, n, \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \frac{\partial f_n(x, v_x)}{\partial t} + v_x \frac{\partial f_n(x, v_x)}{\partial x} &= n f_i(x, v_x) \sigma_{ce}(v_x) v_x, \\
 v_x \frac{\partial f_r(x, \vec{v})}{\partial x} &= 0, \\
 j_d(x) &= j_i(x) + j_e(x), \quad I_d = I_i + I_e, \\
 j_e(x) &= |e| \int f_e(x, \vec{v}') v'_x dv'_x, \quad j_i(x) = |e| \int f_i(x, v'_x) v'_x dv'_x, \\
 I_e &= \frac{S}{d} \int_0^d j_e(x) dx, \quad I_i = \frac{S}{d} \int_0^d j_i(x) dx, \\
 E(x) &= -\frac{d\varphi(x)}{dx}, \quad \frac{d^2\varphi(x)}{dx^2} = -\frac{\rho_e(x) + \rho_i(x)}{\varepsilon_0}, \\
 \rho_e(x) &= -e \int f_e(x, \vec{v}') d\vec{v}', \quad \rho_i(x) = e \int f_i(x, v'_x) dv'_x,
 \end{aligned} \tag{1}$$

где f_e, f_i, f_n, f_r – функции распределения электронов, ионов, нейтралов перезарядки и атомарных нейтралов, отраженных от катода; x – ось координат, направленная от катода к аноду; v_x – проекция скорости v на ось x ; m – масса электрона; M – масса иона; n – концентрация газовых частиц (принята постоянной); δ – дельта-функция Дирака; $\sigma_e, \sigma_i, \sigma_n$ и σ_r – сечения ионизации газа электроном, ионом, нейтралом перезарядки и атомарным отраженным нейтралом, причем σ_n и σ_r являются суммой сечений ионизации газа нейтралом и его обдирки; σ_{ce} – сечение перезарядки, учитывающее в случае молекулярных газов молекулярную перезарядку типа $AA^+ + AA^0 \rightarrow AA^0 + AA^+$ и диссоциативную типа $AA^+ + AA^0 \rightarrow 2A^0 + AA^+$ путем сложения сечений обоих типов перезарядки, при этом два быстрых атомарных нейтрала считались эквивалентными одному молекулярному с той же скоростью; j_d – плотность разрядного тока; $j_{e(i)}$ – плотность тока электронов (ионов); I_d – разрядный ток в системе; $I_{e(i)}$ – ток электронов (ионов); S – площадь катода (анода); E и φ – напряжённость и потенциал поля; $\rho_{e(i)}$ – плотность пространственного заряда электронов (ионов); ε_0 – электрическая постоянная. Использовались функциональные зависимости $\sigma_e(v), \sigma_{ce}(v), \sigma_i(v), \sigma_n(v)$ и $\sigma_r(v)$ в виде аппроксимаций соответствующих экспериментальных данных. Для азота аппроксимации приведены в [7].

Приведенная система уравнений дополняется соответствующими краевыми условиями, формулировка которых зависит от вида моделируемой системы, и уравнениями для электрической цепи. В простейшем случае внешняя цепь представляет собой источник постоянной ЭДС E , к которому через резистор R подключено газоразрядное устройство, а напряжение на аноде $U = E - I_d R$. На катоде имеем следующие условия:

$$\begin{aligned}
 j_e(0) &= j_{e,\gamma} = e \int [\gamma_i(v'_x) f_i(0, v'_x) + \gamma_n(v'_x) f_n(0, v'_x)] v'_x dv'_x, \\
 f_e(0, \vec{v}) &= \frac{2j_e(0)\delta(v^2)}{e}, \quad f_i(0, v_x)|_{v_x > 0} = 0, \quad f_n(0, v_x)|_{v_x > 0} = 0, \\
 v f_r(0, \vec{v})|_{v_x > 0} &= \int_{v'_x < 0} v'_x [f_i(0, v_x) + f_n(0, v_x)] \Psi(\vec{v}, v'_x) dv'_x, \quad \varphi(0) = 0,
 \end{aligned}$$

где γ_i и γ_n – коэффициенты вторичной эмиссии катода под действием бомбардировки ионами и нейтралами перезарядки (в [7] приведены аппроксимации коэффициентов $\gamma_i(v)$ и $\gamma_n(v)$, Ψ – функция преобразования спектра ионов и нейтралов перезарядки, бомбардирующих катод, в спектр отраженных атомарных нейтралов; здесь полагаем, что отражение тяжелых частиц не зависит от их зарядового состояния. Для определения спектра отражённых атомов применяем программу типа TRIM [8]. Граничные условия на аноде зависят от способа организации технологического процесса. В случае, если анод представляет собой мелкоструктурную сетку, за которой создаётся плазма как ионный эмиттер, граничные условия имеют вид:

$$v f_e(d, \vec{v})|_{v_x < 0} = \int_{v'_x > 0} \vec{v}' f_e(d, \vec{v}') K(\vec{v}, \vec{v}') d\vec{v}', \quad f_i(d, v_x) = 0, \quad f_n(d, v_x) = 0,$$

$$j_i(d) = j_{i,a} = \text{Const}, \quad f_i(d, v_x) = \frac{2j_i(d)\delta(v^2)}{e}, \quad \varphi(d) = U,$$

где K – функция преобразования спектра скоростей электронов, бомбардирующих анодную сетку, в спектр отраженных электронов. В случае, если анодом служит граница открытой плазмы, вводятся дополнительные условия:

$$K = 0, \quad E(0) = 0.$$

При заданной величине d ток эмиссии ионов из плазмы $j_{i,a}$ является рассчитываемым параметром. Система с плазменным анодом является моделью катодных слоёв различных газовых разрядов, для азотирования чаще всего применяется аномальный тлеющий разряд, иногда ВЧ разряд или СВЧ разряд с подачей отрицательного напряжения на изделие.

Решение системы кинетических уравнений выполняется численно с использованием элементов метода “крупных частиц”. При этом общий алгоритм решения задачи разбит на несколько этапов, на которых решают самостоятельные задачи; алгоритм представляет собой несколько итерационных циклов, вложенных друг в друга. При решении задачи использовано многучковое приближение в режиме “сильного поля”, т.е. предполагается, что энергия заряженных частиц определяется пройденной разностью потенциалов от места их рождения до места столкновения, и под воздействием поля частицы приобретают направленную скорость, намного превосходящую хаотическую тепловую и начальную скорости. Напряжение U намного больше потенциала ионизации газа, потерями энергии на ионизацию пренебрегаем из-за низкой плотности газа. Таким образом, принято, что энергия поля расходуется только на разгон частиц. Соответственно, $\lambda_{e,r} > d$, $\lambda_i \sim d$, $\lambda_{e,r,i}$ – средние длины свободного пробега электронов, отражённых атомов и ионов. Упругими столкновениями ионов пренебрегаем. Для перезарядки принята эстафетная модель передачи заряда от нейтрала к иону. Таким образом, данный метод моделирования является вариантом метода Монте-Карло в приближении “рассеяние строго вперёд” в условиях “сильного поля”.

Применение разработанной модели для расчёта систем ионной обработки низкого давления позволило получить хорошее совпадение с экспериментом при условии использования аккуратно выбранных аппроксимаций для зависимостей сечений и коэффициентов элементарных процессов от скорости частиц. В частности, для проверки адекватности модели был проведен расчёт кривой Пашена (характеристики возникновения самостоятельного разряда в азоте между металлическими катодом и анодом). Сравнение с экспериментом представлено на рисунке 1. Расхождение между расчётом и экспериментом по величине pd , при которой возникает самостоятельный разряд, не превышает 10 %, что соответствует разбросу экспериментальных данных, полученных в новой промышленной установке ННВ-НИТТИН-100 [9].

С помощью программы TRIM выполнялись расчёты по методу Монте-Карло коэффициентов распыления S ионами азота осмия (Os), иридия (Ir) и вольфрама (W), используемых в технологиях изготовления металлопористых термокатодов мощных электровакуумных приборов, а также алюминия (Al) для холодных катодов азотных лазеров. Результаты расчётов приведены в таблице 1. В ней же представлены интегральные коэффициенты R отражения ионов N^+ от указанных металлов и средняя глубина L ионной имплантации в них. Энергия ионов определялась по результатам решения системы уравнений (1).

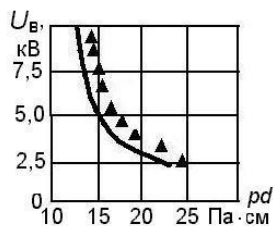


Рисунок 1. Расчётная кривая Пашена (сплошная линия) и экспериментальные данные о напряжении возникновения разряда U_b в среде азота (p – давление газа) [7].

Таблица 1. Расчёт параметров взаимодействия ионов азота с металлами, используемых в конструкциях катодов электронных приборов.

Энергия иона N^+ , кэВ	Параметр	Мишень (Катод)			
		Os	Ir	W	Al
1,25	S	0,703	0,916	0,633	0,680
	R	0,375	0,382	0,336	0,047
	L_i , Å	28	28	31	50
2,5	S	0,939	1,240	0,784	0,797
	R	0,359	0,360	0,358	0,035
	L_i , Å	40	41	44	58

4. Выводы

Экспериментальные результаты исследований по использованию разреженного азота в вакуумных технологиях стали основой для разработки новых образцов промышленного оборудования:

- Вакуумных электропечей с системами ускоренного охлаждения на основе чистого азота.
- Установки нового поколения для ионно-плазменного азотирования сталей в тлеющем разряде.
- Разработки вакуумно-дуговых установок нового поколения для синтеза сверхтвердых наноструктурных покрытий на основе нитрида титана для упрочнения поверхностей типа ННВ-НИТТИН.
- Модернизации существующего промышленного оборудования для нанесения сверхтвердых покрытий, типа «ННВ» или «БУЛАТ».
- Создание автоматических установок ионно-плазменного травления и напыления тугоплавких металлов для производства электровакуумных приборов.

Список литературы

- [1] Антонович П В 2015 *Оборудование и инструмент для профессионалов* №4. С 74-7.
- [2] Андреев А А, Саблев Л П, Шулаев В М и Григорьев С Н 2005 Вакуумно-дуговые устройства и покрытия (Харьков: ННЦ ХФТИ) с. 236
- [3] Шулаев В М, Пастух И М, Соколова Г Н, Михайлов И Ф и Суровицкий С В 2017 *Вакуумная техника, материалы и технология. Коллективная монография. Материалы XII Международной научно-технической конференции (М.: НОБЕЛЛА)* с. 84-90
- [4] Шулаев В М и Листопад Д А 2012 *Оборудование и инструмент для профессионалов.* №2 с. 42-3
- [5] Шулаев В М, Андреев А А и Руденко В П 2006 *Физическая инженерия поверхности т. 4, № 3–4*, с. 136-42
- [6] Кузьмичев А И, Мельниченко М С и Шулаев В М 2020 *Известия высших учебных заведений. Физика. Т. 63, № 10* с. 95-101
- [7] Болдасов В С, Кузьмичев А И, Филиппычев Д С и Шабаров А Ю 1994 *Изв. ВУЗов Радиофизика* 37(4) с. 510-20
- [8] Экштайн В 1995 *Компьютерное моделирование взаимодействия частиц с поверхностью твердого тела (М.: Мир)* с. 321
- [9] Нестеров С.Б. 2020 *Лучшие инновационные продукты выставки "VacuumTechExpo 2020". (НАНО Индустрия)* т. 13 № 7–8 (101) с. 420-4

Легирование алмазоподобных углеродных покрытий хромом и молибденом: влияние на смазочные свойства масел при трении по стали

И А Буяновский¹, М М Хрущов¹, В Д Самусенко¹, М В Атаманов² и Ю И Щербаков¹

¹ Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, 101990, Москва, Россия

² ООО «ИНАКОТЕК Центр», 119334, Москва, Россия

E-mail: buyan37@mail.ru, michel_x@mail.ru

Аннотация. В докладе представлены результаты экспериментального исследования трибологического поведения легированных хромом и молибденом алмазоподобных углеродных покрытий, полученных методом магнетронного реактивного распыления, и влияния легирования на трибологические характеристики модельных смазочных сред (инактивной, поверхностно-активной и химически активной) при трении по стали в режиме граничной смазки. Установлено, что легирование, как хромом, так и молибденом, повышает как трибологические характеристики покрытий при сухом трении, так и смазочные свойства исследуемых модельных масел, причём легирование молибденом обеспечивает меньший износ и меньшие коэффициенты трения при сухом и при граничном трении, чем легирование хромом.

1. Введение

Известно, что значительное влияние на эффективность антифрикционного и противоизносного действия масел, смазывающих узлы трения, работающие в условиях граничной смазки, оказывают материалы, из которых изготовлены контактирующие элементы деталей этих узлов. Эти материалы определяют как долговечность смазываемых узлов трения, так и уровень энергетических потерь при их эксплуатации в режиме граничной смазки, в котором постоянно или периодически (в режиме пуска-останова, при перегрузках и т.д.) работают любые смазанные узлы трения [1]. Одним из методов стимулирования образования прочных граничных слоёв, обеспечивающих умеренные потери на трение и невысокую интенсивность изнашивания трущихся деталей, является модификация рабочих поверхностей контактирующих элементов узлов трения, например, путём химико-термической обработки или нанесения антифрикционных покрытий. Одним из перспективных путей решения этой задачи является нанесение покрытий алмазоподобного углерода (АПП, diamond-like carbon, DLC) на рабочие поверхности трущихся тел. Такие покрытия характеризуются уникальным сочетанием высокого уровня упругих свойств, твёрдости, износостойкости, химической инертности и низкого коэффициента трения, которым не обладают другие твёрдые покрытия [2, 3]. При этом химическая инертность АПП препятствует их активному взаимодействию со смазочной средой, но в его тончайшем поверхностном слое при трении имеют место процессы графитизации, обеспечивающие положительный градиент механических свойств по глубине покрытия, в результате чего реализуется заметный антифрикционный эффект. Другой метод обеспечения антифрикционных свойств АПП заключается в их легировании различными химическими элементами (вольфрамом, титаном, кремнием, фтором, азотом и т.д.). [6-8]. Это позволяет повысить способность указанных покрытий взаимодействовать со смазочной средой, что обеспечивает образование прочных граничных слоёв, надёжно разделяющих трущиеся поверхности, что позволяет повысить антифрикционные и противоизносные характеристики смазанных трибосопряжений. Наиболее значительное повышение антифрикционного эффекта при трении со смазкой было достигнуто путём легирования АПП карбидообразующими элементами вольфрамом [7] и молибденом [8]. Они входят в подгруппу хрома Периодической системы элементов, который, как и они обладает высокой способностью образовывать карбиды. Следовательно, можно ожидать, что легирование хромом также обеспечивает оптимизацию фрикционно-износных характеристик АПП. К сожалению, число исследований влияния хрома и молибдена в качестве элементов, легирующих АПП стальных деталей, предназначенных для узлов

трения, функционирующих в режиме граничной смазки, ограниченное [8, 9], однако в ряде случаев были получены обнадеживающие результаты. Таким образом, вопрос о влиянии хрома и молибдена на антифрикционные характеристики смазочных сред при трении в режиме граничной смазки на сегодняшний день остаётся открытым. Тем не менее, он представляет интерес как для трибологов, поскольку позволяет расширить представления о влиянии элементов, легирующих АПП, на смазочную способность масел в режиме граничной смазки, так и для технологов, занятых выбором оптимальных материалов узлов трения.

Целью настоящей работы явилось изучение влияния легирования хромом и молибденом алмазоподобных покрытий стальных деталей, предназначенных для узлов трения, работающих в режиме граничной смазки в характерных смазочных средах, инактивной, поверхностно- и химически-активной, и при несмазанном контакте на антифрикционные и противоизносные свойства.

2. Материалы и методика испытаний

В качестве смазочных сред использовали три модельных композиции: инактивная (полиальфаолефиновое масло ПАО-4), поверхностно-активная (ПАО-4+1% мас. олеиновой кислоты (ОК)) и химически активная серосодержащая (ПАО-4 + 2% мас. присадки ДФ-11 на основе диалкилдитиофосфата цинка). Трибологические характеристики этих смазочных сред оценивали применительно к паре трения сталь по стали с АПП, легированным хромом или молибденом, соответственно.

Исследование антифрикционных и противоизносных характеристик этих трёх смазочных сред проводили на машине трения КТ-2 [10] по предусмотренной ГОСТ 23.221-84 схеме трения “вращающийся шарик – торцы трёх роликов”, установленных в представленной на рисунке 1 оправке, модернизированной по этой схеме. Она состоит из корпуса 1, в котором установлен конический сепаратор 5. В нём под углом $35^{\circ}30' \pm 5'$ к вертикальной оси проделаны три равномерно расположенных по окружности паза, в каждом из которых установлен кулачок 3. Между этим кулачком и плоской поверхностью паза сепаратора размещены исследуемые образцы 4, которые через прижимное кольцо 2 накидной гайкой (на рисунке 1 она не показана) прижимаются к плоской поверхности паза и фиксируются в этом положении.

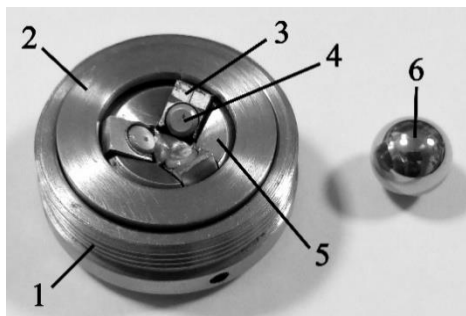


Рисунок 1. Оправка в сборе: 1 – корпус оправки, 2 – прижимное кольцо, 3 – кулачок, 4 – нижний образец, 5 – сепаратор, 6 – изнашивающий шарик.

Оправка в сборе помещается в масляную чашу машины КТ-2, куда заливают исследуемое масло, затем приводят торцы образцов 4 в соприкосновение с закреплённым в шпинделе машины изнашивающим шариком 6, нагружают узел трения заданной осевой нагрузкой и включают двигатель машины, приводящий её шпиндель во вращение. В соответствии с ГОСТ 23.221-84, частота вращения шпинделя 1 мин^{-1} , осевая нагрузка на узел трения составляет 108 Н, продолжительность испытания – 60 мин. Такие условия испытания (высокие начальные удельные нагрузки $\sim 1,7 \text{ ГПа}$; относительно невысокая вязкость базового масла; низкая скорость относительного перемещения $\sim 0,37 \text{ мм/с}$) обеспечивают реализацию граничного режима смазки. В процессе испытаний регистрировали значения коэффициента трения; после окончания каждого испытания измеряли диаметры пятен износа на нижних образцах.

В качестве образцов роликов 4 и изнашивающего шарика 6 использовали стандартные детали подшипников качения: шарик диаметром 12,7 мм и ролики диаметром 5 мм и длиной 8 мм. Они изготовлены из стали ШХ-15. Как и другие детали подшипников качения, их материал отличается значительной однородностью состава и структуры. Покрытия Cr-DLC и Mo-DLC толщиной 3 мкм

были нанесены на предварительно отполированные ($Ra = 0,06$) торцы роликов. При нанесении использовали метод реактивного магнетронного распыления и металлические мишени, изготовленные из хрома и молибдена, соответственно. В качестве реактивного газа использовали технический ацетилен, в качестве рабочего газа – очищенный аргон; напылительная установка и технология нанесения покрытий были описаны нами ранее [11].

3. Результаты эксперимента и их обсуждение

Трибологический эксперимент включал оценку влияния состава покрытий Cr-DLC и Mo-DLC при трении по стали на антифрикционные и противоизносные характеристики используемых в работе модельных смазочных сред, а также оценку антифрикционных и противоизносных свойств этих же сочетаний материалов трущихся тел, но без смазочных сред. Результаты трибологического эксперимента представлены на рисунках 2 и 3 в виде зависимостей коэффициента трения от продолжительности испытаний исследуемых смазочных сред при трении шаров из стали ШХ-15 по торцам роликов из стали ШХ-15 с покрытием Cr-DLC и Mo-DLC.

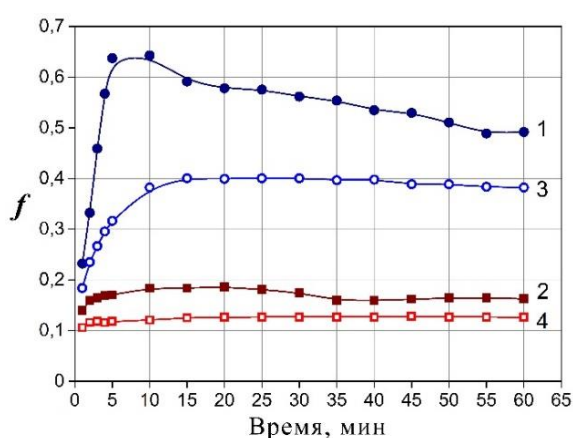


Рисунок 2. Зависимости коэффициентов трения от продолжительности испытаний при трении стали по покрытию Cr-DLC: всухую (1) и со смазкой маслом ПАО-4 (2) а также по покрытию Mo-DLC всухую (3) и со смазкой маслом ПАО-4 (4).

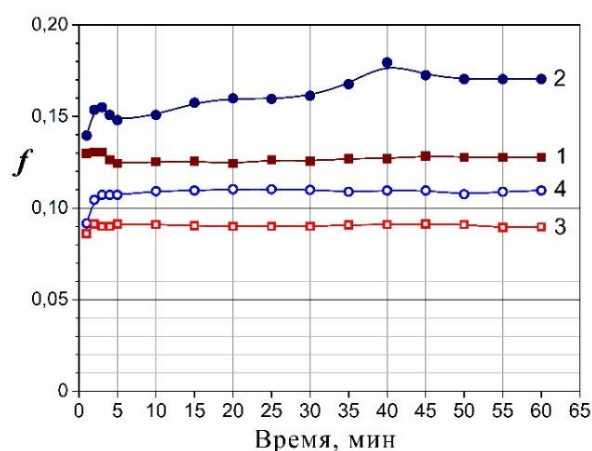


Рисунок 3. Зависимость коэффициентов трения от продолжительности испытаний при трении стали по Cr-DLC, смазке ПАО-4 + 1% ОК (1) и ПАО-4 + 2%ДФ-11(2) и при трении стали по Mo-DLC: при смазке ПАО-4+ 1% ОК (3) и маслом ПАО-4+2% ДФ- 11 (4).

На рисунке 4 приведена гистограмма средних значений диаметров пятен износа, замеренных на нижних образцах машины КТ-2 (4, рисунок 1) после завершения трибологических испытаний при сочетаниях легирующих элементов и составах смазочной среды, приведённых на рисунке 2 и 3.

Анализ результатов приведённых экспериментов показывает, что легирующий DLC-покрытие элемент и состав смазочной среды оказывает значительное влияние, как на антифрикционное, так и на противоизносное поведение исследуемого трибосопряжения. На рисунке 2 (кривые 1 и 3) и на левом участке гистограммы на рисунке 4, то есть на участках, где отсутствует смазочный материал, фрикционно-износные характеристики определяются влиянием легирующего элемента.

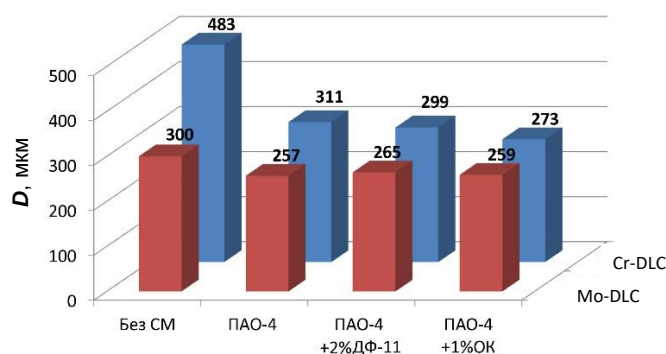


Рисунок 4. Гистограмма значений диаметров пятен износа на торцах роликов для сочетаний материалов пар трения и смазочных композиций, приведённых на рисунках 2 и 3.

Видно, что при “сухом” трении легирование АПП молибденом оказывает существенно больший антифрикционный эффект, чем легирование хромом (коэффициент “сухого” трения покрытия Cr-DLC составляет $f \sim 0,5$, тогда как легирование молибденом снижает f до 0,38). Диаметр соответствующего пятна износа при легировании хромом составляет 483 мкм, и 300 мкм – в случае молибдена. Наличие смазочных материалов резко снижает как трение, так и износ. Различие между коэффициентами трения (рисунки 2, 3) и диаметрами пятен износа (рисунок 4) смазанных пар трения применительно к легированию хромом и молибденом существенно уменьшается, хотя коэффициенты трения стали по покрытиям Mo-DLC и диаметры пятен износа на них оказались несколько ниже, чем у покрытий, легированных хромом.

4. Выводы

Анализ совокупности полученных авторами экспериментальных данных позволил установить, что на антифрикционные и противоизносные свойства смазочных сред при трении стали по легированным алмазоподобным углеродным покрытиям, значительное влияние оказывает присутствие хрома и молибдена в них. Применение покрытий Mo-DLC, которые обеспечивает более низкие коэффициенты трения и диаметры пятен износа, чем покрытия Cr-DLC, наиболее эффективно в сочетании с поверхностно-активными и химически активными смазочными материалами. Для уточнения границ эффективности антифрикционного действия легированных хромом и молибденом алмазоподобных покрытий необходимо продолжение их лабораторных и стендовых испытаний в широком интервале нагрузок, скоростей и температур.

Благодарность

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 19-08-01011).

Список литературы

- [1] Доценко А. И., Буяновский И.А. 2020 *Триботехника* (М.: ИНФРА-М)
- [2] Erdemir A., Donnet C. 2006 *J. Phys. D.* **39** R311-27
- [3] Семёнов А. П., Хрущов М.М. 2009 *Трение и износ.* **31** 195-217
- [4] Tyagi Ankit, Walia R.S., Murtaza Qasim et al. 2019 *Int. J. Refr. Metals Hard Mat.* **78** 107-22
- [5] Zahid R., Masjuki H. H., Varman M. et al. 2015 *Tribol. Lett.* **58**: 32
- [6] Kalin M., Velkavrh I., Vižintin J., Ožbolt L. 2008 *Meccanica.* **43** 623-37
- [7] Podgornik B., Hren D., Vizintin J. et al. 2006 *Wear.* **261** 33-40
- [8] Буяновский И.А., Большаков А.Н., Левченко В.А. 2018 *Трение и износ.* **39** 471-76
- [9] Renondeau H, Taylor R I, Smith G C, Torrance A A 2008 *J. Eng. Tribol.* **222** 231-40
- [10] Буяновский И.А., Самусенко В.Д., Щербаков Ю.И и др. 2019 *Зав. лаб.: Диагн. мат.* **85** №12 65-8
- [11] Хрущов М.М., Атаманов М.В., Марченко Е.А. и др. 2014 *Изв. РАН. Сер. физич.* **78** 1257-65

Моделирование разряда магнетрона постоянного тока

А Е Шабалин и В И Шаповалов

СПбГЭТУ «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина), 197376, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. В данной работе выполнено двумерное моделирование тлеющего разряда магнетрона, работающего на постоянном токе в среде аргона. Для моделирования использованы модули “Плазма” (Plasma Module) и “Магнитные поля/без токов” (Magnetic Fields/ No Currents) программного пакета COMSOL Multiphysics. Все модели построены в рамках стационарной задачи. Полученные результаты соответствуют физическим представлениям о тлеющем разряде сбалансированного магнетрона.

Магнетронное распыление на постоянном токе широко используется для нанесения плёнок моно- и композитных материалов [1]–[3]. Для более глубокого изучения процессов осаждения пленок применяют моделирование газового разряда, основной особенностью которого является движение носителей заряда в скрещенных электрическом и магнитном полях.

В общем случае перенос электронов описывается уравнением неразрывности в фазовом пространстве $(\mathbf{r}, \mathbf{u})$, которое для нестационарного случая принимает вид:

$$\frac{\partial n_e}{\partial t} + \nabla \cdot \vec{\Gamma}_e = R_e - (\vec{u} \cdot \nabla) n_e, \quad (1)$$

В электрическом поле при неоднородной плотности заряженных частиц плотность потока складывается из дрейфовой и диффузионной составляющих [4]:

$$\vec{\Gamma}_e = -\mu_e n_e \vec{E} - \vec{\nabla} (D_e n_e), \quad (2)$$

где μ_e – подвижность дрейфующих электронов, которая может быть как в виде скаляра, так и в виде тензора, $\text{м}^2/\text{В} \cdot \text{с}$; $\vec{E}$ – вектор напряжённости электрического поля, $\text{В}/\text{м}$; D_e – коэффициент диффузии электронов, $\text{м}^2/\text{с}$.

Граничным условием является обмен электронами у стенок магнетрона. Это происходит следующим образом:

- Потеря электронов из-за чистого потока электронов от объёма плазмы к стенке.
- Потеря электронов вследствие случайного характера их движения в пределах длины свободного пробега.
- Приток электронов за счёт вторичной эмиссии, когда положительный ион с некоторой вероятностью выбивает электрон из стенки.
- Приток электронов за счёт термоэлектронной эмиссии.

В результате получаем уравнение для нормальной составляющей потока электронов на стенки:

$$\vec{n} \cdot \vec{\Gamma}_e = \frac{1-r_e}{1+r_e} \left(\frac{1}{2} v_{e,th} n_e \right) - \left[\sum \gamma_i (\Gamma_i \cdot \vec{n}) + \Gamma_t \cdot \vec{n} \right], \quad (3)$$

где r_e – коэффициент отражения электронов от потенциального барьера; $v_{e,th}$ – тепловая скорость, $\text{м}/\text{с}$; γ_i – коэффициент ионно-электронной эмиссии; Γ_i – плотность потока положительно заряженных ионов на стенку, $1/\text{м}^2 \cdot \text{с}$; Γ_t – термоэмиссионный поток, $1/\text{м}^2 \cdot \text{с}$; $\vec{n}$ – внешняя нормаль.

Тепловая скорость определяется как:

$$v_{e,th} = \sqrt{\frac{8k_b T_e}{\pi m_e}}, \quad (4)$$

где k_b – постоянная Больцмана, Дж/К; m_e – масса электрона, кг; T_e – электронная температура, эВ.

Электроны и ионы движутся в электрическом поле, созданным внешним источником постоянного тока и объёмным зарядом. В стационарном случае поле описывают в виде:

$$\vec{E} = -\nabla V. \quad (5)$$

Так как в данной работе моделируется разряд магнетрона, важным аспектом модели разряда является учёт магнитного поля. Оно влияет на траекторию движения электронов, что приводит к увеличению времени пребывания электронов вблизи мишени и, следовательно, к увеличению числа актов ионизации [5]. Именно использование постоянных магнитов в магнетронах позволяет получать высокие плотности потоков вещества.

Магнитное поле постоянных магнитов задаётся так:

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}), \quad (6)$$

$$\nabla \cdot \vec{B} = 0, \quad (7)$$

где $\vec{B}$ – вектор магнитной индукции, (Тл); μ_0 – магнитная постоянная, ($4\pi \cdot 10^{-7}$ Гн/м); $\vec{H}$ – вектор напряженности магнитного поля, (Э); $\vec{M}$ – вектор намагниченности, (А/м).

Электроны вылетают с катода с энергией порядка единиц электрон-вольт и, ускоряясь в поле, приобретают энергию, достаточную для возбуждения атомов аргона. В результате возникает свечение. Данная реакция описывается как [6]:



В результате реакции (8) атом аргона из основного состояния переходит в возбужденное состояние. Энергии электронов не хватает для ионизации. В случае, когда в возбужденный атом врежется ещё один электрон, происходит реакция:



В результате реакции (9) из возбужденного атома аргона выбивается электрон, а сам атом становится ионом.

Однако на некоторых участках энергии одного электрона достаточно для ионизации. В таком случае происходит реакция:



Ионы движутся в поле медленнее электронов, так как они тяжелее, вследствие чего происходит накопление положительного объёмного заряда [7]. По мере распространения электронов по камере их энергия падает, и, соответственно, количество актов ионизации снижается.

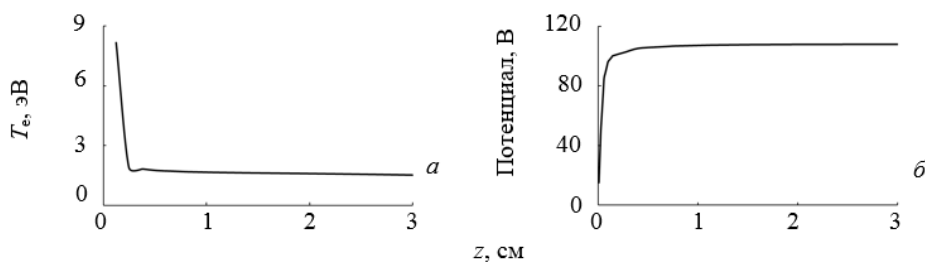


Рисунок 1. Электронная температура (а) и распределение потенциала (б) при $I = 1$ А.

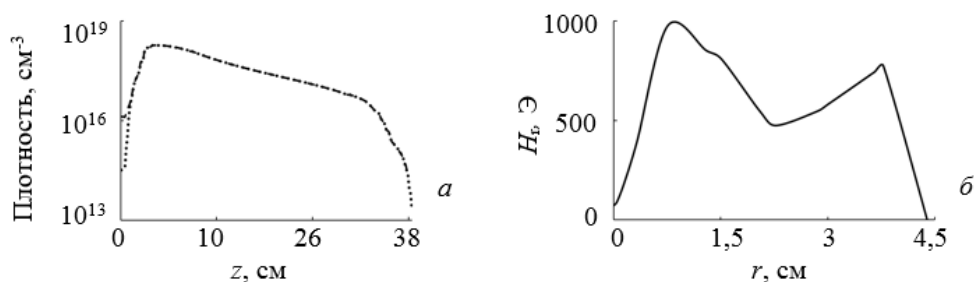


Рисунок 2. Плотность электронов (точки) и ионов (пунктир) (а) и напряжённость r -компоненты магнитного поля (б) при $p_{Ar} = 0,5$ Торр.

Задача в данной работе была решена с помощью пакета COMSOL Multiphysics. Этот программный пакет позволяет моделировать множество физических и мультифизических задач в 1D, 2D и 3D пространствах. Моделирование состоит из нескольких шагов: создания геометрической модели, задания граничных условий, построения расчётной сетки и выбора расчётного инструмента с последующим выполнением расчёта.

При рассмотрении распределения потенциала в камере (рисунок 1, б) отчетливо видно его резкое падение вблизи катода. Это особенность тлеющего разряда. Она объясняется высокой концентрацией ионов, полученных в темном катодном пространстве за счёт ускоренных полем электронов, которые образуют область положительного объемного заряда.

Падение электронной температуры (рисунок 1, а) объясняется неупругими столкновениями (возбуждение и ионизация) энергичных электронов, которые при этом теряют энергию.

Параметры смоделированного в COMSOL тлеющего разряда, представленные на рисунках 1-2, согласуются с теорией.

Список литературы

- [1] Kozin A A, Shapovalov V I, Shestakov D S et al. 2021 **J. Phys.: Confer. Ser.** **1799** 012018
- [2] Shapovalov V I, Kozin A A, Minzhulina E A et al. 2018 *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **387** 012070
- [3] Shestakov D S, Shapovalov V I, Rudakov A V et al. 2021 *J. Phys.: Confer. Ser.* **1799** 012031
- [4] Richards A D, Thompson B E and Sawin H H 1987 *Appl. Phys. Lett.* **50** 492-4
- [5] Costin C, Marques L, Popa G and Gousset G 2005 *Plasma Sources Sci. Technol.* **14** 168-76
- [6] Farouk T 2006 *Plasma Sources Sci. Technol.* **15** 676-88
- [7] Gordon K, Loffhagen G and Loffhagen D 2008 *IEEE Trans. Plasma Sci.* **36** 992-3

Расчет температурных полей при быстрой термической обработке в вакууме

С П Бычков и А С Ковалева

МГТУ им. Н.Э. Баумана (Кафедра «Электронные технологии в машиностроении»),
105005, Москва, Россия

E-mail: bychkov@bmstu.ru

Аннотация. В работе представлена расчетная модель для определения температур различных поверхностей в вакуумной камере при реализации БТО. Модель увязывает между собой геометрические, теплофизические и тепловые параметры системы поверхностей, находящихся в лучистом взаимодействии. Ключевой особенностью является учет полупрозрачных свойств стеклянной стенки рабочей камеры.

В последнее время вырос интерес к получению различных эффективных химических структур с помощью быстрой термической обработки (БТО), которая характеризуется быстрым изменением температуры, кратковременным протеканием требуемых превращений при температурах примерно от 400°C до 1200°C и высоким качеством процесса. Прежде всего речь идет о получении различных фотоэлектрических покрытий. Например, применение БТО активно исследуется для получения покрытий типа диселенида меди, индия, галлия $\text{Cu}(\text{InGa})\text{Se}_2$ (CIGS) [1] или соединений меди со структурой типа $\text{Cu}_2\text{ZnSnSe}_4$ (CZTSe) [2]. Однако внедрение БТО для производства подобных пленок затруднено из-за того, что реализация быстрого линейного изменения температуры в пленке осложняется двумя внутренними характеристиками процесса. Во-первых, температура пленки обычно не может быть измерена напрямую, и, во-вторых, процесс нагрева существенно нелинейный из-за преобладания лучистой теплопередачи при высоких температурах, особенно в вакууме [1].

Возможным вариантом решения этих проблем было бы наличие способа расчета, позволяющего достаточно точно оценивать температуру на обрабатываемой поверхности в зависимости от геометрических и теплофизических параметров значимых элементов в установке БТО. Представляется, что одним из инструментов такого расчета может быть применение моделей, построенных с использованием алгебраического способа (т.н. «метода сальдо») для расчета лучистого теплообмена в установке БТО. Данный метод показал свою состоятельность при решении целого ряда актуальных расчетных задач для процессов нагрева в вакууме [3,4].

Типовая конструкция установки для БТО схематично представлена на рисунке 1.

Как правило, она состоит из вакуумной рабочей камеры, внутри которой на подложкодержателе находится нагреваемое изделие, и нагревательного устройства, чаще всего на базе нагревателей типа ГЛН, вынесенного за пределы рабочей камеры и осуществляющего лучистый нагрев изделия через полупрозрачную стенку из кварцевого стекла. Наличие полупрозрачной поверхности (одной или нескольких) в рассматриваемой системе тел – это специфическая особенность, представляющая наибольшую трудность для составления расчетной модели.

Рассмотрим подход к решению подобной задачи на примере базовой расчетной схемы (рисунок 2), которая включает в себя вакуумную рабочую камеру 3 с размещенными в ней нагреваемым объектом-подложкой 2 и подложкодержателем 5, и вынесенный за пределы рабочей камеры нагревательный модуль, состоящий из N одинаковых нагревателей 1 и рефлектора 6. Нагрев подложки происходит через кварцевое стекло 4. Рефлектор и камера – водоохлаждаемые поверхности.

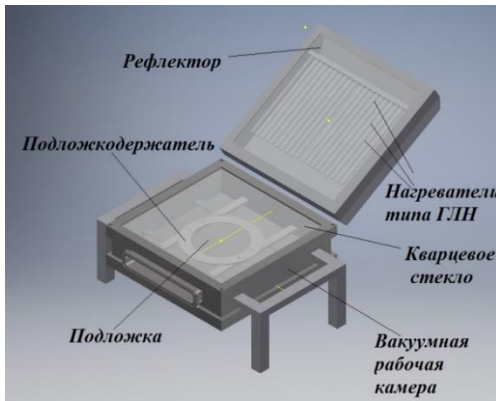


Рисунок 1. Схема установки БТО.

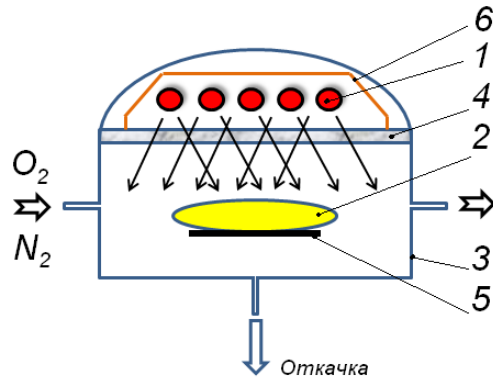


Рисунок 2. Расчетная схема: 1 – нагреватель, 2 – подложка, 3 – рабочая камера, 4 – кварцевое стекло, 5 – оснастка (подложкодержатель), 6 – рефлектор.

Заготовка системы уравнений для 6-ти поверхностей в общем виде:

$$\begin{aligned}
 Q_{рез1} \cdot N &= ((\varphi_{21}Q_{эфф2} + \varphi_{31}Q_{эфф3}) \cdot d_4 + \varphi_{41}Q_{эфф4} \cdot (1-d_4) + \varphi_{61}Q_{эфф6}) - Q_{эфф1} \cdot N, \\
 Q_{рез2} &= ((\varphi_{12}Q_{эфф1} \cdot N + \varphi_{62}Q_{эфф6}) \cdot d_4 + \varphi_{32}Q_{эфф3} + \varphi_{42}Q_{эфф4} \cdot (1-d_4) + \varphi_{52}Q_{эфф5}) - Q_{эфф2}, \\
 Q_{рез3} &= ((\varphi_{13}Q_{эфф1} \cdot N + \varphi_{63}Q_{эфф6}) \cdot d_4 + \varphi_{23}Q_{эфф2} + \varphi_{43}Q_{эфф4} \cdot (1-d_4) + \varphi_{53}Q_{эфф5}) - (1-\varphi_{33})Q_{эфф3}, \\
 (1-d_4)Q_{рез4} &= (1-d_4)(\varphi_{14}Q_{эфф1} \cdot N + \varphi_{24}Q_{эфф2} + \varphi_{34}Q_{эфф3} + \varphi_{64}Q_{эфф6}) - Q_{эфф4}, \\
 Q_{рез5} &= (\varphi_{25}Q_{эфф2} + \varphi_{35}Q_{эфф3}) - Q_{эфф5}, \\
 Q_{рез6} &= ((\varphi_{26}Q_{эфф2} + \varphi_{36}Q_{эфф3}) \cdot d_4 + \varphi_{16}Q_{эфф1} \cdot N + \varphi_{46}Q_{эфф4} \cdot (1-d_4)) - (1-\varphi_{66})Q_{эфф6},
 \end{aligned}
 \tag{1}$$

где d_i – коэффициент пропускания для полупрозрачной поверхности; N – число одинаковых нагревателей в составе нагревательного модуля; φ_{ij} – угловой коэффициент излучения i -ой поверхности на j -ую; для эффективных потоков $Q_{эфф,i}$, потоков собственного излучения $Q_{0,i}$ и результирующих потоков $Q_{рез,i}$ имеет место соотношение [3]:

$$Q_{эфф-i} = Q_{0-i} + R_i Q_{рез-i} = E_{0-i} F_i + R_i Q_{рез-i}, \tag{2}$$

где $E_{0,i}$ – интегральная поверхностная плотность потока излучения абсолютно черного тела при температуре i -ой поверхности; F_i – площадь i -ой поверхности; R_i – относительная рефлексивность i -ой поверхности:

$$R_i = \frac{1 - \varepsilon_i}{\varepsilon_i},$$

где ε_i – коэффициент излучения i -ой поверхности.

Для всей системы имеет место соотношение:

$$NQ_{рез1} + Q_{рез21} + Q_{рез22} + Q_{рез3} + Q_{рез4} + Q_{рез5} = 0. \tag{3}$$

Сформулируем одну из возможных наиболее типичных задач.

Известна мощность каждого нагревателя $p_h = -Q_{рез1}$ и число нагревателей N , форма и размеры всех поверхностей в рассматриваемой системе тел, температуры водоохлаждаемых поверхностей рабочей камеры T_3 и рефлектора T_6 . Для установившегося режима при этом равны нулю результирующие потоки относительно поверхностей изделия $Q_{рез2}$, оснастки $Q_{рез5}$ и кварцевого стекла $Q_{рез4}$. Неизвестны температуры нагревателей T_1 , изделия T_2 , кварцевого стекла T_4 , оснастки T_5 ,

результатирующие потоки через поверхности водоохлаждаемых стенок камеры $Q_{рез3}$ и рефлектора $Q_{рез6}$. Переформатируем систему уравнений для решения:

$$\begin{aligned}
 & N \cdot E_{01} F_1 - \varphi_{21} d_4 \cdot E_{02} F_2 - \varphi_{31} d_4 R_3 \cdot Q_{рез3} - \varphi_{41} (1 - d_4) \varepsilon_{np4} \cdot E_{04} F_4 + 0 \cdot E_{05} F_5 - \varphi_{61} R_6 \cdot Q_{рез6} = \\
 & = N(1 + R_1) p_h + \varphi_{31} d_4 E_{03} F_3 + \varphi_{61} E_{06} F_6 - N \varphi_{12} d_4 E_{01} F_1 + 1 \cdot E_{02} F_2 - \\
 & - \varphi_{32} R_3 \cdot Q_{рез3} - \varphi_{42} (1 - d_4) \varepsilon_{np4} \cdot E_{04} F_4 - \varphi_{52} E_{05} F_5 - \varphi_{62} d_4 R_6 \cdot Q_{рез6} = \\
 & = -N \varphi_{12} d_4 R_1 p_h + \varphi_{32} E_{03} F_3 + \varphi_{62} d_4 E_{06} F_6 - N \varphi_{13} d_4 E_{01} F_1 - \varphi_{23} E_{02} F_2 + \\
 & + (1 + (1 - \varphi_{33}) R_3) \cdot Q_{рез3} - \varphi_{43} (1 - d_4) \varepsilon_{np4} \cdot E_{04} F_4 - \varphi_{53} E_{05} F_5 - \varphi_{63} d_4 R_6 \cdot Q_{рез6} = \\
 & = -N \varphi_{13} d_4 R_1 p_h - (1 - \varphi_{33}) E_{03} F_3 + \varphi_{63} d_4 E_{06} F_6 - N \varphi_{14} E_{01} F_1 - \varphi_{24} E_{02} F_2 - \varphi_{34} R_3 \cdot Q_{рез3} + \\
 & + \varepsilon_{np4} E_{04} F_4 + 0 \cdot E_{05} F_5 - \varphi_{64} R_6 \cdot Q_{рез6} = -N \varphi_{14} R_1 p_h + \varphi_{34} E_{03} F_3 + \varphi_{64} E_{06} F_6 \quad (4) \\
 & 0 \cdot E_{01} F_1 - \varphi_{25} E_{02} F_2 - \varphi_{35} R_3 \cdot Q_{рез3} + 0 \cdot E_{04} F_4 + 1 \cdot E_{05} F_5 + 0 \cdot Q_{рез6} = \varphi_{35} E_{03} F_3 \\
 & - N \varphi_{16} \cdot E_{01} F_1 - \varphi_{26} d_4 E_{02} F_2 - \varphi_{36} d_4 R_3 \cdot Q_{рез3} - \varphi_{46} (1 - d_4) \varepsilon_{np4} \cdot E_{04} F_4 + 0 \cdot E_{05} F_5 + (1 + (1 - \varphi_{66}) R_6) Q_{рез6} = \\
 & = -N \varphi_{16} R_1 p_h + \varphi_{36} d_4 E_{03} F_3 - (1 - \varphi_{66}) E_{06} F_6.
 \end{aligned}$$

Важнейшим этапом для решения задачи является определение и расчет существенно значимых угловых коэффициентов. При этом, как правило, для системы, состоящей из большого количества поверхностей, определение нескольких коэффициентов излучения невозможно в рамках алгебраического способа. Для их определения использовались имеющиеся в доступе [5] готовые интегральные решения для взаимодействия поверхностей конечных размеров. Расчетные схемы представлены на рисунках 3 и 4.

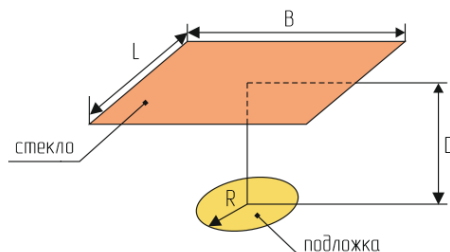


Рисунок 3. Схема для определения углового коэффициента излучения при лучистом взаимодействии поверхности подложки и поверхности стекла.

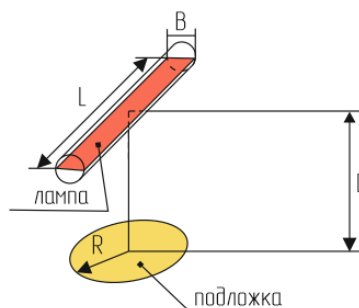


Рисунок 4. Схема для определения углового коэффициента излучения при лучистом взаимодействии поверхности подложки и нагревателя.

После решения этой задачи определяются все остальные угловые коэффициенты и решается сформированная для потоков излучения расчетная система линейных алгебраических уравнений. Представленная модель позволяет анализировать влияние геометрических и теплофизических параметров системы на температуры поверхностей при их лучистом взаимодействии и определять распределение результирующих потоков по этим поверхностям.

Расчеты были проведены для следующей модели: размеры объема рабочей камеры 340x340x80 мм, кварцевое стекло 340x340x20 мм, подложка диаметром 200 мм и толщиной 1 мм, подложкодержатель диаметром 200 мм, 11 нагревателей типа ГЛН длиной 234 мм, поверхность рефлектора, охватывающего нагреватели, находится на расстоянии 55 мм от поверхности стекла.

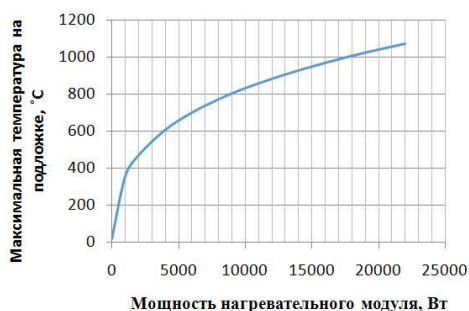


Рисунок 5. Зависимость температуры на подложке от суммарной выделяемой мощности нагревательного модуля.

На рисунке 5 представлена зависимость расчетного значения максимальной температуры на подложке при различной мощности нагревательного модуля при определенных исходных фиксированных параметрах рассматриваемой системы тел. Обращает на себя внимание плавное снижение максимальной температуры на подложке при значительном снижении мощности на нагревательном модуле от максимального значения. Это облегчает поддержание температуры на заданном уровне, так как даже значительное падение или увеличение мощности не вызывает резкого изменения температуры. Последующее резкое снижение температуры при дальнейшем падении мощности позволяет резко уменьшить температуру на изделии незначительным уменьшением мощности.

На рисунке 6 представлены расчетные зависимости максимальной температуры на подложке от расстояния между нагревателями и подложкой при различных значениях суммарной выделяемой мощности нагревательного модуля при разных коэффициентах пропускания кварцевого стекла.

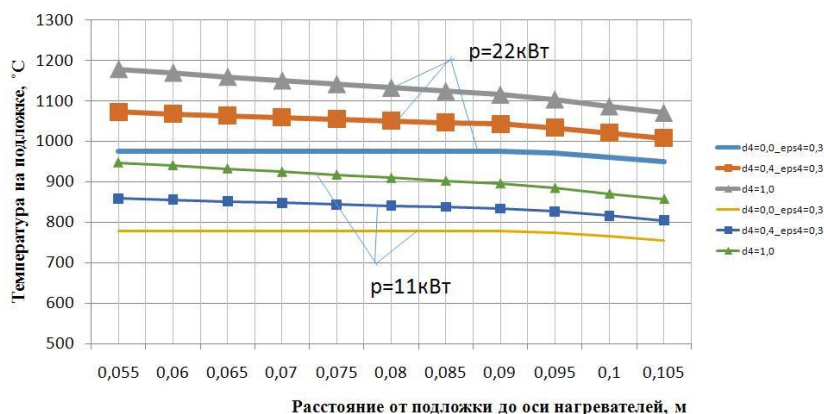


Рисунок 6. Зависимость температуры на подложке от расстояния от подложки до нагревателей при разной прозрачности кварцевого стекла.

Здесь можно отметить, что при непрозрачном стекле нет непосредственного «оптического контакта» между нагревателями и изделием, в этом случае разогревается само стекло и начинает работать как нагреватель, при этом «эффект удаления» подложки от его поверхности начинает проявляться не сразу. При увеличении прозрачности зависимость температуры от расстояния становится все более ярко выраженной, крутизна наклона кривой заметно возрастает, достигая максимального значения при полной прозрачности стекла.

На рисунке 7 изображена расчетная оценка влияния степени прозрачности кварцевого стекла на максимальную температуру подложки при разной выделяемой мощности нагревательного модуля. При этом коэффициент излучения стекла при расчете имеет одно и то же значение, равное 0,3.

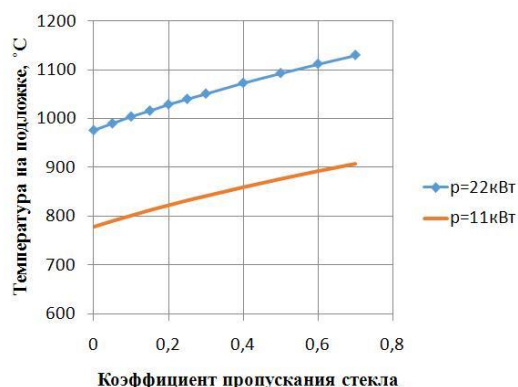


Рисунок 7. Зависимость температуры на подложке от коэффициента пропускания стекла.

Из рисунка видно, что уменьшение прозрачности стекла резко снижает максимальную температуру на подложке, и модель позволяет оценить величину этого снижения. На практике причинами такого снижения чаще всего является увеличение толщины стекла или его запыление в процессе работы технологической установки. Так как при уменьшении прозрачности стекла увеличивается его температура, то это позволяет, при невозможности непосредственного контроля температуры на подложке в рабочей камере, оценивать ее изменение по изменению температуры самого стекла.

Выводы

1. Разработанная модель позволяет проводить расчетную оценку температур и тепловых потоков в замкнутой системе поверхностей тел, характерной для типовых установок БТО, с учетом полупрозрачных свойств стенки рабочей камеры из кварцевого стекла в зависимости от геометрических и теплофизических параметров нагревателя, рефлектора, рабочей камеры, полупрозрачной стенки из кварцевого стекла, самой подложки и подложкодержателя.

2. Модель позволяет количественно оценивать влияние изменения отдельных параметров или их совокупности на изменение температур и результирующих тепловых потоков для каждой из выделенных поверхностей.

3. Полученные результаты свидетельствуют о возможности использования данной модели при проектировании вакуумно-термического оборудования с использованием полупрозрачных элементов (типа реакторов из кварцевого стекла, смотровых окон и т.п.) при определении взаимного расположения конструктивных элементов и расчетах требуемой мощности.

Список литературы

- [1] Robert J Lovelett, Gregory M Hanket, William N Shafarman, Robert W Birkmire and Babatunde A Ogunnaike 2016 *Journal of Process Control Volume* **46** 24-33.
- [2] Hernández-Martnez A, Placidi M, Arqués L, Giraldo S, Sánchez Y, Izquierdo-Roca V, Pistor P, Valentini M, Malerba C and Saucedo E 2018 *ACS Applied Energy Materials* **1** 1981-9.
- [3] Bychkov S P 2019 *Journal of Physics: Conference Series* 012009.
- [4] Bychkov S P and Zikiy E V 2020 *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* **26** 012018.
- [5] John R and Howell A *catalog of radiation heat transfer configuration factors* - <http://www.thermalradiation.net/indexCat.html> [12.05.2021].

Островковый тонкоплёночный конденсатор: разработка технологии изготовления

О Г Андреасян^{1,2} и С В Сидорова¹

¹ ООО «ТАКО-Лайн», 107023, Москва, Россия

² МГТУ им. Н.Э. Баумана, 105005, Москва, Россия

E-mail: ovs.andreasyan@gmail.com

Аннотация. Описана актуальность использования тонкоплёночных островковых покрытий в современных технологиях. Проведен технологический анализ конденсатора, с проводящим слоем островковых тонких плёнок (ОТП) на обкладках. Построена математическая модель зависимости размеров островковых наноструктур (ОНС) от входных параметров – расстояния источник-подложка, температура подложки и время формирования.

1. Введение

Островковые тонкие плёнки (ОТП) и наноструктуры (ОНС) – покрытия, формирование которых завершили на этапе образования островков [1]. Такие пленки привлекают особенностями, позволяющими реализовывать такие явления, как туннелирование.

Область применения ОНС стабильно увеличивается. Такие покрытия востребованы в таких отраслях, как лазерная техника, солнечная энергетика, микро- и нанoeлектроника, оптика, фотоника, медицина, также островковые тонкие пленки могут применяться в квантовых компьютерах [1-4].

2. Описание проблемы

Одним из наиболее актуальных направлений ОТП является электроника. Конденсаторы находят применение почти во всех отраслях электроники, начиная с фильтров и цепей обратной связи, заканчивая электромагнитными ускорителями масс (пушка Гаусса) и элементами памяти [5]. Доказано что, если заменить одну из обкладок плёнкой с полусферическими зёрнами, то можно увеличить эффективную площадь конденсатора более чем в 1,5-2,0 раза [6]. Результаты данного эксперимента заставили задуматься о нанесении на обкладки конденсатора ОТП. Свойство островков увеличивать площадь поверхности в купе с квантовыми особенностями прогнозируют резкое улучшение характеристик конденсатора.

Таким образом, цель проекта – разработка технологии изготовления конденсатора на основе островковых наноструктур.

3. Островковый конденсатор

Конденсатор – двухполюсник с постоянным или переменным значением ёмкости и малой проводимостью; устройство для накопления заряда и энергии электрического поля [5]. Суть разработки – модификация конструкции тонкоплёночного конденсатора, путём нанесения дополнительного проводящего островкового слоя на обкладки изделия для улучшения характеристик элемента (в частности – ёмкости конденсатора).

На рисунке 1 изображён тонкоплёночный конденсатор. Он имеет трёхслойную основу: нижняя обкладка, слой диэлектрика и верхняя обкладка. На проводящие слои предполагается наносить островки алюминия.

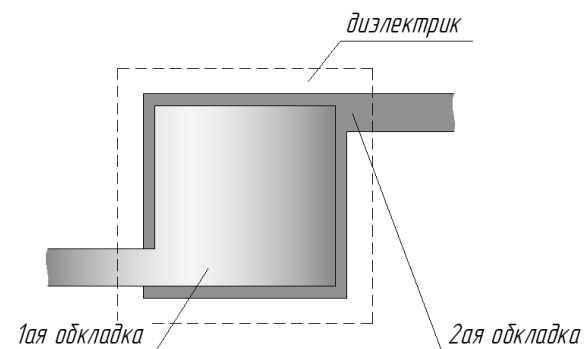


Рисунок 1. Структура тонкопленочного конденсатора.

На основе строения тонкопленочного конденсатора разработан эскиз островкового конденсатора (рисунок 2).

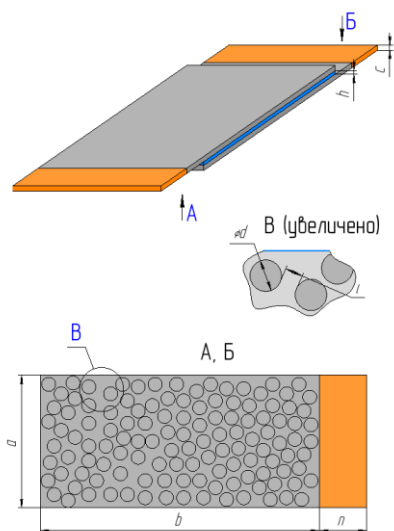


Рисунок 2. Конденсатор с обкладками с ОНС.

На рисунке 3 приведена конструкция островкового конденсатора.

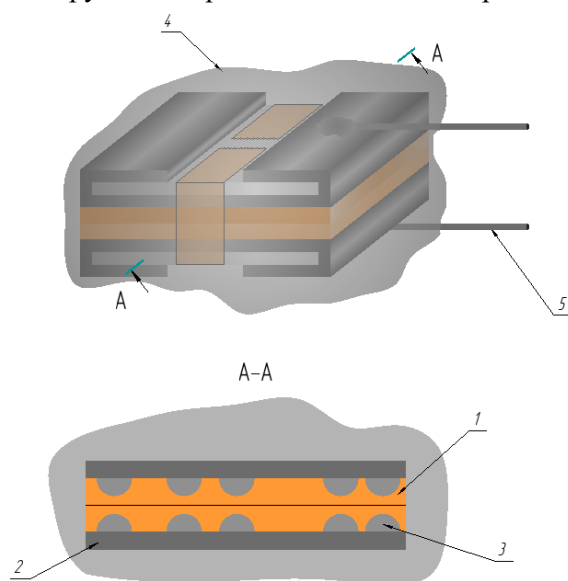


Рисунок 3. Конструкция островкового конденсатора, где 1 – диэлектрик; 2 – обкладки; 3 – островковый слой; 4 – корпус; 5 – контакты.

4. Модель роста островковых плёнок

Как было сказано выше, тонкие пленки островков являются не полностью сформированными сплошными пленками. Таким образом, чтобы получить ОТП, нужно заранее знать, в какой момент прервать процесс роста пленки. Поскольку еще не существует общей модели, с помощью которой можно было бы смоделировать процесс формирования пленки, то каждое исследование островковой тонкой пленки новой конфигурации требует большого количества предварительных экспериментов. Это сильно тормозит изучение ОНС.

Следовательно, существует задача создания такой общей модели, которая позволит исследователю предварительно смоделировать процесс нанесения островковой тонкой пленки и впоследствии предсказать свойства получаемой структуры.

Таким образом, в результате исследования была доработана математическая модель электропроводности на поверхности пленки. Теперь она состоит из математической зависимости с уточненным параметром расстояния между островками, рассчитанным на основе разработанной программы ПО MATLAB (рисунок 4).

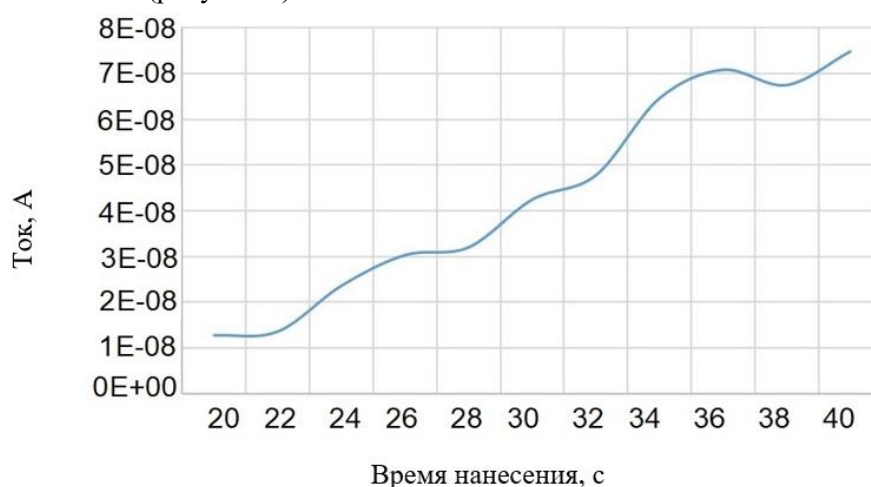


Рисунок 4. Зависимость туннельного тока на поверхности ОНС алюминия от времени нанесения.

На конструкцию ОНС-конденсатора и технологию его изготовления в 2020 г. был получен патент (рисунок 5).



Рисунок 5. Патент на островковый тонкоплёночный конденсатор.

5. Выводы

Проанализированы методы формирования островковых тонких пленок и наноструктур. Проведено моделирование процесса проводимости в островковой тонкой пленке. Получена визуализация процесса формирования ОТП с использованием ПО MATLAB.

Получен патент на конструкцию и технологию изготовления островкового тонкоплёночного конденсатора.

Список литературы

- [1] Сидорова С В 2010 Проведение экспериментальных исследований формирования островковых наноструктур в вакууме / Будущее машиностроения России. Сборник докладов с. 142 – 3
- [2] Пестовский Ю С 2011 Получение островковых плёнок золота для высокочувствительного иммуноанализа: автореф. дис. ... канд. хим. наук. Мос. гос. университет, Москва
- [3] Сидорова С В 2016 Расчет технологических режимов и выбор параметров оборудования для формирования островковых тонких пленок в вакууме [Текст]: дис. на соиск. ст. канд. техн. наук: 05.27.06: защищена 27.10.2016/Сидорова Светлана Владимировна. – Москва,. – 191 с.

- [4] Квантовая теория за 30 секунд / ред. Б Клегг, пер. О Перфильев – Россия: Гельветика, 2014 – 155 с.
- [5] Ru.Wikipedia.org [Электронный ресурс]. – Режим доступа: https://ru.wikipedia.org/wiki/Электрический_конденсатор#cite_ref-1. – Электрический конденсатор. – (Дата обращения: 8.12.2019).
- [6] Турцевич А С, Ануфриев Л П, Наливайко О Ю и Лесникова В П 2005 Пленки поликристаллического кремния с полусферическими зернами // *Доклады БГУИР*. №1 (9). URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/plenki-polikristallicheskogo-kremniya-s-polusfericheskimi-zernami> (дата обращения: 08.12.2019).
- [7] Sidorova S V, Andreasyan O G, Zhuravleva V S 2020 Modeling and Visualization Electrical Conductivity of Islet Thin Films // *Advances in Automation II: Proceedings of the International Russian Automation Conference, RusAutoConf2020, September 6-12, Sochi, Russia*. – Springer International Publishing p. 284-92

Комплекс оптической диагностики процессов на поверхности расплава в технологии лазерного нанесения металлов

Ю Н Завалов, А В Дубров и В Д Дубров

Институт проблем лазерных и информационных технологий РАН (филиал ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН), 140700, г. Шатура Московской области, Россия

E-mail: dubrov.av@mail.ru

Аннотация. Рассмотрены особенности мультиволнового комплекса оптической диагностики (МКОД) процессов на поверхности расплава при воздействии лазерного излучения. МКОД встроен по коаксиальной схеме в оптическую схему установки лазерного нанесения металла (ЛНМ) и предназначен для оперативного мониторинга геометрических характеристик и температуры ванны расплава. Показано, что в процессе конвективного теплообмена в объеме расплава снижение площади ВР сопровождается возрастанием температуры нагреваемой поверхности.

В настоящее время стабилизация физических процессов формирования изделий сложной формы в аддитивной технологии лазерного нанесения металлов (ЛНМ) с использованием методов он-лайн мониторинга представляется важной и актуальной задачей [1–3]. В [4] показано, что в условиях атмосферы оксидация поверхности не позволяет надежно измерить температуру поверхности. Неконтролируемое изменение коэффициента излучательной способности на поверхности расплава приводит к методической погрешности измерения. В [5] показана необходимость измерения изменяющейся геометрии ванны расплава (ВР) для определения эволюционного изменения формы дорожки, одного из ключевых параметров качества воспроизведения деталей в аддитивной технологии послойного синтеза. В [6] была, в частности, обнаружена корреляция динамики физических параметров ВР и геометрией формируемой дорожки. Также обращено внимание на необходимость использования нескольких спектральных диапазонов теплового излучения ВР для повышения точности измерения температуры. Такое решение было рассмотрено в [7] применительно к технологии селективного лазерного плавления, для диагностики процессов на поверхности ВР были использованы высокоскоростной одноволновый пирометр, ИК-камера и высокоскоростная ПЗС-камера с импульсной лазерной подсветкой. В данной работе рассмотрены особенности устройства и использования мультиволнового комплекса оптической диагностики (МКОД) процессов на поверхности расплава при воздействии лазерного излучения в технологии ЛНМ, в котором для оценки геометрических характеристик ВР и определения максимальной температуры используется регистрация излучения в разных диапазонах оптического спектра.

Исследовательская установка для изготовления изделий сложной формы с использованием технологии ЛНМ была ранее разработана в ИПЛИТ РАН [8]. В установке используется лазер мощностью 400 Вт и длиной волны излучения 1,07 мкм. Лазерная головка Precitek YC52 установлена неподвижно в вертикальном положении, и подложка закрепляется на 6-осевом роботизированном манипуляторе. На рисунке 1 представлен общий вид блока отвода излучения, который установлен на лазерной головке между коллиматорной и фокусной линзами. Фокусное расстояние линз лазерной головки одинаково и составляет 200 мм. Оптическая схема установки с МКОД показана на рисунке 2 (а). Плоскопараллельная оптическая пластина (ОП) 1 используется для отвода целевого излучения от области воздействия к регистрирующим системам: высокоскоростная видеокамера и сенсор пирометрического блока. ОП 2 установлена для компенсации смещения оптической оси лазерного излучения, вносимого первой пластиной. Оптический фильтр 3 не пропускает отраженное от ВР излучение лазера в систему регистрации. ОП4 пропускает тепловое излучение к пирометру спектрального отношения в двух различных диапазонах инфракрасного излучения. ОП 5 делит тепловое излучение на два ответвления. Излучение лазера проходит через центральную часть

коаксиального сопла и воздействует на поверхность расплава дорожки, формируемой на подложке. Тепловое излучение расплава проходит в обратном направлении через линзу фокусатора и частично отражаясь от первой пластины, распространяется в горизонтальном направлении, выходя из блока 2 и формируя изображение ВР на матрице видеокамеры.

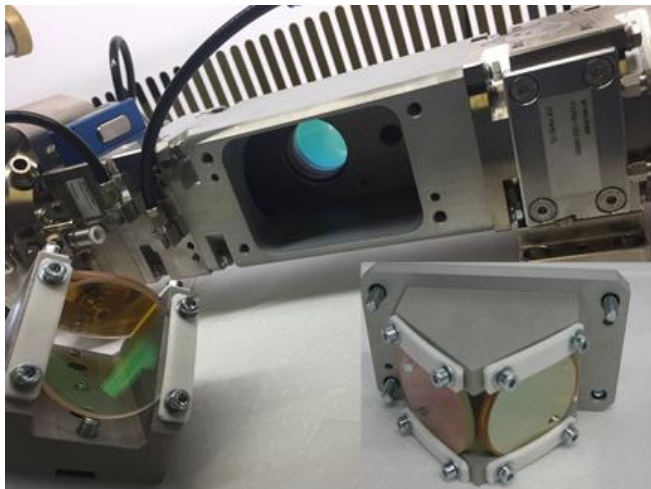


Рисунок 1. Общий вид блока отвода излучения. Справа показан дополнительный вид блока оптических пластин.

Во втором ответвлении линза пирометра фокусирует тепловое излучение на приемной части сенсора пирометра 12, схематично изображенной на рис. 2 (b). На этой схеме светлыми точками показаны торцы шести используемых оптоволокон сенсора, размещенных в два ряда с целью повысить пространственную избирательность измерения температуры.

С целью определения геометрических характеристик ВР в МКОД использована высокоскоростная камера Mikrotron 3110 вместе с телеобъективом Юпитер 21М, телескопической линзой $\times 2.2$ и макрокольцами. Общее увеличение видео-подсистемы составило $\times 1.4$. Получены изображения поверхности ВР с пространственным разрешением порядка 10 мкм, частотой кадров до 3000 Гц при размере кадра 560x 280 пикселей. Для контроля температуры на поверхности расплава в составе МКОД используется многоканальная пирометрическая система, отличающаяся от описанной ранее в [9] типом двухцветных фотосенсоров. При фокусном расстоянии линзы 120 мм увеличение изображения составило около $\times 0.65$.

Использование видео-диагностики процесса воздействия теплового излучения на поверхность ВР позволяет регистрировать горизонтальную проекцию поверхности формируемой дорожки, включая ВР. Для определения геометрических характеристик основной, конвективной, зоны ВР был разработан алгоритм анализа изображений, полученных в процессе видеодиагностики. Для исключения ошибки, связанной с яркими мелкими областями оксидов на поверхности расплава, после бинаризации выполняется операция выделения компоненты связности. В реальном времени выделяются следующие геометрические характеристики ВР: площадь и периметр области ВР; длины малой и большой осей эквивалентного эллипса. Разработанный метод обработки изображения позволяет детектировать и исключать из рассмотрения область расплава на переднем крае, с высокой интенсивностью теплового излучения, в которой высокая температура поверхности обусловлена отсутствием конвекции при малой толщине расплавленной области.

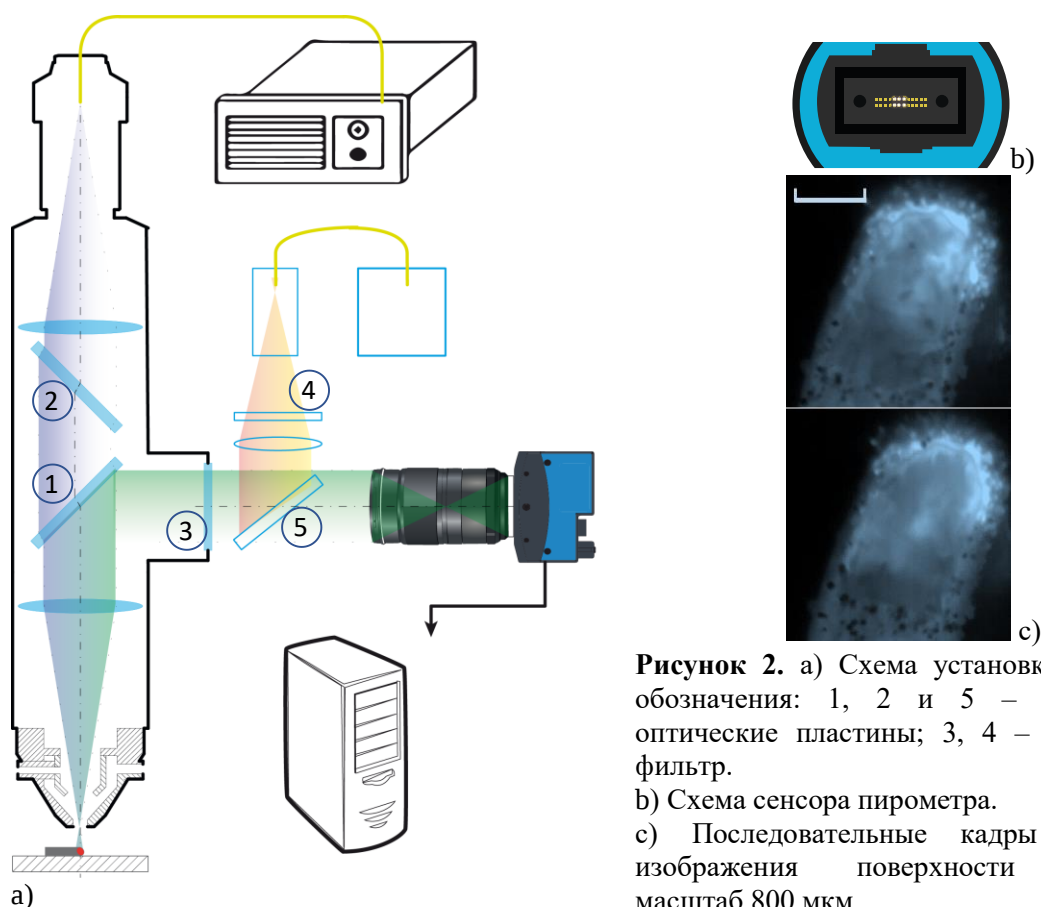


Рисунок 2. а) Схема установки с МКОД обозначения: 1, 2 и 5 – поворотные оптические пластины; 3, 4 – оптический фильтр.
 б) Схема сенсора пирометра.
 в) Последовательные кадры (n, n+1) изображения поверхности расплава; масштаб 800 мкм

К мешающим факторам видео–диагностики геометрических характеристик и температуры ВР относят люминесцентное свечение оксидов, флюсов или шлака на поверхности ванны расплава, паров металлов, а также отражение от поверхности ВР излучения лазерного излучения [3,4, 10].

Как показано в [11] в случае определения температуры по яркости изображения видеокамеры с КМОП матрицей диапазон измеряемых температуры довольно узок, что определяется динамическим диапазоном чувствительности матрицы. Экспозиция видеосъемки выбиралась с расчетом, чтобы расплав на границе с твердым материалом и соответственно со светимостью температуры плавления T_m (около 1500 К) отображался на видеокadre. В таком случае изображения локальных областей с температурой чуть выше 1900 К будут засвечены. Поэтому для измерения максимума температуры на поверхности необходима дополнительная система оптической регистрации.

С этой целью в МКОД используется многоканальный пирометр. Излучение локальных областей расплава освещают отдельные оптоволоконные каналы фотоприемников сенсора, рисунок 2 (b), которые состоят из двух InGaAs – фотодиодов разного типа, установленных на одной оптической оси и имеющих чувствительность в разных спектральных диапазонах. Спектральные окна чувствительности с учетом использованных дополнительных оптических фильтров лежат в диапазонах (1.74...2.1) мкм у фотодиода первого типа и (1.15...1.46) мкм у фотодиода второго типа. Для оцифровки фототоков набора диодов используются два универсальных модуля АЦП LTR11 в составе крейта LTR-EU-8 (L-CARD). Глубина оцифровки данных 14 бит, частота дискретизации 5 кГц.

С учетом вышеизложенного были сформулированы требования к оптической системе МКОД: приборы регистрации оптического сигнала должна быть защищены от проникновения лазерного излучения, в том числе отраженного от объекта наблюдения: суммарно в оптической системе МКОД коэффициент пропускания, включая коэффициент отражения передней грани POPP 1 и коэффициент пропускания фильтра 3, не должен превышать значения 0, 01% (optical density OD 4.0) в диапазоне длин волн оптического излучения 1000...1090 нм по сравнению с коэффициентом пропускания на длине волны 550 нм. Оптическая система МКОД должна пропускать свыше 30% света в диапазоне

длин волн (480...820) нм для сбора видеоданных, а также пропускать свыше 50% теплового излучения в области длин волн (1200...1460) нм и (1740...2000) нм с целью измерения температуры методом спектрального отношения.

Необходимые требования пропускания и отражения оптических фильтров были выполнены путем использования технологии нанесения в вакууме многослойного интерференционного покрытия [12]. Применение шести пар диодов, с разным спектром чувствительности в инфракрасной области спектра в каждой паре диодов, позволяет методом спектрального отношения значения яркостной температуры в 6 подобластях области расплава, включая локальные области оксидации поверхности расплава.

МКОД был использован для диагностики процесса поддержания в квазистационарном режиме ванны расплава при воздействии лазерного излучения, подаче газопорошковой смеси и сканирования подложки с целью формирования дорожки. МКОД испытана в диапазоне плотности мощности до 60 кВт/см² и удельной энергии на единицу поверхности до 100 Дж/мм².

Исследовались зависимости получаемых данных МКОД от скорости сканирования, мощности лазерного излучения в диапазоне V : (5...12,5) мм/с, – при различном уровне мощности P : (180...400) Вт, и массовом расходе порошка G_0 8,4 г/мин. В качестве примера полученных результатов на рисунке 3 представлены зависимости модуля величины $|T_m - T_{max}|$ и площади ВР A , определенных по итогам обработки видео и пирометрических данных МКОД, от координаты x вдоль дорожки, рассчитанной как $x = t/V$, t – временной отсчет.

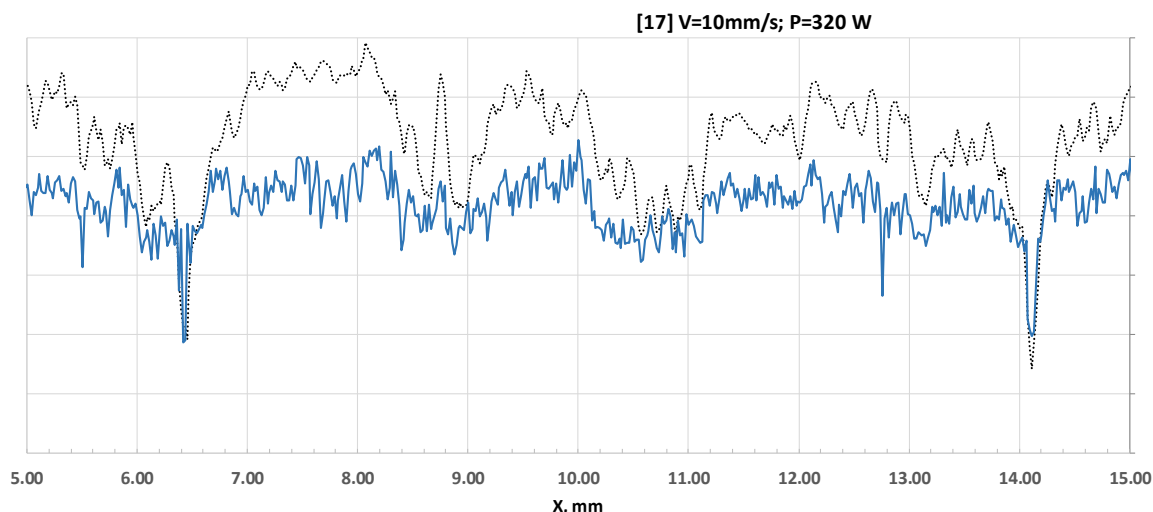


Рисунок 3. Изменение модуля величины $|T_m - T_{max}|$ (пунктир) и площади ВР, относительные единицы, вдоль формирующейся дорожки, мм.

На обозначенном промежутке длиной около 2 мм (рисунок 3) на фоне крупномасштабной пульсации наблюдается 12 «горбов» мелкого масштаба и соответственно амплитуды, так что в этом диапазоне масштабов, порядка (0,16...2) мм, наблюдается антикорреляция флуктуаций T_{max} и A : уменьшение площади A с высокой вероятностью сопровождается ростом T_{max} при неизменных технологических параметрах. Детальное исследование показывает, что изменение площади может происходить при неизменной ширине D вследствие изменения длины ВР, поэтому корреляционная связь флуктуаций T_{max} с изменением ширины дорожки не настолько достоверна. Программа реализации разработанного алгоритма обработки изображения может использоваться в реальном масштабе времени для обработки потокового видео с записью в память компьютера набора ключевых характеристик ВР, на основе динамики которых управляющая система исследовательской установки сможет принимать решение об управлении процессом. Таким образом, использование МКОД позволит повысить устойчивость системы стабилизации параметров ВР.

Представленный мультиволновый комплекс оптической диагностики предназначен для исследования процессов конвекции расплава при воздействии лазерного излучения в процессе ЛНМ.

МКОД включает систему видеодиагностики и многоканальный пирометр спектрального отношения, а также систему обработки первичных данных, и использует в оптическом тракте оптические элементы с многослойным интерференционным покрытием. МКОД позволяет решить задачу онлайн мониторинга геометрических характеристик ванны и максимальной температуры расплава в условиях мешающих факторов: появления оксидов, флюсов или шлака на поверхности ванны расплава, а также эффектов люминесценции паров металлов. Конструктивно МКОД выполнен по коаксиальной схеме и может быть использован в составе промышленно выпускаемых лазерных головок. Рассмотрены особенности устройства МКОД, а также приведены результаты его использования для определения параметров конвективных процессов в ванне расплава. Показано, что в процессе конвективного теплообмена в объеме расплава снижение площади ВР сопровождается с высокой степенью вероятности возрастанием температуры нагреваемой поверхности. Использование МКОД в системе стабилизации параметров формируемой дорожки в процессе ЛМД повысит надежность управления и расширит область устойчивой работы системы управления с обратной связью в диапазоне изменения технологических параметров.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках Государственного задания ФГБУН «Кристаллография и фотоника» РАН в части разработанной методики оптической диагностики, а также при грантовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 18-29-03249) в части проведения экспериментов и полученных экспериментальных результатов.

Список литературы

- [1] Everton S K, Hirsch M, Stravroulakis P, Leach R K and Clare A T 2016 *Materials & Design*, **95**, 431–45
- [2] Ocylok S, Alexeev E, Mann S, Weisheit A, Wissenbach K and Kelbassa I 2014 *Physics Procedia*, **56**, 228–38
- [3] Tang Z J, Liu WW, Wang Y W, Saleheen K M, Liu Z C, Peng S T, Zhang Z and Zhang H C 2020 *The Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 1–27
- [4] Doubenskaia M, Kotoban D, and Zhirnov I 2016 *Mechanics & Industry*, **17(7)**, 707.
- [5] Tang Z, Liu W, Yan Z, Wang H and Zhang H C 2019 *J Mech Eng*, **55(15)**, 39–47
- [6] Sun Z, Guo W, and Li L 2020 *Optics & Laser Technology*, **129**, 106280
- [7] Doubenskaia M, Domashenkov A and Smurov I 2017 *Surf. and Coat. Technol.*, **321**, 118–27
- [8] Zavalov Y N, Dubrov A V, Makarova E S and Dubrov V D 2019 *J.Phys.Conf.Ser.* (IOP Publishing) **1396**. 012045
- [9] Dubrov A V, Zavalov Y N and Dubrov V D 2014 *Tech. Phys. Lett.* **40(6)**, 491–94
- [10] He W, Shi W, Li J and Xie H 2019 *Optics and Lasers in Engineering*, **122**, 74–88
- [11] Zavalov Y N, Dubrov A V and Dubrov V D 2017 *Tech. Phys. Lett.* **43(7)**, 627–30
- [12] Glebov V N, Goryachuk I O, Dubrova G A, Malyutin A M and Sokolov V I 2020 *J. of Optical Technol.*, **87(2)**, 117–20

Гистерезисный эффект при реактивном распылении

В И Шаповалов

СПбГЭТУ «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина), 197376, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. В работе изучено влияние постоянных параметров системы распыления на ширину петли гистерезиса при реактивном распылении. В качестве параметров приняты коэффициенты прилипания реактивного газа к поверхности, быстрота откачки камеры, площадь мишени и др. Изучение носило сравнительный характер и было выполнено путем численного решения систем алгебраических уравнений, описывающих хемосорбционную и физико-химическую модели реактивного распыления металлической мишени в среде одного реактивного газа. Расчеты выполнены для распыления танталовой мишени в смеси $\text{Ar}+\text{O}_2$. Изучаемые зависимости во всех случаях носили нелинейный характер.

В процессах реактивного распыления, которые применяют для осаждения пленок простых соединений типа оксидов, нитридов, оксинитридов и др. металлическую мишень распыляют в среде, обычно содержащей смесь аргона и одного или двух реактивных газов [1]–[2]. Установлено, что мишень в этих процессах может иметь два стационарных режима [3]. В реактивном режиме поверхность мишени полностью покрыта пленкой соединения, в металлическом поверхность мишени представляет собой чистый металл.

Независимыми переменными процесса служат ток разряда и расход реактивного газа. При изменении одной из них режим работы мишени может изменяться. Характерной чертой реактивного распыления является гистерезис [4]. Этот эффект обнаруживают при измерении зависимости парциального давления реактивного газа или скорости распыления от одной из указанных переменных. Он заключается в том, что значение независимой переменной, при котором происходит изменение режима работы мишени, зависит от направления ее изменения. Ширина петли гистерезиса определяется разностью этих значений.

Отмеченные особенности известны не всем специалистам, использующим реактивное распыление для осаждения пленок. Очень часто встречаются работы, в которых авторы, описывая экспериментальные условия, указывают либо суммарное давление смеси, либо отношения расходов аргона и реактивного газа, либо их сумму [5]. Для описания реактивного распыления применяют разные физические модели, которые демонстрируют эффект гистерезиса в различных газовых средах и для разных типов мишеней [3], [4], [6]–[9].

Экспериментальное исследование гистерезиса предпринимают для установления стабильного режима осаждения пленки соединения. Теоретическое изучение этого эффекта полезно для выявления влияния на него постоянных параметров системы распыления. Это особенно важно, если учесть, что при расчетах по модели используют такие параметры, как коэффициенты распыления материалов и адсорбции газов на их поверхности, быстрота откачки вакуумной камеры и др. Значения некоторых из этих величин обычно точно неизвестны, поэтому важно выяснить насколько значимо они влияют на обсуждаемый эффект.

Цель данной работы состояла в изучении влияния на гистерезис параметров, описывающих систему распыления. Вычисления выполнены для хемосорбционной [4] и физико-химической [3] моделей. В качестве параметров приняты коэффициенты распыления материалов, коэффициенты прилипания молекул реактивного газа к поверхностям, быстрота откачки вакуумной камеры и площадь мишени. Первые два из них относятся к группе, описывающей физические свойства материалов. Их значения получают экспериментально, и разные авторы чаще всего публикуют отличающиеся данные. Вторая пара характеризует систему распыления. Экспериментатор имеет возможность выбора их значений, тем самым управляя процессом.

Не углубляясь в детали, отметим лишь, что основное отличие между двумя моделями состоит в допущении о механизме формирования пленки соединения на внутренних поверхностях вакуумной камеры. В хемосорбционной модели в качестве такого механизма принята хемосорбция реактивного газа на i -ой поверхности, при которой скорость роста пленки соединения равна:

$$\left(\frac{d\theta_i}{dt}\right)_\alpha = 2\alpha F (1-\theta_i), \quad (1)$$

где α – коэффициент прилипания (sticking coefficient) молекул реактивного газа к металлу на i -ой поверхности мишени; θ_i – доля i -ой поверхности, покрытая соединением; F – плотность потока молекул реактивного газа на поверхность (flux of neutral reactive molecules onto a unit surface), определяемая уравнение Герца-Кнудсена:

$$F = \frac{p}{\sqrt{2\pi m_0 k T}}, \quad (2)$$

где p – парциальное давление газа; m – масса молекулы; T – температура; $k=1.38\times 10^{-23}$ Дж/К – постоянная Больцмана. Внутри вакуумной камеры обычно выделяют три поверхности: мишени, стенки и подложки, поэтому индекс i может принимать три значения, которые обозначают t , w и s .

В другой модели таким механизмом авторы считают химическую реакцию между металлом M и реактивным газом X_2 :



которая протекает на всех поверхностях. Скорость роста пленки соединения на i -ой поверхности в этом случае равна:

$$\left(\frac{d\theta_i}{dt}\right)_{ch} = \frac{k(T_i)}{N_{ch}} \theta_{0i}^{n/2m} (1-\theta_i), \quad (4)$$

где $k(T_i)$ – константа скорости химической реакции (функция Аррениуса); N_{ch} – поверхностная концентрация центров химической реакции; θ_{0i} – доля i -ой поверхности, покрытая адсорбированными молекулами газа, которую задает изотерма Ленгмюра. Подробное описание этих моделей можно найти в указанных ранее публикациях.

Математическое описание каждой модели составляет система линейных алгебраических уравнений. Ее численное решение дает совокупность зависимостей ряда переменных от независимых факторов (ток разряда и расход реактивного газа). Основной зависимой переменной служит парциальное давление реактивного газа. Только ее можно измерить экспериментально. Остальные физически корректные переменные экспериментально не измеримы. К ним относятся, например, поток реактивного газа на каждую внутреннюю поверхность вакуумной камеры.

Выбор материала мишени и вида реактивного газа для решения поставленной задачи ничем не ограничены. выполним на конкретном примере. В данной работе иллюстрация влияния на гистерезис параметров системы расчета была выполнена на примере процесса реактивного распыления танталовой мишени в кислородосодержащей среде ($Ag+O_2$). Этот выбор был сделан лишь потому, что адекватность физико-химической модели в первой публикации [3] была показана с использованием экспериментальных результатов об этом процессе из работы [10]. В ней были заданы: быстрота откачки камеры $S = 8.6$ л/с; площадь мишени $A_t = 100$ см²; площадь стенки $A_w = 300$ см²; коэффициент прилипания $\alpha = 1$; коэффициенты распыления оксида $S_c = 0.024$ и тантала $S_m = 0.6$; температура газа и всех поверхностей одинакова $T = 300$ К. В физико-химической модели подложка была выделена, как отдельная поверхность с площадью $A_s = 10$ см² и температурой $T_s = 600$ К. Значения других параметров приняты равными; $A_w = 290$ см²; $T_t = T_w = 300$ К. Кроме этого по экспериментальным данным были подобраны параметры, задающие константу скорости химической реакции $k(T_i)$: энергия активации $E_a = 3.09 \times 10^{-20}$ Дж (или 4.46 ккал/моль) и постоянная $k_0 = 2.4 \times 10^{33}$ м⁻²×с⁻¹. Во всех вычислениях плотность тока была принята равной 100 А/м².

Далее представим наиболее значимые результаты изучения влияния параметров системы распыления на ширину петли гистерезиса. В первую очередь обратим внимание на влияние коэффициентов распыления. На рисунке 1 показаны результаты расчетов для коэффициента распыления оксида тантала S_c . Через Q_1 , Q_2 и ΔQ на рисунке 1 (как и далее) обозначены точка перехода танталовой мишени из металлического режима в оксидный, обратный, точка обратного перехода и ширина петли гистерезиса, соответственно.

Величины Q_1 и Q_2 на рисунке 1 нелинейно возрастают при увеличении S_c . Если ширина петли ΔQ для обеих моделей изменяется несущественно, то значения Q_1 и Q_2 в диапазоне $0.02 < S_c < 0.08$ увеличивается почти в три раза.

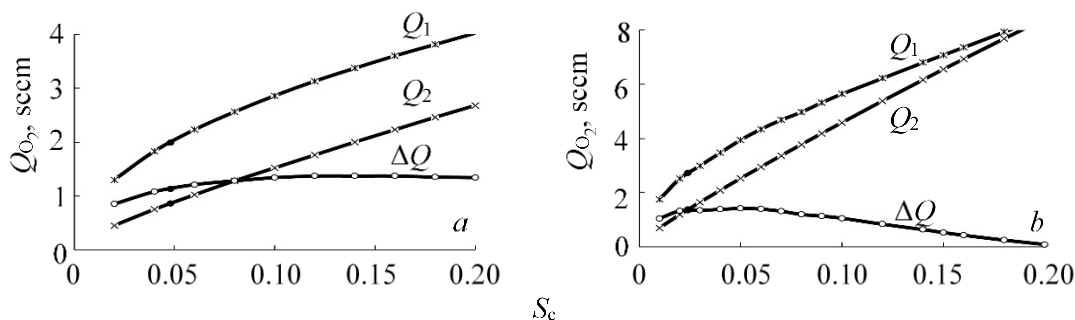


Рисунок 1. Влияние коэффициента распыления оксида тантала на гистерезис для модели: *a* – хемосорбционной; *b* – физико-химической. Точками черного цвета показаны результаты расчета при значении $S_c = 0.024$, которое в [10] принято для Ta_2O_5

Аналогичное влияние на процесс оказывает и величина коэффициента распыления тантала S_m . Отличие состоит только в том, что ширина гистерезиса при увеличении S_m возрастает.

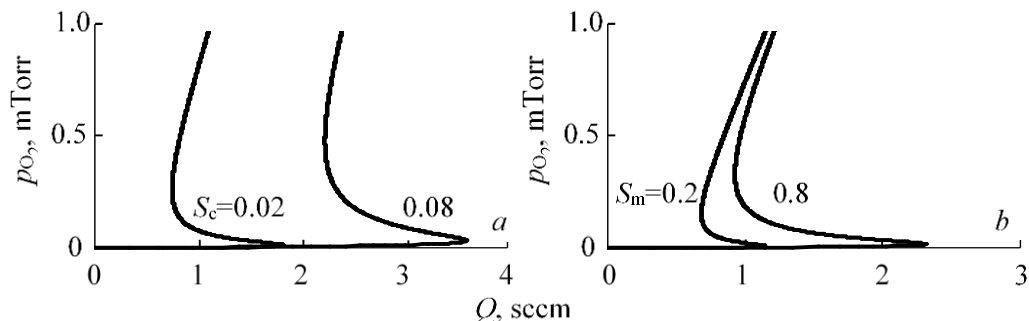


Рисунок 2. Зависимости парциального давления кислорода от его расхода для хемосорбционной модели при различных коэффициентах распыления: *a* – оксида тантала; *b* – тантала.

Последствием установленного влияния может стать значительная ошибка в предсказании с помощью модели режима осаждения пленки оксида. Эту ошибку для хемосорбционной модели иллюстрирует рисунок 2, из которого видно, что уменьшение или увеличение значения S_c или S_m приводит к смещению точки перехода мишени из металлического в оксидный режим Q_1 . Это может повлечь за собой ошибку в предсказании условий синтеза пленки. Она особенно опасна, если принято решение о синтезе пленки при значении расхода кислорода, лежащим внутри области гистерезиса.

Далее было изучено влияние на гистерезис параметров, описывающих систему распыления. Рисунок 3 иллюстрирует результаты расчетов для быстроты откачки камеры. Кроме очевидной нелинейности всех кривых на рисунке 3, обе модели показывают, что в области малых значений S положение и ширине гистерезиса изменяются незначительно.

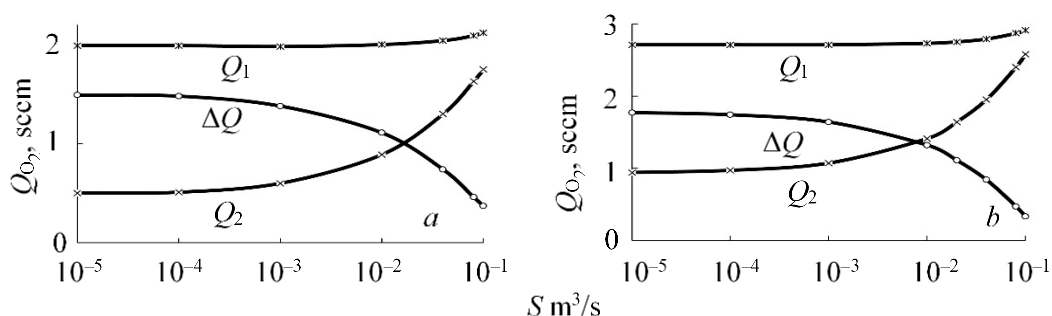


Рисунок 3. Влияние быстроты откачки камеры на гистерезис для модели: а – хемосорбционной; б – физико-химической.

Но из рисунка 3 следует также, что, увеличивая быстроту откачки, ширину гистерезиса можно уменьшить до нуля. Аналогичный вывод сделан авторами работы [11].

Далее в работе было уделено внимание и другим параметрам. Так, было установлено, что на качественном уровне обе модели показывают одинаковое влияние площади мишени на гистерезис. Увеличение площади мишени, во-первых, приводит к сдвигу обеих точек изменения режима работы мишени в область больших значений. Во-вторых, во всех случаях зависимости существенно нелинейны.

Подводя итоги, заметим, что на качественном уровне обе модели приводят к идентичным зависимостям ширины петли гистерезиса от параметров системы распыления. При этом установлено, что наибольшее влияние в обоих случаях оказывают площади мишени и стенки вакуумной камеры.

Список литературы

- [1] Guillén C, Herrero J 2021 *J. Mater. Sci. Technol.* **78** 223–8
- [2] Zhou G, Wang L, Wang X, Yu Y 2021 *Sur. Coat. Technol.* **409** 126837
- [3] Barybin A A, Shapovalov V I 2007 *J. Appl. Phys.* **101** 054905
- [4] Kubart T, Gudmundsson J T, Lundin D 2020 *High Power Impulse Magnetron Sputtering*. 223–63
- [5] Pandey A, Dhaka A, Kumari C et al. 2020 *Def. Sci. J.* **70** 505–10
- [6] Barybin A A, Zav'yalov A V, Shapovalov V I 2012 *Glass Phys. Chem.* **38** 396–401
- [7] Berg S, Särhammar E, Nyberg T 2014 *Thin Solid Films*, **565** 186–92
- [8] Shapovalov V I, Karzin V V, Bondarenko A S 2017 *Phys. Lett. A* **381** 472–5
- [9] Strijckmans K, Schelfhout R, Depla D 2018 *J. Appl. Phys.* **124** 241101
- [10] Jain P, Bhagwat V, Rymaszewski E J et al. 2003 *J. Appl. Phys.* **93** 3596–604
- [11] Särhammar E, Nyberg T, Berg S Applying “the upgraded Berg model” to predict hysteresis free reactive sputtering. 2015 *Sur. Coat. Technol.* **279** 39–43

Подписано в печать 11.06.2021. Формат 60×84 1/8.
Бумага офсетная. Печать цифровая. Печ. л. 34,25.
Тираж 150 экз. Заказ

Отпечатано с готового оригинал-макета.
Издательство СПбГЭТУ «ЛЭТИ»
197376, С.-Петербург, ул. Проф. Попова, 5