

Санкт-Петербург
1-3 июня 2004 г.

**ЕЖЕГОДНЫЙ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ СЕМИНАР**

Вакуумная техника и технология



ОРГАНИЗАТОРЫ:

Российское вакуумное общество
Университетское вакуумное общество «УНИВАК»
Санкт-Петербургский политехнический университет
Научно-технический журнал «Вакуумная техника и
технология»
ЗАО «ИНТЕК ВАКУУМ»

ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ:

Председатель:

Л. Н. Розанов (СПб ГПУ, СПб)

Члены оргкомитета:

В. В. Кузьмин (СПб ГПУ, СПб)

Г. Л. Саксаганский (НИИЭФА им. Ефремова, СПб)

Ответственный секретарь:

А. М. Кузьмин (СПб ГПУ, СПб)

ПРОГРАММА

1 июня ВТОРНИК

Конференц-зал Дома Ученых в Лесном

Председатель: Л. Н. Розанов, Секретарь: А. Л. Карпов

10⁰⁰ – Открытие семинара

10³⁰ – Л. Н. Розанов Состояние и перспективы развития откачных устройств

11⁰⁰ – В. В. Кораблев, А. Е. Кравчик Нанопористые углеродные материалы широкого применения

11³⁰ – Кофе-брейк

12⁰⁰ - П. С. Копьев Современное состояние и перспективы развития молекулярной эпитаксии

12³⁰ – С. Б. Нестеров Изучение вакуумной техники в вузах России

12⁴⁵ – М. М. Донская Страницы истории вакуумной техники в Санкт-Петербурге

13⁰⁰–14⁰⁰ – Перерыв

Секция № 1. Вакуумметрия и контроль герметичности
Председатель: В. В. Кузьмин, Секретарь: А. Л. Карпов

14⁰⁰ – И. И. Локтев Обеспечение герметичности изделий на всех этапах жизненного цикла. Анализ стандартов ASTM по контролю герметичности

14²⁰ – Б. А. Дубинин, А. А. Кочубей Масс- спектрометрический гелиевый течеискатель «Гелископ-1»

14⁴⁰ – С. Л. Розанов Течеискатели фирмы VOC Edwards

- 15⁰⁰ – В. Л. Суханов, В. А. Христенко Вакуумметрические измерители тока с большим динамическим диапазоном
- 15²⁰ – Л. Н. Лозовой, К. Н. Семенов Микропроцессорная система управления масс-спектрометрическим течеискателем
- 15⁴⁰ – И. В. Садковская, А. И. Эйхвальд Метрологические характеристики интерференционного U-образного масляного манометра для измерения низких абсолютных давлений
- 16⁰⁰ – А. Н. Баженов, А. Б. Сокорнов Разработка генераторов сверхзвуковых потоков частиц «атмосфера-вакуум»
- 16²⁰ – Обсуждение проекта стандарта РВО Вакуумная техника. Масс-спектрометрический метод контроля герметичности.

2 июня СРЕДА

Конференц-зал Дома Ученых в Лесном

Секция № 2. Элементы вакуумных систем

Председатель: Л. Н. Розанов, Секретарь: А. Л. Карпов

9⁰⁰ – О. К. Курбатов, М. С. Галлиев, Н. Ф. Леонтьев,
В. Е. Стадник Новые разработки вакуумно-газовой
аппаратуры

9²⁰ – В. Н. Баранов, Б. Д. Витченко, В. В. Голованов,
А. Н. Левчук, С. В. Лешков, В. В. Михалкович
Вакуумные шлюзовые системы в установках для
массового производства тонкопленочных покрытий

9⁴⁰ – М. П. Ларин, В. В. Быстров Некоторые особенности
современных криовакуумных систем

10⁰⁰ – Е. Г. Вилькин, А. В. Пашук Металлизация различных
материалов в вакууме для вакуумноплотных
соединений

10²⁰ – Н. А. Солодилова Автоматизация структурного синтеза
вакуумно-технологического оборудования

10⁴⁰ – Кофе-брейк

11¹⁰ – С. К. Симанчев Новый турбомолекулярный насос
Turbo-V2K-G фирмы Varian для работы в условиях
высоких газовых нагрузок

11³⁰ – С. Л. Розанов Новые разработки вакуумного
оборудования фирмы ВОО Edwards

11⁵⁰ – В. М. Папко, М. С. Назарматов, Е. В. Ткачев
Расчет проводимости элементов вакуумных систем с
использованием Pro/E

12¹⁰ – К. С. Садыков Диффузионный насос Н-0,025-3 и
агрегат на его основе

12³⁰ – И. А. Коляда, А. И. Лобач, А. М. Мазуркевич, Г. Э. Лукьянович, Г. Л. Масич Перспективный метод сварки в электровакуумном производстве

13⁰⁰-14⁰⁰ – Перерыв

14⁰⁰ – Стендовые доклады, выставка, экскурсия

1. – Ю. П. Яшин Вакуумное обеспечение физических исследований эмиссии поляризованных электронов
2. – В. Ф. Попов, С. В. Михаличенко Обезгаживание деталей массового производства
3. – Д. С. Глухих Магниторазрядный течеискатель
4. – Ю. М. Печатников, М. А. Журавский, А. Шпарбер Применение метода вероятностного моделирования к решению фундаментальных и практических задач
5. – С.А. Антохина, В.В. Гаевский, В.Е. Сказываев Адсорбционный вакуумный насос для начальной откачки высоковакуумных камер
6. – В.С. Прилуцкий, А.М. Турбин, А.П. Шелемов Использование лазерной импульсной шовной заварки генераторных ламп в металлокерамическом исполнении

3 июня ЧЕТВЕРГ

Конференц-зал Дома Ученых в Лесном

Секция № 3. Вакуумные технологии

Председатель: Г. Л. Саксаганский, Секретарь: А. Л. Карпов

9⁰⁰ – В. Г. Кузнецов Определение скорости плазменного потока с помощью одного цилиндрического зонда

9²⁰ – В. В. Лучинин, А. П. Сазонов, А. Ю. Савенко, А. М. Тагаченков, В. Я. Шкловер Комплекс аппаратуры для прецизионного сверхлокального и послойного ионно-лучевого и ионно-химического препарирования сложных гетерогенных объектов

9⁴⁰ – В. Т. Барченко, В. А. Коваленко, К. В. Павлов Применение несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления для ионного азотирования

10⁰⁰ – Г. Э. Лукьянович, А. М. Мазуркевич, В. В. Ходосевич Планарные технологические источники в вакуумных установках

10²⁰ – И. А. Коледа, А. Н. Лобач, А. М. Мазуркевич, Г. Э. Лукьянович, В. В. Полещук Применение интерференционных покрытий в автомобилестроении

10⁴⁰ – Р. А. Назипов, А. В. Пятаев, Н. А. Зюзин, А. В. Митин, А. С. Хромов Рентгеноструктурные и мессбауэровские исследования структурных переходов в аморфных сплавах при отжиге в вакууме

11⁰⁰ – Кофе-брейк

11³⁰ – В. А. Кузнецов Сухая откачка в металлургическом производстве.

11⁵⁰ – А. А. Лисенков Исследование движения катодных пятен в дуговом разряде.

12¹⁰ – В. М. Папко, А. М. Равич Установка диффузионной сварки алюмокерамических оболочек.

12³⁰ – Н. А. Абрамов, А. В. Козловский, С. Н. Морковский,
Г. Л. Саксаганский, С. Л. Федичкин, П. В. Ширнин
Опытный образец времяпролетного масс-спектрометра
для анализа топливной смеси термоядерных реакторов.

13⁰⁰-14⁰⁰ – Перерыв

14⁰⁰ – Стендовые доклады

1. – В. В. Мухин, И. В. Шемякина, С. В. Шемякин, А. А. Богаев
Технологические аспекты получения особо чистого
фторида лития из технологического карбоната лития
2. – В. Т. Барченко, А. М. Рагозин Плазменный источник
ионов металлов с катодным распылением на базе разряда
с двойным контрагированием
3. – В. Т. Барченко, О. И. Гребнев Испарение частиц
микронных размеров в плазме низкого давления
4. – В. Г. Кузнецов, В. М. Левшаков, О. Г. Соколов,
Н. А. Стешенкова Вакуумно-дуговая очистка
поверхности металлической ленты от загрязнений
5. – В. Т. Барченко, В. Г. Белецкий, С. С. Рязанцев,
А. А. Сербиенко Применение ионно-плазменных
технологий для получения декоративных покрытий
6. – И. А. Коледа, А. И. Лобач, А. М. Мазуркевич,
Г. Э. Лукьянович, Г. А. Масич Перспективный метод
сварки в электронно-вакуумном производстве.
7. – Э. Ф. Запечельнюк, Н. А. Зюзин, Р. Б. Тагиров Динамика
испарения кристалла ZnSe в вакууме под действием
импульсного излучения неодимового лазера

16⁰⁰ – Закрытие семинара.

17⁰⁰ – Заседание редколлегии журнала «Вакуумная техника и
технология»

Секция № 1

**Вакуумметрия и
контроль герметичности**

Председатель: В. В. Кузьмин, Секретарь: А. Л. Карпов

Современное состояние и перспективы развития откачных устройств

Розанов Л.Н., СПб ГПУ

Россия, 194251, СПб, Политехническая 29

Бурное развитие вакуумной техники во второй половине 20-го века, вызванное потребностями электроники, атомной энергии и космонавтики, привело к значительному совершенствованию объемных, пароструйных и молекулярных насосов. Появились новые типы ионно- и криосорбционных насосов и ловушек. Их математические модели непрерывно совершенствуются и позволяют повысить эффективность работы откачных устройств.

Развитие объемных насосов идет по пути разработки новых конструкций, обеспечивающих безмасляную откачку. Спиральные, кулачковые, многоступенчатые двухроторные и мембранные насосы находят все более широкое применение.

Продолжают совершенствоваться пароструйные насосы. Меняется понимание их принципа действия. Модели, основанные на диффузии газов, уступают место кинетическим моделям, рассматривающим передачу количества движения молекулам откачиваемого газа высокоскоростной струей рабочего пара. Будущее этих насосов связано с разработкой новых рабочих жидкостей с еще более низкой упругостью пара, уменьшением времени разогрева и охлаждения, более широким применением воздушного охлаждения. Высокая надежность этих насосов пока остается вне конкуренции среди высоковакуумных насосов.

Турбомолекулярные насосы в гибридном исполнении с молекулярными получают все более широкое распространение благодаря возможности обеспечить безмасляную откачку и малое время запуска. Их совершенствование в настоящее время идет по пути повышения выпускного давления, необходимого для совместной работы с мембранными насосами. Начинают выпускаться насосы с выхлопом на атмосферу. Основной проблемой этих насосов остается надежность

подшипниковых узлов и качественная балансировка ротора. Совершенствование магнитных и керамических подшипников вместе с методами балансировки может укрепить их положение на рынке высоковакуумных насосов с малой и средней, а может быть и большой производительностью.

Криосорбционные насосы эффективно работают во всей области давлений, применяемых в вакуумной технике, обеспечивая безмасляную откачку. Откачка на разном температурном уровне, применение новых адсорбционных материалов, совершенствование холодильных машин сделали эти насосы пригодными для широкого промышленного применения. Их наиболее существенный недостаток – ограниченная сорбционная емкость может быть устранен путем создания насосов непрерывного действия. Адсорбционные ловушки непрерывного действия, работающие после прогрева при комнатной температуре, могут успешно конкурировать с азотными ловушками.

Ионно-сорбционные насосы после многочисленных улучшений являются наиболее удобным средством получения сверхвысокого вакуума. Разработка более чистых геттерных материалов может улучшить их характеристики. Все более широкое применение получают насосы на базе нераспыляемых геттеров.

Отечественная промышленность, несмотря на общий кризис и снижение объемов производства, сохранила свой потенциал и продолжает выпускать вращательные, мембранные, пароструйные, магниторазрядные, турбомолекулярные и криосорбционные насосы. Большая часть этих насосов по своим техническим характеристикам не уступает лучшим зарубежным образцам и может занять достойное место на мировом рынке продукции вакуумной техники.

Страницы истории развития вакуумной техники и технологии в Петербурге

Донская М.М., Санкт-Петербургский политехнический университет
Россия, 194251, СПб, Политехническая 29

Обзор представляемых сведений из документальных, архивных и библиографических материалов позволяет обобщить научную и научно-организационную деятельность в областях физики и техники, предшествующих выделению в отдельную область науки физики вакуума и вакуумной техники, технологии.

К началу двадцатого века органом, объединяющим физиков России, было Русское физико-химическое общество, в котором научная работа по физике сосредотачивалась в основном в Петербурге. Помимо Отделения физики общества, на базе физической лаборатории Петербургского политехнического института действовал научный физический семинар, организованный 1916 году профессором Политехнического института А.Ф. Иоффе, который стал центром, концентрирующим самых талантливых начинающих физиков, проводником новых идей и направлений в научной работе.

Быстрое развитие теоретических основ физики требовало создания более совершенной научной и технической базы – научно-исследовательского института. В 1919 году был учрежден Государственный рентгенологический и радиологический институт. Научная деятельность физико-технического отдела института сводилась к проведению исследований в широкой области изучения рентгеновских лучей, с одной стороны и чисто технической задаче по постановке и развитию рентгеновской технической промышленности.

Среди широкого спектра научных задач ФТО за 1919-1922 годы, проводились теоретические и экспериментальные работы по изучению взаимосвязи теории рентгеновских трубок с теорией многочисленных усилительных приспособлений в электровакуумных и измерительных приборах; исследовались вопросы прохождения «термоионического» тока через «пустоту» между плоскими электродами; проводилось

измерения скорости движения молекулы в «пустоте»; предлагались новые методы исследования магнитных моментов свободно летящих газовых молекул и измерения вакуума во время откачки ионизационным током.

Одновременно велись разработки вакуум-спектрографической установки; конструкций фотометров; вакуумного насоса на основе инжекторного и конденсационного принципа.

Разрабатывались модели технических «пустотных аппаратов» (кенотронов, генераторов), которые, вместе с заводской постановкой методов откачки с длительным прогревом в вакуумных печах, доводились до массового производства.

Научными сотрудниками физико-технического отдела института были как ученые 1-го Петроградского политехнического института, среди них: В.Р. Бурсиан, М.М. Богословский, А.А. Чернышев, П.Л. Капица, Д.В. Скобельцин, А.А. Горев, так и вчерашние студенты, ассистент С.А. Векшинский, П.И. Лукирский и другие.

Первоначально экспериментальные работы велись в помещениях физической и электротехнической лабораторий Политехнического института, а изготовление индивидуальных приборов проводилось в специальной мастерской института, находящейся под руководством известного стеклодува специалиста Н.Г. Михайлова. Позже, в 1922-1923 годах, после создания Государственного физико-технического рентгеновского института лабораторный комплекс, включая механическую и стеклодувную мастерскую, перешли в ведение Технического отдела института, которым заведовал А.А. Чернышев. В его состав входила и Электровакуумная лаборатория. Лаборатории и мастерские института выпускали небольшие партии рентгеновских трубок, с разработанными сотрудниками института конструкциями катодов, антикатодов и других металлических элементов, электровакуумных приборов, водоструйных насосов.

К 1919 году под техническим надзором ГРиР находился первый государственный завод пустотных аппаратов и рентгеновских трубок, (бывший завод инженера Н.А.Федорицкого, основанный в 1913 году,

расположенный на Фонтанке, дом 165). Несмотря на небольшую площадь (пять квартир), завод имел важное общегосударственное значение, на нем было сосредоточено массовое производство радиотелеграфных усилительных ламп, рентгеновских трубок (до 1000шт. в год) насосов Ленгрюма и прочего.

Мастерские и лаборатории Физико-технического отдела являлись научно-исследовательской лабораторией завода, председателем технического совета которого являлся профессор М.М.Богословский.

Одновременно в России шло становление радиотехнической промышленности. В Петербурге, на базе Русского общества беспроволочных телеграфов и телефонов (РОБТиТ), в 1909 году, начал функционировать радиозавод. Для него было специально спроектировано и построено здание, технически оснащенное для нужд радиотехнического предприятия (ул. Лопухинская, дом 14а). Достижениям РОБТиТ способствовала работа ученых и инженеров заводской испытательной лаборатории и конструкторского бюро. Их усилиями были созданы первые в России радиолампы («катодное реле» Н.Д. Папалексу, 1914 году, ламповые усилители и гетеродины (1914-1917гг.)).

В 1918 году завод был эвакуирован в Москву.

В 1922 году завод пустотных аппаратов был закрыт, а оборудование переведено в помещение бывшего радиозавода. Предприятие находилось в ведение Треста заводов слабого тока (ТЗСТ). Завод, Так был создан электровакуумный завод, который начал действовать 1 августа 1922 года. Техническим директором был назначен М.М.Богословский, главным инженером С.А. Векшинский.

Решением правления ТЗТС наиболее совершенными по надежности и качеству в стране были признаны электровакуумные лампы, выпускаемые научно-исследовательской лабораторией М.М. Богословского. Налажен и растет выпуск приемно-усилительных ламп, генераторных ламп, рентгеновских трубок.

В 1924 году С.А. Векшинский и технический директор Ф.И. Ступак, переоснастили завод для выпуска модернизированных изделий. Позже, в

1926 году С.А. Векшинский создает научно-исследовательскую лабораторию по изучению технологии покрытия и увеличения срока службы вольфрамовых катодов, газоотделения металлов и стекла и прочее.

Новой ступенью развития вакуумной техники и технологии стало слияние Электровacuумного завода и научно-исследовательской лаборатории с заводом «Светлана».

Литература

1. М.С. Соминский Абрам Федорович Иоффе, М., Наука, 1984
2. В.П. Борисов Сергей Аркадьевич Векшинский, М., НПО «Интелвак», 2002
3. Научно-организационная деятельность академика А.И. Иоффе, Сб. документов/Арх. АН ССР; [Составитель Н.М. Митрикова и др.], М., Наука, 1980
4. Научно-исследовательский институт «Вектор» - старейшее радиотехническое предприятие России 1908-1998гг., НИИ «Ветор», СПб, 2000

Обеспечение герметичности изделий на всех этапах жизненного цикла

Локтев И.И.

ОАО «Новосибирский завод химконцентратов», loktev@nccp.ru

Введение

Сохранение герметичности сосудов, стенок, перегородок и других элементов сложных изделий и установок, работающих с вредными и токсичными жидкими и газообразными веществами, определяет возможность достижения этими объектами проектных характеристик, установленных уровней надёжности и безопасности, сроков эксплуатации, сохранности окружающей среды.

Для некоторых сооружений, сосудов, ёмкостей, танков и т.д., сохранение содержимого в герметичной изоляции является основной функцией. У других изделий, например тепловыделяющих элементов ядерного реактора, другое предназначение, однако, потеря герметичности для них также может означать потерю эксплуатационных свойств.

Обеспечение качества и герметичности промышленной продукции достигается всем циклом проектирования, изготовления, сборки, транспортировки, эксплуатации, утилизации изделий. И почти на каждой стадии могут существовать свои причины нарушения их герметичности.

Оценить, всё ли сделано для того, чтобы исключить все эти причины можно только комплексным анализом всех факторов, условий и обстоятельств, имеющих место при изготовлении продукции и обращении с ней.

Сделать это можно с помощью построения, так называемой, структурно-операционной модели изделия [1], описывающей все фазы жизненного цикла изделия на каждом его структурном уровне. При этом уделяется основное внимание основным процессам (характеристическим).

1. Структурные уровни изделия

При выделении структурных уровней изделий нужно исходить из общих соображений и особенностей их строения, например, таблица 1.

Таблица 1. Общее описание структурных уровней объекта.

Структурный уровень	Характеристика элементов уровня.
1.Ядро, атом, молекула.	Изотопный состав, химсостав, примеси, легирующие элементы, вещество строения.
2.Зерно, поры.	Зёрна металла, окислов.
3.Структурные элементы материала.	Поры, включения, покрытия.
4.Зона дефекта (герметичного).	Несплошности. Перешейки, карманы. Остаточная толщина. Посторонние вещества (продукты коррозии). Включения.
5.Зона дефекта (негерметичного)	Несплошности, сквозной канал, включения, флюиды.
6.Соединение деталей (сварной шов).	Зона термовлияния, кромки деталей, зона проплавления
7. Изделие в целом.	Составные части, их соединения, заполняющее вещество.
8. Сборка изделий, или изделие в узле с другими деталями.	Комплект изделий, детали, внешняя к изделию среда.
9. Установка (с изделиями) в целом.	Узлы машины, части объекта, окружающая среда.

2. Этапы жизненного цикла изделия

В таблице 2 дана общая последовательность этапов разработки, изготовления изделий и обращения с ними.

В каждый период жизни изделия имеются свои причины возможной разгерметизации. Поэтому имеет смысл рассматривать наряду с жизненным циклом герметичного изделия параллельно жизнь негерметичного.

Для решения отдельных из поставленных задач составляют частные модели описания состояния изделий и процессов разрушения.

Таблица 2. Этапы жизненного цикла изделия.

Этап	Задачи моделирования и анализа.	
	Для герметичных твэлов.	Для негерметичных твэлов.
1.Проектирование.	Установление допустимого потока утечки.	Возможные последствия эксплуатации негерметичных изделий.
2.Изготовление оболочечных деталей.	Исключение дефектов сплошности (трещин, преломлений и т. д.).	Выявление сквозных дефектов. Статистика дефектов по видам и причинам появления.
4.Сборка деталей (сварка).	Исключение дефектных соединений.	Выявление дефектных соединений.
5.Обработка наружной поверхности.	Исключение повреждений.	Исключение маскирования (перекрытия) сквозных дефектов.
7.Подготовка изделий к контролю герметичности (вакуумная сушка).	Исключение нежелательных воздействий на изделие (окисление, перегрев).	Удаление водяной пробки из каналов возможных дефектов.
8.Контроль герметичности изделий.	Снижение температуры контроля. Оптимизация контроля крупных и мелких течей.	Восстановление размера течи по результатам замера. Исключение пропуска изделий с крупным дефектом.
9.Сборка узла.	Исключение механических повреждений оболочки.	Исключение пропуска негерметичных твэлов на сборку.
11.Транспортировка, хранение, запуск в эксплуатацию.	Исключение механических повреждений оболочки.	Исключение использования негерметичных изделий.
12.Эксплуатация.	Исключение условий для возникновения и развития процессов разрушения оболочки. Диагностика состояния изделий. Исключение ложной диагностики герметичных изделий.	Своевременное обнаружение негерметичности. Блокировка негерметичности. Локализация негерметичных изделий. Развитие первичных дефектов, образование вторичных.
14.Послеэксплуатационное обследование.	Выявление процессов разрушения оболочки, ещё не приведших к разгерметизации. Выявление причин ложной диагностики.	Выявление негерметичных изделий. Определение причин разгерметизации (заводских, эксплуатационных).

3. Методы и способы исследования причин образования негерметичных изделий

Построение частных моделей. Строят информационные, графические, математические модели, используют физическое моделирование. Чем больше моделей объекта, тем лучше его понимание.

Статистика видов дефектов. При изготовлении каждой исходной детали для конечного изделия имеется ряд технологических причин образования дефектов. Как крайний случай, каждый вид дефектов может быть сквозным. Зная, что собой представляют эти дефекты, можно отстраивать технологические и контрольные операции для их исключения. На рис. 1. приведены типичные виды дефектов для трубы (трещина) и для прутка (пресс-утяжина) [2].

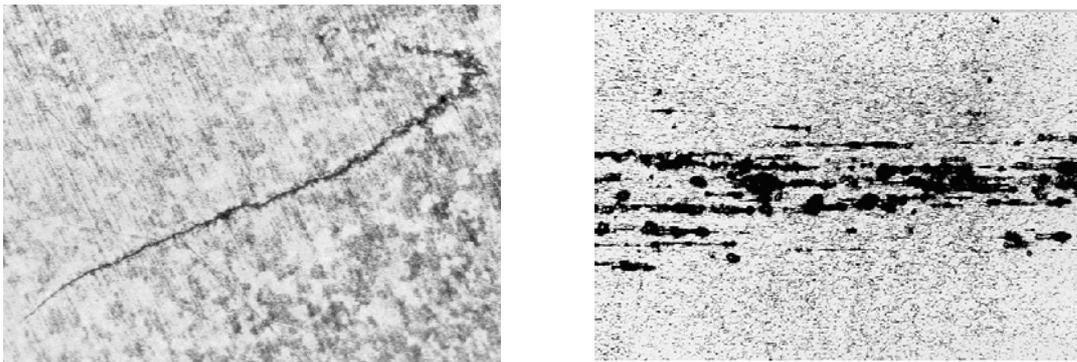


Рис. 1. Трещина в стенке трубы (слева), пресс-утяжина в прутке (справа).

Парные взаимодействия. Строят матрицу парных взаимодействий и рассматривают, могут ли все структурные элементы самого изделия и элементы системы, в которой будет работать это изделие, при взаимодействии друг с другом рождать отрицательные последствия [4].

Наряду с парными могут рассматриваться и многосторонние взаимодействия при условии, что роль каждого элемента может быть описана. Одним из элементов может быть внутренняя или внешняя среда.

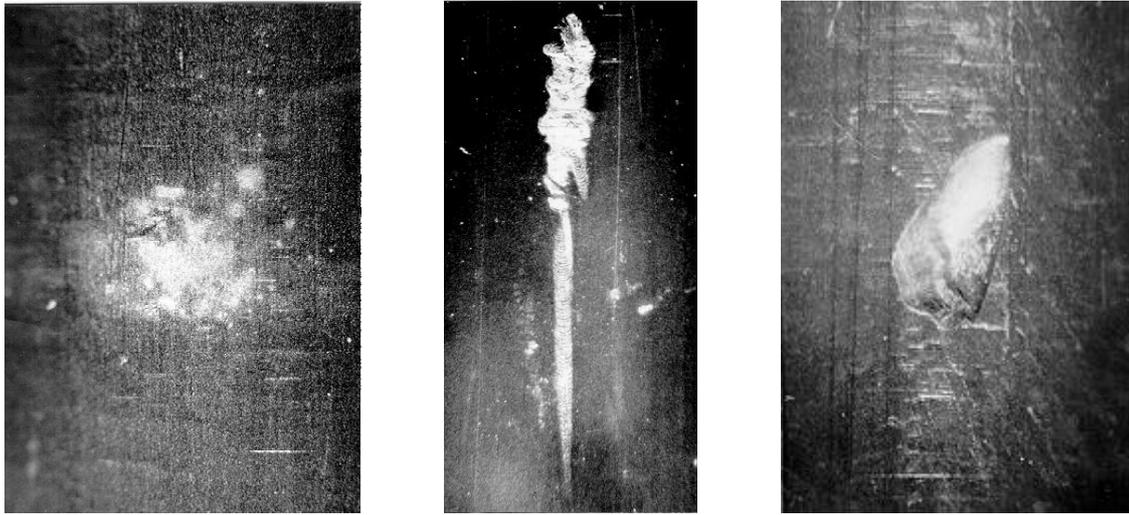


Рис 2. Белое пятно на поверхности автоклавированного твэла (слева), вызванное загрязнением оболочки. Износ оболочки из-за взаимодействия с решёткой (в середине) и дебризное разрушение (справа).

Построение сценариев. Используют для описания последовательности развития процессов [4]. Каждый этап сценария может быть частной моделью, также как и весь сценарий в целом.

Выводы

Комплексное рассмотрение поведения герметичных и негерметичных изделий позволяет поставить ряд задач, которые в более полной мере учитывают обстоятельства, свойственные каждому этапу жизненного цикла топлива и особенности конструктивного строения ТВЭЛОВ.

Использованная литература

1. И.И.Локтев Структурно-операционная модель описания технологического процесса. «Вакуумная наука и техника». Материалы X научно-технической конференции, г. Судак, сентябрь 2003г, т.1. 2003г.
2. И.И.Локтев, В.В.Рожков, А.Б.Александров, И.Е.Аброськин, И.Г.ЧапаевЮ.К., Бибилашвили. «Вопросы поведения негерметичных твэлов при изготовлении и эксплуатации топлива ВВЭР». Международная конференция «Атомная энергетика на пороге XXI века», 8-10 июня 2000г. г.Электросталь, Россия.

3. I.I.Loktev, V.V.Rozhkov, A.B.Aleksandrov, I.G.Chapaev, "Detection of Gross and Fine Leaks in Nuclear Fuel Elements". 15th World Conference on Non-Destructive Testing. Roma – 15-21 October 2000.
4. I.I., Loktev, Yu.K.Bibilashvily, "General behavior of leaky fuel rod depending on defect size". International Topical Meeting on Light Water Reactor Fuel Performance, Park City, 9-13 April 2000.

Сравнительный анализ стандартов ASTM по контролю герметичности

Локтев И.И.

ОАО «Новосибирский завод химконцентратов», loktev@ncsr.ru

Система стандартов ASTM по течеисканию описывает наиболее полный перечень методов и приёмов испытания различных изделий на герметичность, которые можно встретить в нормативных документах, посвящённых этой теме. К таким документам можно отнести государственные или национальные стандарты, стандарты вакуумных обществ и отраслевые стандарты. В докладе даётся краткая сравнительная характеристика масс-спектрометрических методов течеискания, которые встречаются в доступной нормативной литературе. Можно выделить несколько уровней стандартизации технических требований к испытаниям промышленных изделий на герметичность. К верхнему уровню следует отнести международные и государственные или национальные стандарты, к среднему – отраслевые. К самому нижнему уровню следует отнести технические требования непосредственно к изготавливаемым типам изделий.



Рис. 1. Иерархия стандартов

Чем ниже уровень стандарта, тем более жёсткие и конкретные требования предъявляются к контролируемым изделиям. Верхний уровень должен очерчивать минимально необходимые обобщённые

требования. Ряд второстепенных вопросов должен урегулироваться между поставщиком и потребителем путём взаимного согласования. Документация на нижнем уровне, как правило, относится к изготовителю или заказчику и уже несёт специфический набор требований, исходя из условий эксплуатации изделий, условий изготовления, уровня понимания технических тонкостей, политики качества, а также из экономических соображений.

Стандарты ASTM, хотя и не относятся в юридическом смысле к стандартам верхнего уровня, но по своей обобщенности, ограничительному характеру требований, соответствуют ему. Этому способствует сама процедура их разработки и утверждения международной группой экспертов, в которую входят в равном числе представители изготовителей продукции и её потребителей. Экспертом может стать специалист любой страны. Основанием для этого является компетентность и минимальные формальные процедуры.

При обсуждении проекта стандарта спорные вопросы, или второстепенные требования относят на нижний уровень, уровень контрактных требований.

Факт соответствия результатов испытаний или свойств материала требованиям соответствующего стандарта ASTM, говорит о достижении уровня минимально необходимых требований, но не о мировом уровне качества, хотя и не исключает этого. Как правило, зарубежные фирмы выпускают свою продукцию, удовлетворяющую более жёстким требованиям.

При отсутствии собственной технической политики или особых соображений по способам контроля и показателям качества выпускаемой или заказываемой продукции, принимают стандарты ASTM за контрактные требования. Тогда стандарт становится юридическим документом, обязательным к исполнению для сторон, заключивших данный контракт.

Таблица 1. Сравнительная таблица стандартов по течеисканию.

Способы Течеискания	ASTM	AVS 9.2-69	PBO	ГОСТ 28517-90	ОСТ11-0808-92	ПНАЭГ 7-019-89
<u>Вакуумное испытание</u>	Объект вакуумируется, а пробный газ подаётся снаружи. (ASTM E1316, E498-95, F134-85)		Способ натекания	Способ камеры		Вакуумная камера
<u>Испытание с опрессовкой-вакуумированием</u>	Объекты опрессовывают, помещают в вакуум, подключают детектор. (ASTM E1316, E493-94)		Способ вытекания.	Опрессовка объекта, который имеет замкнутой оболочки.		Гелиевая камера
<u>Испытание с аккумулярованием (накопление)</u>	Для малых течей, газ накапливается перед детектированием в закрытой вакуумной камере. (ASTM E1316)			Накопление в вакууме		
<u>Испытание давлением</u>	Изделие заполняют газом и определяют наличие утечки снаружи. (ASTM E1316)			Способ вакуумной камеры.		
<u>Контроль изделий, герметизированных в среде пробного газа</u>	(ASTM E493-94, E432-91)					
<u>Испытание пробником</u>	Испытание с помощью пробника, (E499-95)				Исслед. щупом	Гелиевый щуп
<u>Чехловое испытание</u>	Изделия накрываются чехлом или колпаком, в который подаётся пробный газ, изделия изнутри подсоединены к течеискателю. (ASTM E1316, E1603-9)			Способ чехла.		
<u>Распыление гелия</u>	Струйка пробного газа направляется на поверхность испытуемого изделия под вакуумом. (ASTM E1316)			Способ обдува		Обдув гелием
<u>Изоляция течи</u>	Определяется скорость возрастания давления в перекрытой вакуумной системе, (ASTM E1316).					
<u>Маскирование</u>	Перекрытие части контролируемого объекта так (ASTM E1316).					
<u>Метод присоски</u>				На изделие накладывают вакуумную присоску, соединённую с течеискат..		
<u>Накопление при атмосферном давлении.</u>				Изделие помещают в камеру. После накопления щупом берут пробу газа.		
<u>Испытание при повышенных температурах</u>		Термоциклирование от 25 до 500 °С с обдувом гелием.				Термовакуумная камера

Система стандартов ASTM по течеисканию описывает наиболее полный, хотя и не весь, перечень используемых методов и приёмов испытания различных изделий на герметичность. В таблице приведены

встречающиеся способы течеискания, нормируемые различными видами стандартов и некоторыми отраслевыми требованиями:

- американского общества по испытаниям и материалам (ASTM),
- американского вакуумного общества (AVS),
- российского вакуумного общества (РВО),
- госстандарта (ГОСТ),
- отраслевого стандарта (ОСТ).

Из таблицы видно, что ряд способов сходен друг с другом, но полной унификации нет. Это связано скорее с отсутствием единой системы классификации, чем с различием приёмов контроля. Универсальной формулировкой масс-спектрометрического контроля можно назвать следующее определение:

Создание перепада давлений на перегородке за счёт атмосферного или повышенного давления с высокой стороны и за счёт атмосферного давления или вакуума – с низкой стороны, подача пробного газа путём напуска или обдува с высокой стороны и регистрация его с помощью масс-спектрометра – с низкой стороны.

Следует отметить, что ни стандарты ASTM, ни другие стандарты верхнего уровня не нормируют испытание на герметичность при повышенной температуре. Только специальные испытания по стандарту AVO 9.2-69, в котором контроль на герметичность играет вспомогательную роль при оценке термомеханической прочности фланцевых соединений, а также отраслевой стандарт атомной энергетики ПНАЭ Г 7-019-89 требует этого, исходя скорее из традиционного подхода, чем из соображений надёжности контроля.

Одной из особенностей стандартов ASTM является то, что учитывается процесс утечки пробного газа за период времени от его напуска до испытания на герметичность.

Для вытекания гелия из замкнутого объёма с давлением P используется соотношение:

$$S_t = P(e^{\frac{L}{Vt}})L \quad (1)$$

где S_t – замеренный в момент времени t поток утечки, (Па м³/с или стандартный см³/с)

L – фактический поток утечки,

V – внутренний объём (см³),

Если же давление в замкнутом объёме было создано за счёт опрессовки, то справедливым будет уравнение:

$$S = P(1 - e^{-\frac{3600L}{V}T})(e^{-\frac{L}{V}t})L \quad (2)$$

P – давление опрессовки,

T – период времени опрессовки,

t – время ожидания (с) между опрессовкой и испытанием.

Выводы

При всех известных способах обнаружения течей масс-спектрометрическим методом используется один и тот же принцип – регистрация пробного газа за стенкой, которую он мог пройти под действием разности давлений и только при наличии сквозного канала или пористости в стенке.

Несмотря на это, существует целый ряд приёмов реализации этого принципа в зависимости от особенностей испытываемого объекта. Эти способы предлагаются и предписываются набором стандартов различного уровня. Наиболее полно это сделано в стандартах ASTM.

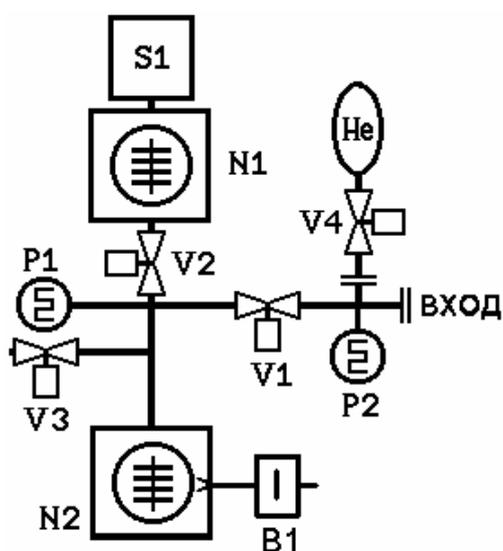
Масс-спектрометрический гелиевый течеискатель «Гелископ-1»

Б. А. Дубинин, А. А. Кочубей
(Санкт-Петербург, ФГУП НТЦ «Энергонасос ЦКБМ»,
Красногвардейская пл. 3)

Представлены базовые физические принципы, схемные решения, важнейшие технические характеристики, конструктивные и эксплуатационные особенности отечественного гелиевого течеискателя нового поколения. Прибор предназначен для испытания на герметичность различных систем и объектов, допускающих откачку внутренней полости, а также заполненных гелием или смесью, содержащих гелий, и обнаружения мест нарушения герметичности (течей).

Основу разработанного прибора составляет высокочувствительный магнитный масс-спектрометр, настроенный на регистрацию гелия. В масс-спектрометрической камере используется ионный источник Нира с двумя вольфрамовыми катодами. Разработана отклоняющая магнитная система, не требующая юстировки в процессе эксплуатации.

Приведена принципиальная вакуумная схема (рис. 1) и основные технические характеристики (Табл. 1).



N1 – турбомолекулярный насос
BB-150

N2 – пластинчато-роторный насос
НВР-4,5Д

P1, P2 – терморезистивный датчик
давления

V1, V2, V4 – электромагнитный
клапан КВУМ-16

V3 – электромагнитный клапан
напуска воздуха

B1 – фильтр улавливания паров
масла

Рисунок 1 Принципиальная вакуумная схема

Течеискатель работает в противоточном режиме, при котором рабочее давление в масс-спектрометрическом анализаторе не зависит от давления на входе в течеискатель. Данный режим работы позволяет работать с объектами, давление в которых не превышает 80 Па, без дросселирования откачки.

Вакуумная система выполнена в едином корпусе из алюминиевого сплава, что позволило существенно снизить массо-габаритные характеристики, а также уменьшить время реакции течеискателя на пробный газ. В течеискателе предусмотрен отдельный вход для подключения щупа. Регулировка проводимости щупа не требуется. Течеискатель допускает предварительную откачку малогабаритных тестируемых объектов, без выключения турбомолекулярного насоса и масс-спектрометра.

Форвакуумный насос оборудован фильтром улавливания выхлопных паров масла для соблюдения правил вакуумной гигиены и обеспечения безопасной работы оператора.

Электронная система управления разработана на современной элементной базе, что позволило полностью автоматизировать работу течеискателя и максимально упростить управление им. Используемый графический ЖКИ разрешением 240x128 позволяет индицировать текущие параметры в разных размерностях. Управление течеискателем может осуществляться как при помощи удобной 3-х кнопочной клавиатуры на лицевой панели, так и от пульта дистанционного управления (по заказу может быть совмещен со щупом).

Течеискатель может встраиваться в единую систему управления вакуумным комплексом. Для этого течеискатель оборудован разъемом для подключения к персональному компьютеру и разработана программа для управления течеискателем, устанавливаемая на персональный компьютер. Данная программа позволяет хранить значения текущих параметров течеискателя, а также протоколировать результаты испытаний.

Таблица 1 Технические характеристики

Входной фланец	NW40
Минимальный регистрируемый поток гелия	$10^{-11} \text{ м}^3 \cdot \text{Па} / \text{с}$
Минимальный регистрируемый поток гелия при работе со щупом	$10^{-10} \text{ м}^3 \cdot \text{Па} / \text{с}$
Время реакции	
<i>режим противоток</i>	<1 сек
<i>щуп 15м</i>	<5 сек
Скорость откачки на входе	1 л/с
Допустимое давление на входе	<80 Па
Потребляемая мощность	550 Вт
Питание	220 В, 50 Гц
Габаритные размеры	480 мм x 350 мм x 350 мм
Масса	35 кг

Течеискатели компании ВОО Edwards

С. Л. Розанов sergey@invac.ru

ЗАО «ИНТЕК-ВАКУУМ» <http://www.invac.ru>

Компания ВОО Edwards – крупнейший мировой поставщик вакуумного оборудования – предлагает полнофункциональный набор течеискателей при средних ценах. В отличие от других иностранных производителей ВОО Edwards продолжает выпускать течеискатели с диффузионными насосами, которые дешевле, чем обычные – турбомолекулярные. В некоторых моделях предусмотрена возможность использовать жидкий азот, что также часто рассматривается большинством производителей, как атавизм.

Ниже приведена сводная таблица гелиевых масс-спектрометрических и тепловых течеискателей производства ВОО Edwards поставляемых ЗАО «ИНТЕК-ВАКУУМ».

Сводная таблица течейскаателей VOC Edwards

Название	Тип	Позиционирование, особенности	Характеристики								
			Порог чувствительности He, м ³ *Па/с		Максимальное давление на входе, Па	Производительность форнасоса, л/с	Время запуска, мин	Размеры, длина x высота x ширина, мм	Вес, кг		
			Вакуумный метод	Метод щупа							
Spectron 600T	 <p>Гелиевый масс-спектрометрический</p>	Масс-спектрометр 2x90° - разрешение (14 на 4-ой массе) в два раза больше, чем у обычного	6*10 ⁻¹²	1*10 ⁻¹⁰	От 25 мТорр до атм. (в зависимости от режима)	0,7	<5	381x521x356	39		
Spectron 600D		Безмасляный	6*10 ⁻¹²							7,5	44
Spectron 600DS		В корпусе из нержавеющей стали (для работы в «чистых» комнатах)	6*10 ⁻¹²							7,5	44
Spectron 300E	 <p>Гелиевый масс-спектрометрический</p>	Недорогой вариант для обнаружения течей в широком диапазоне. Используются два специальных паромасляных насоса.	400... 4*10 ⁻¹¹	2*10 ⁻⁹ (на щупе 25м. время реакции 7 секунд)	1,5 атм.	0,6	<9	450x600x340	45		

Название	Тип	Позиционирование, особенности	Характеристики						
			Порог чувствительности He, м ³ *Па/с		Максимальное давление на входе, Па	Производительность форнасоса, л/с	Время запуска, мин	Размеры, длина x высота x ширина, мм	Вес, кг
			Вакуумный метод	Метод щупа					
Spectron 5000S	 <p>Гелиевый масс-спектрометрический</p>	Консольный. Проверка упаковок на течи до 5*10 ⁻¹⁰ . Диффузионный высоковакуумный насос.	90...2*10 ⁻¹² при использовании жидкого азота 2*10 ⁻¹³	Не указано. Время реакции при щупе: 12 м – 3 секунды, 25 м – 7 секунд.	1,5 атм.	5 или 9	<9	580x1000x770	190
Spectron 5000X		Для применения в сверхвысоковакуумных системах. Критические уплотнения из меди.							
Spectron 5000E-NL		Без азотной ловушки	90...1*10 ⁻¹¹						
Spectron 5000S-SF		Оптимизирован для проверки упаковок даже с большими течами.	90...1*10 ⁻¹²						
QLD	 <p>Гелиевый масс-спектрометрический</p>	Встраиваемый. Форвакуум обеспечивается тестируемой системой.	10 ⁻³ ...10 ⁻¹⁰	Нет	1000	Нет	2	Вакуумный модуль 208x300x435	Вакуумный модуль 12,5

Название	Тип	Позиционирование, особенности	Характеристики						
			Порог чувствительности He, м ³ *Па/с		Максимальное давление на входе, Па	Производительность форнасоса, л/с	Время запуска, мин	Размеры, длина x высота x ширина, мм	Вес, кг
			Вакуумный метод	Метод щупа					
<p>GASCHECK 3000</p> <p>GASCHECK 3000is</p> <p>GASCHECK 5000</p> <p>GASCHECK 5000is</p>	<p>Тепловой</p> 	<p>Обнаружение течи любого газа, у которого теплопроводность отлична от воздуха. Время восстановления – 1 секунда. Серия is для вредных и взрывоопасных газов. Серия 5000 – разные размерности, программируемый, сохранение данных.</p>	Нет	<p>R134a - 1×10^{-5} mls⁻¹ (0,4gyr⁻¹, 760 ppm)</p> <p>Helium - 2×10^{-6}</p>	Нет	Нет	<p>Короткий щуп (100 мм) - <1 секунды</p> <p>Длинный щуп (300 мм) - <9 секунд</p>	<p>Длина 385 мм</p> <p>Длина 575 мм</p>	1,6

Вакуумметрические измерители с большим динамическим диапазоном

Суханов В.Л., Христенко В.А.

ФТИ им. А.Ф. Иоффе, Россия, СПб, Политехническая 26

В аналитических приборах при исследовании характера зависимости сигнала датчика от времени, когда измеряемый сигнал изменяется в широких пределах и при этом требуется высокая точность измерений, необходимо использовать прецизионные измерители с большим динамическим диапазоном линейного преобразования сигнала в выходную величину. Такая необходимость имеется и в вакуумметрических измерениях, например при преобразовании сигнала от инверсно-магнетронного датчика вакуумметра ВМБ-11, у которого при измерениях ток датчика изменяется в пределах от 10^{-14} А до 10^{-3} А. Подобные задачи имеются и в других областях техники, таких как пирометрия, спектрофотометрия и т.д. Например, нами решена задача регистрации временного спектра сигнала газового хроматографа, изменяющегося в пределах от 10^{-15} А до 10^{-6} А с временным разрешением порядка 10^{-1} с. При этом измерение сигнала изменяющегося в динамическом диапазоне девяти порядков реализовано в одном единственном приборном диапазоне, т.е. измерение сигнала во всем диапазоне выполнено на одном единственном измерительном элементе.

В преобразователях сигнала датчиков с динамическим диапазоном сигнала большим 9-10 порядков таких, например, как упомянутые выше инверсно-магнетронные датчики вакуумметра ВМБ-11 пришлось использовать 2 поддиапазона и коммутацию двух измерительных элементов. При этом выбор переключения поддиапазонов такого преобразователя осуществляется микропроцессорным контроллером, который также производит измерения выходной величины преобразованного сигнала, проводит необходимые вычислительные операции и выводит результаты обработки сигнала на собственный дисплей и по линии связи RS-232 на персональный компьютер.

Преобразователи сигнала с резистивным измерительным элементом, широко используемые в измерительной технике, не могут решать задачи, в которых требуется одновременно иметь предельно высокую чувствительность и большой динамический диапазон линейного преобразования сигнала, так как сам резистивный элемент является источником неустраняемого теплового шума.

В представляемых в данной работе преобразователях в качестве нешумящего измерительного элемента использован конденсатор.

Для измерения и преобразования в цифровой код токов датчиков используется промежуточное преобразование токового сигнала в интервал времени с использованием схемы интегратора. Интегратор выполнен на операционном усилителе с сигнальным входом на полевом или биполярном транзисторе.

Конденсатор C , являющийся измерительным элементом схемы, периодически заряжается входным током I от нулевого уровня 0 до заданного с высокой точностью уровня опорного напряжения $-U$. По достижении выходным напряжением значения $-U$ происходит перезарядка конденсатора до начального нулевого уровня, и процесс интегрирования входного тока повторяется. Результатом преобразования входного тока является интервал времени T , который измеряется подключенным к выходу интегратора высокоточным цифровым измерительным устройством, управляемым микропроцессорным контроллером (МК). По измеренному интервалу времени T и по известному опорному напряжению U определяется величина входного тока.

Электрометрический преобразователь тока выполнен в виде гибридной микросхемы. Гибридная тонкопленочная микросхема размещена в 15 – выводном металлокерамическом корпусе размерами 22 x 19,6 x 5 (13 с учетом выводов). Микросборка устанавливается на печатной плате размером 22 x 20 мм, на которой также монтируются конденсаторы фильтров питающих напряжений.

Микропроцессорная система управления масс-спектрометрическими течеискателями

Лозовой Л.Н., Семенов К.Н.

НПО «Аналитика», Санкт-Петербург

В сообщении рассматривается микропроцессорная система управления масс-спектрометрическими течеискателями, которая построена по принципу сетевой многопроцессорной архитектуры и обеспечивает:

1. Магистрально-модульный принцип организации системы управления течеискателем.
2. Модульный принцип наращивания аппаратных средств, при модернизации течеискателя или изменении конфигурации вакуумной системы.
3. Режим автоматического управления от внешнего компьютера.
4. Программную перенастройку функций и состояния течеискателя.
5. Наличие программного обеспечения с дружественным многооконным интерфейсом (по аналогии с WINDOWS).
6. Наличие режима автоматической самодиагностики.
7. Дистанционное управление через компьютерные сети.

Система состоит из двух блоков:

- пульта управления;
- электронного блока управления вакуумной части.

Пульт управления содержит:

1. Лицевую панель с органами управления и индикации, жидкокристаллическим 4-х строчным дисплеем и мнемосхемой вакуумной части.
2. Плату центрального процессора, обеспечивающего синхронизацию работы всех компонент течеискателя, связь с внешним персональным компьютером, управление внешними средствами индикации и оповещения о наличии течи в контролируемом объекте, выводом результатов на самописец, расчетом параметров и режимов работы течеискателя.

Электронный блок управления вакуумной части содержит:

1. Блок питания с регулируемым от центрального процессора (или персонального компьютера) напряжениями, необходимыми для масс-спектрометра. Все источники напряжения независимы и гальванически развязаны, имеют защиту от перегрузок по току и коротких замыканий (при перегрузке автоматически переходят в режим источника тока с максимально допустимым током, а после прекращения перегрузки или короткого замыкания автоматически возвращаются в номинальный режим).

2. Блок вакуумной автоматики: - для управления клапанами (4-мя на базовой плате с возможностью наращивания до 16 клапанов); - манометрами различного типа (до 4 каналов); -электрометрическими усилителями (два усилителя с двумя диапазонами);- насосами различного типа (паромасляным, форвакуумным, турбомолекулярным и другими), а также тестирования состояния клапанов манометров, вентилятора и нагревателя паромасляного насоса, управления форвакуумными насосами (с автоматический фазировкой сети).

3. Силовой блок, содержащий силовую часть системы управления клапанами, усилители для нагревателя и вентилятора паромасляного насоса, устройство автоматической фазировки и коммутации форвакуумных насосов различной мощности.

4. Импульсный сетевой блок питания всех систем течеискателя. Пульт управления и электронный блок управления вакуумной части соединены по стандарту RS-485 кабелем, который содержит двухлинейную пару для скоростной передачи данных и двухлинейную пару питания пульта управления от импульсного источника расположенного в электронном блоке управления вакуумной части. Подобный тип связи позволяет при необходимости удалять пульт управления на значительное расстояние от течеискателя.

Метрологические характеристики интерференционного U-образного масляного манометра для измерений низких абсолютных давлений

Садковская И.В., Эйхвальд А.И.

ФГУП "ВНИИ метрологии им. Д.И. Менделеева"

198005, Санкт-Петербург, Московский пр., 19, E-mail: siv@vniim.ru

Во ВНИИМ им. Д.И. Менделеева разработан, изготовлен и исследован экспериментальный образец интерференционного U-образного жидкостного манометра (в дальнейшем - ИЖМ) для измерений низких абсолютных давлений, в котором в качестве рабочей жидкости используется вакуумное масло типа ВМ-1. Проанализированы и оценены основные источники погрешности измерения давления интерференционным манометром и возможные пути их уменьшения, а также поправки, которые введены в уравнение измерения ИЖМ. Составляющие погрешности, выраженные в абсолютных, относительных единицах и единицах давления, приведены в табл. 1.

Таблица 1

Источник погрешности	Погрешность (границы)		
	Неисключенная систематическая (относительная)	Случайная	Выраженная в единицах давления
Плотность рабочей жидкости, ρ	$1 \cdot 10^{-5}$		$1 \cdot 10^{-5} \text{ Р}$
Ускорение свободного падения, g	$1 \cdot 10^{-5}$		$1 \cdot 10^{-5} \text{ Р}$
Частота лазера ЛГН-302, ν	$5 \cdot 10^{-7}$		$5 \cdot 10^{-7} \text{ Р}$
Стабильность нуля, h		$1-2 \lambda$	$(5-10) \cdot 10^{-3} \text{ Па}$
Дискретность отсчета, h		$1/4 \lambda$	$1,4 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$
Капиллярный эффект, h			$4 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$

1. Длина волны лазера λ . Конструкция лазера (схема стабилизации) гарантирует долговременную стабильность и относительную погрешность длины волны $5 \cdot 10^{-7}$.

2. Ускорение свободного падения g определяется современными гравиметрами с точностью 10^{-8} . Международная формула позволяет рассчитать значение для данного конкретного места, учитывая его географическую широту и высоту над уровнем моря, с относительной погрешностью порядка 10^{-5} .

3. Плотность рабочей жидкости ρ . Плотность вакуумного масла VM-1 (и ее температурная зависимость) была определена в лаборатории госэталонов в области измерения массы, плотности, вязкости при помощи вторичного эталона единицы плотности ДМА – 5000 в соответствии с ГОСТ 8.024 с относительной погрешностью 10^{-5} .

4. Погрешность измерения количества сосчитанных полос N , связанная с дискретностью отсчета, составляет $\lambda/4$ (для высоты столба) или в пересчете в давление $1,3 \cdot 10^{-3}$ Па. В принципе ее можно уменьшать и довести, например, до $10^{-3}\lambda$.

5. Нестабильность нуля и остаточные шумы вибрационного происхождения. Оценка этой погрешности $2-3\lambda$ ($(5-10) \cdot 10^{-3}$ Па). Для ее устранения необходимы термостабилизация установки и размещение на специальном изолированном фундаменте.

6. Капиллярные эффекты. Свободная поверхность жидкости в манометрической трубке не плоская (мениск), давление газа над поверхностью отличается от давления в жидкости под поверхностью в центре мениска на величину, определенную Лапласом:

$$\Delta P = P_{\Gamma} - P_{\text{ж}} = \frac{2\sigma}{R}, \quad (1)$$

где:

σ - коэффициент поверхностного натяжения;

P_{Γ} и $P_{\text{ж}}$ – давление газа над поверхностью жидкости и давление жидкости под поверхностью в центре мениска;

R – радиус кривизны мениска.

Радиус кривизны в центре мениска зависит от коэффициента поверхностного натяжения жидкости, радиуса манометрической трубки и краевого угла. Неконтролируемые изменения краевого угла в процессе измерения давления могут приводить к ошибке.

На основе компьютерного анализа дифференциального уравнения, описывающего поверхность жидкости, произведены расчеты коэффициента поверхностного натяжения масла и зависимости кривизны поверхности от радиуса манометрической трубки.

Рассмотрены следующие поправки к формуле измерения:

- а) поправка, связанная с температурной зависимостью плотности масла. Необходимый для этого температурный коэффициент плотности был рассчитан на основании данных лаборатории госэталонов в области измерения массы, плотности, вязкости;
- б) поправка, связанная с зависимостью длины волны лазера от давления газа в измерительном колене манометра.

Окончательное уравнение измерения имеет вид:

$$P = \rho_{20} [1 - \beta(t - 20)] \cdot g \cdot \frac{N}{2} \lambda_0 \cdot \left[1 - \alpha \left(H + \frac{N \lambda_0}{4} \right) \right] + P_0,$$

где

P - измеряемое давление, Па;

$\rho_{20} = 873,03 \text{ кг/м}^3$ - плотность масла при $20,0^\circ\text{C}$;

$\beta = 0,000707 \text{ град}^{-1}$ - температурный коэффициент плотности;

t - температура жидкости, $^\circ\text{C}$;

$g = 9,8191 \text{ м/с}^2$ - ускорение свободного падения;

N - количество сосчитанных интерференционных полос;

$\lambda_0 = 0,6329914 \cdot 10^{-6} \text{ м}$ - длина волны лазера в вакууме;

$\alpha = 2,4 \cdot 10^{-5} \text{ м}^{-1}$ - коэффициент, рассчитанный из зависимости показателя преломления воздуха от давления в измерительном колене;

$H = 0,150 \text{ м}$ - длина части колена манометра от оптического окошка до поверхности масла в откаченном манометре;

P_0 - остаточное давление в колене сравнения, Па.

Случайная погрешность измерения давления ИЖМ (рассчитанная как корень квадратный из суммы квадратов составляющих) оценивается

величиной $4,1 \cdot 10^{-2}$ Па. Основной вклад в эту составляющую вносит погрешность, связанная с капиллярным эффектом, которая может быть уменьшена на 2-3 порядка за счет увеличения диаметра колен U-образного манометра в 1,5 – 2 раза (до 60 мм).

Граница неисключенной систематической погрешности ИЖМ (рассчитанная как сумма составляющих) оценивается величиной $2 \cdot 10^{-5} P$, т.е. 0,002 % от измеряемой величины или $(0,002P/\text{Па}) \cdot 10^{-2}$ Па.

Разработка генераторов сверхзвуковых потоков частиц «атмосфера-вакуум»

А.Н.Баженов, А.Б.Сокорнов
АНО «ЦНИИЛ», bazgenov@atel.ru

Инновационный проект направлен на создание генераторов сверхзвуковых потоков частиц «атмосфера-вакуум» для широкой области применения. Секторы экономики, в которых возможно использование генераторов, включают материаловедение, медицину, экологию, ядерную энергетику, геологию и геохимию, нефтепереработку, полупроводниковую промышленность, металлургию, космическую технику.

Источник индуктивно-связанной плазмы применяется в научных исследованиях и промышленности. Для измерения микроконцентраций элементов применяется масс-спектрометрический. Выдающиеся качества ИСП-МС делают его незаменимым во множестве применений - в лабораторных исследованиях, ядерной энергетике, геологии и геохимии, нефтепереработке, металлургии, полупроводниковой промышленности и т.д. Плазма служит для обработки кварца под нужды полупроводниковой промышленности, а также участвует в технологическом цикле изготовления для производства дисплеев LCD, TFT, OLED. Ключевым моментом является то, что наиболее эффективным способом ионы получают при атмосферном давлении, а исследования или технологический цикл идет в вакууме. Для введения потока ионов на образец в промышленных применениях или в спектрометр в научных необходимо организовать поток рабочего вещества из источника в вакуум. Ввиду особенностей истечения в вакуум и производительности современных откачных систем, требуется использовать многокамерные шлюзовые устройства.

Несмотря на то, что принципы функционирования прибора известны давно, его реализация затруднена наличием большого числа «ноу-хау». К области коммерческой и государственной тайны относятся

сведения по истечения в вакуум для космических применений. Агрессивная политика продаж фирм-производителей откачных устройств и их нацеленность на быстрые сроки замены потребителем оборудования привели к тому, что неоправданно увеличилось относительное количество используемых турбомолекулярных насосов. Они выглядят более удобными в работе, но имеют ограниченный жизненный цикл и дороги в обслуживании.

Разработанный авторами проекта интерфейс оптимизирует сопряжение вакуумной схемы и источника частиц при атмосферном давлении, позволяет сформировать сверхзвуковой поток рабочего вещества с использованием двух или более ступеней откачки. Разработанное программное обеспечение позволяет сделать выбрать оптимальный выбор откачных устройств.

В результате многолетней работы выполнены НИОКР, а с 2002 года началась опытная эксплуатация, формирование системы поставки комплектующих, подготовка производственной документации и руководств пользователя. За это время выявлены тонкости конструирования и деталей работы, претворенные в фирменное «ноу-хау».

**Третья редакция стандарта Российского вакуумного общества
РВО-2.1-03 от 01/06/2004**

Вакуумная техника. Масс-спектрометрический метод контроля герметичности.

Настоящий стандарт распространяется на масс-спектрометрический метод контроля герметичности вакуумных систем всеми способами, при которых происходит натекание пробного газа в предварительно откачанный объект, и устанавливает процедуры определения характеристик измерительной системы, порядок подготовки, выполнения и оформления результатов испытаний, а также требования безопасности.

Термины и их определения – по ГОСТ-5197, ГОСТ-26790 и в приложении № 1. Общие требования по ГОСТ-28517.

1. Общие положения и область применения

1.1. Масс-спектрометрический метод контроля герметичности основан на обнаружении пробного вещества в смеси веществ, проникающих через течи, путем ионизации веществ с последующим разделением ионов по отношению их массы к заряду под действием электромагнитных полей.

1.2. Метод может применяться для определения сквозных течей для любых вакуумных систем и объектов, работающих при комнатной температуре.

1.3. Возможности метода определяются следующими характеристиками: чувствительность, порог чувствительности по потоку (минимальный регистрируемый поток пробного газа) , максимальный поток, время реакции, минимальное и максимальное рабочее давление в контролируемом объекте.

1.4. В связи с тем, что характеристики являются взаимно зависимыми, они должны определяться в одинаковых условиях и указываться совместно.

1.5. При применении метода в зависимости от конструктивно-технологических особенностей и режимов эксплуатации объекта могут определяться все или часть приведенных характеристик.

1.6. Основным пробным газом является гелий или его смеси с другими газами. Допускается применение других веществ, например водорода или аргона. Пробное вещество не должно оказывать вредного влияния на контролируемый объект.

2. Аппаратура и проведение испытаний

2.1. Для определения характеристик создается измерительная система (Рис.1), использующая масс-спектрометрический течеискатель или анализатор парциальных давлений, испытательную камеру, вакуумметры, вакуумные насосы, клапаны и соединительные трубопроводы.

Примечание

1. Контролируемое изделие может подключаться снаружи или располагаться внутри испытательной камеры. Испытательная камера сама может быть контролируемым изделием.

2. При определении характеристик измерительной системы испытательная камера и контролируемое изделие должны быть заведомо герметичными.

3. При объеме измерительной камеры менее 5 литров и наличии в течеискателе собственной откачной системы дополнительную вакуумную систему 8 и 9 и манометрические преобразователи 4 и 5 на измерительной камере можно не устанавливать.

2.2. Вакуумная система должна содержать минимальное количество резины и других полимерных материалов. Клапан течи и калиброванная течь, кроме мембраны, должны иметь цельнометаллическую конструкцию.

2.3. Для регистрации результатов измерений, можно использовать компьютеры, самопишущие приборы или секундомер для визуальных наблюдений.

2.4. Течеискатель должен быть подготовлен к работе в соответствии с инструкцией завода-изготовителя.

2.5. Для предотвращения перекрытия малых течей перед контролем герметичности применяют промывку, сушку и прогрев при максимальных температурах, выдерживаемых контролируемым изделием.

2.6. Выходной сигнал считается установившимся, если его изменение за одну минуту не превышает допустимой погрешности измерения.

3. Определение характеристик

3.1. Определение чувствительности.

3.1.1. В исходном положении измерительной системы (Рис.1) все клапаны закрыты. Установить контрольную течь 1. Подать в случае необходимости на вход течи пробный газ.

Примечание.

Величина контрольной течи должна выбираться близкой к браковочному признаку контролируемого изделия.

3.1.2. Подготовить к работе течеискатель 7.

3.1.3. Открыть клапан 11 и откачать насосом 10 пространство между течью 1 и клапаном 2 до давления не выше 10^{-1} Па. Для стабилизации потока пробной течи время откачки должно быть не менее 15 мин.

3.1.4. Откачать испытательную камеру 3 вакуумной системой 8 и 9 до предельного давления.

Примечание.

При наличии в течеискателе собственной откачной системы она может использоваться для откачки испытательной камеры.

3.1.5. Закрывая и открывая клапан 2 по показаниям выходного прибора течеискателя определить фон U_{ϕ} и сигнал U_c от внешней контрольной течи,

3.1.6. Рассчитать чувствительность испытаний по формуле

$$K_Q = \frac{U_c - U_{\phi}}{Q_{кт}} \left[\frac{A}{\text{м}^3 \text{Па} / \text{с}} \right],$$

где U_c – выходной сигнал течеискателя при подключенной внешней течи, А; U_{ϕ} – фоновый сигнал течеискателя, подключенного к измерительной камере, при отключенной внешней течи, А; $Q_{кт}$ – поток пробного газа внешней контрольной течи, $\text{м}^3 \text{Па} / \text{с}$.

3.2. Определение порога чувствительности по потоку (минимального потока пробного газа, регистрируемого установкой).

3.2.1. Определить шум и дрейф установки. По выходному прибору течеискателя записать установившееся значение фонового сигнала при закрытом клапане 2. Фоновый сигнал записывается не менее 5 минут.

В качестве дрейфа U_d принимается изменение усредненного (методом наименьших квадратов) фонового сигнала, отнесенное к одной минуте.

Шум $U_{ш}$ принимается равным корню квадратному из дисперсии выходного сигнала, измеренного через равные промежутки времени (1..2 секунды) в течение 1 минуты.

Примечания.

1. При ручной обработке экспериментальных данных допускается вместо суммы дрейфа и шума определять флуктуации выходного сигнала как разницу наибольшего и наименьшего показаний в течение одной минуты, деленное на три.
2. Броски выходного сигнала, возникающие не более, чем один раз за время измерений, не учитываются.
3. При наличии резины или других полимеров в клапане 2 или в месте присоединения течи к вакуумной системе использовать заглушку вместо внешней контрольной течи, и при определении дрейфа и шума клапан 2 должен быть открыт.

3.2.2. Минимальный регистрируемый сигнал рассчитывается как произведение суммы шума и дрейфа на измерительный коэффициент β .

$$U_{\text{мин}} = \beta (U_{\text{ш}} + U_{\text{д}}),$$

где $U_{\text{ш}}$ – шум установки, А; $U_{\text{д}}$ – дрейф установки, А; (3.2.1).

Примечание.

Относительная погрешность определения $U_{\text{мин}}$ равна $100/\beta$.
Рекомендуется выбирать β не меньше 2.

3.2.2. Порог чувствительности установки по потоку рассчитывается по формуле

$$Q_{\text{мин}} = \frac{U_{\text{мин}}}{K_Q},$$

где $U_{\text{мин}}$ – минимальный регистрируемый сигнал, А (3.2.2);
 K_Q – чувствительность установки (3.1.6).

3.2.4. Рассчитать относительную методическую погрешность определения чувствительности как сумму относительной погрешности градуировки контрольной течи и относительной погрешности полезного сигнала, равного разности входного сигнала минус фон. Относительную погрешность полезного сигнала примем равной отношению суммы дрейфа и шума (3.2.1) к величине полезного сигнала.

$$\delta_K = \delta_{KT} + \delta_{ПС}, [\%];$$

где δ_{KT} – относительная погрешность внешней контрольной течи, %; $\delta_{ПС}$ – относительная погрешность полезного сигнала, %.

Примечание.

В качестве полезного сигнала можно использовать выходной сигнал, соответствующий браковочному признаку изделия.

3.2.5. Рассчитать относительную методическую погрешность определения порога чувствительности по потоку как сумму относительных погрешностей измерения чувствительности и минимального регистрируемого сигнала.

$$\delta_Q = \delta_K + 100/\beta, [\%];$$

где δ_Q – относительная погрешность определения порога чувствительности по потоку, %; δ_K – относительная погрешность определения чувствительности (3.2.4), %; β – измерительный коэффициент (3.2.2).

3.3. Определение максимального потока.

3.3.1. Подключить к испытательной камере 3 регулирующую контрольную течь или использовать натекаТЕЛЬ б, подать на его вход пробный газ.

Примечание.

НатекаТЕЛЬ должен иметь микрометрическую градуировку регулируемой проводимости. При использовании натекаТЕЛЯ, не имеющего градуировки, для измерения потока можно воспользоваться масляной бюреткой.

3.3.2. Определить согласно п.3.1 зависимость чувствительности от величины потока пробного газа. Поток пробного газа изменять при помощи регулировки контрольной течи или натекаТЕЛЯ б, устанавливая в каждом диапазоне потоков не менее трех равномерно расположенных точек.

3.3.3. В качестве максимального принимается значение потока, при котором чувствительность уменьшается на порядок по сравнению с ее значением при браковочном признаке изделия.

3.4. Определение времени реакции установки.

3.4.1. Установить внешнюю контрольную течь 1, номинальное значение которой находится вблизи от браковочного признака изделия.

3.4.2. Откачать до предельного давления испытываемый объект при открытом клапане 2. Предварительная откачка может осуществляться через клапан 8 вакуумной системой 9, а окончательная – высоковакуумной системой течеискателя.

3.4.3. Закрыть клапан 2. Дождаться установившегося выходного сигнала течеискателя и вновь открыть клапан 2. Определить зависимость выходного сигнала течеискателя от времени (Рис.2).

Примечание.

Для повышения точности определения времени реакции гелиевую течь после закрытия клапана 2 для предотвращения накопления гелия следует откачивать форвакуумным насосом через клапан 11.

3.4.4. Зафиксировать время появления выходного сигнала течеискателя $t_{\text{мин}}$, и принять его за время реакции при локализации течи.

3.4.5. Постоянную времени τ (Рис.2), соответствующую увеличению выходного сигнала до 63% от максимального установившегося значения принять за время реакции в режиме измерения течи.

3.5. Определение минимального и максимального рабочего давления

3.5.1. Откачать течеискателем или вспомогательной вакуумной системой испытательную камеру до предельного давления.

3.5.2. При помощи натекателя б, напуская воздух в измерительную камеру, настроить различные давления воздуха в испытательной камере (не менее трех точек для каждого диапазона)

3.5.3. Для каждого давления рассчитать порог чувствительности $Q_{\text{мин}}$ согласно 3.2.3 и определить зависимость порога чувствительности от давления.

3.5.4. Найти величину давления, при котором порог чувствительности становится меньше браковочного признака. Принять это давление за максимальное рабочее давление.

4. Требования безопасности

4.1. При испытаниях должны соблюдаться «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей» по ГОСТ 12.2.003 и дополнительные требования техники безопасности, установленные в технической документации предприятия, на котором производятся испытания.

4.2. При работе с сосудами, находящимися под повышенным давлением, должны соблюдаться «Правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением».

4.3. Работа с жидким азотом должна проводиться в соответствии с требованиями ГОСТ 9293.

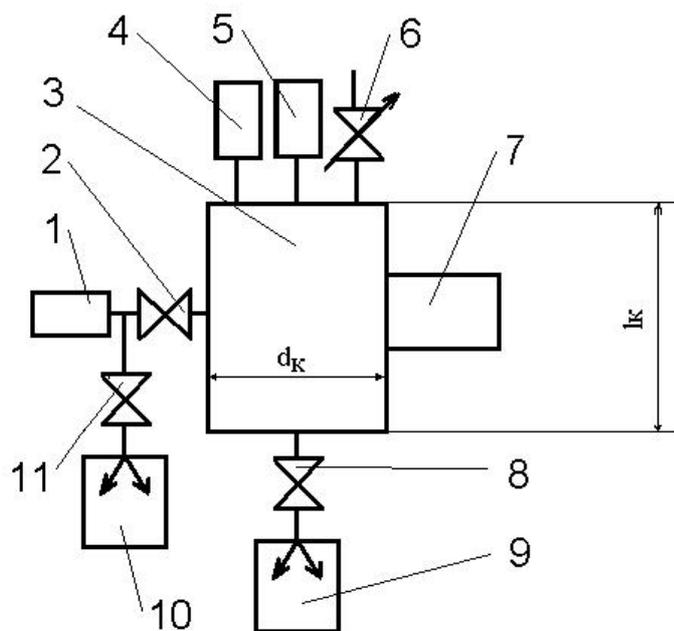


Рис.1. Измерительная система.

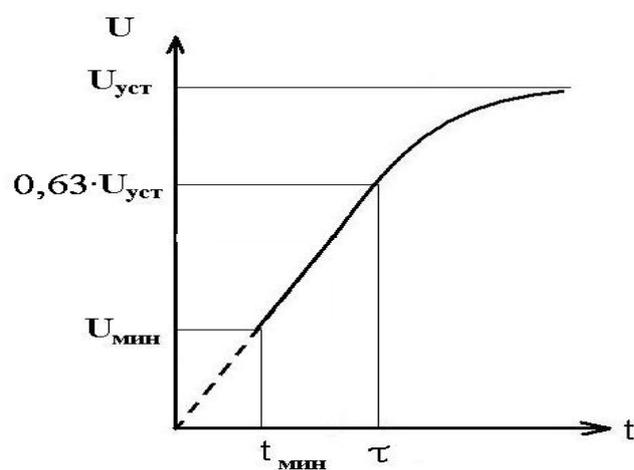


Рис.2. Кривая натекания

Приложение №1

ПОЯСНЕНИЯ ТЕРМИНОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В ДАННОМ СТАНДАРТЕ

Испытательная камера – герметичная камера с необходимыми присоединительными фланцами, имеющая объем 5 литров и используемая для определения характеристик течеискателя.

Время реакции – промежуток времени между подведением пробного газа к течи и появлением выходного сигнала течеискателя. В данном стандарте время реакции принимается равным постоянной времени откачки пробного газа из испытательной камеры.

Контрольная течь – устройство, предназначенное для воспроизведения потока пробного газа, например по ОТМО.334.001 ТУ.

Разрешающая способность - отношение массового числа пика пробного газа к его ширине на высоте 50% от его максимальной величины.

Локализация течи – нахождение места течи без определения ее величины.

Минимальный поток (порог чувствительности) – минимальный поток пробного газа, который может быть зарегистрированным течеискателем.

Максимальный поток – максимальный поток пробного газа, который может быть зарегистрированным течеискателем.

Максимальное рабочее давление – максимальное давление остаточных газов в контролируемом объекте, при котором в пределах погрешности измерения сохраняется его номинальная чувствительность.

Браковочный признак – максимальный допустимый поток пробного газа для контролируемого изделия.

Секция № 2

Элементы вакуумных систем

Председатель: Л. Н. Розанов, Секретарь: А. Л. Карпов

Новые разработки газо-вакуумной арматуры

Курбатов О.К., Галиев М.С., Леонтьев А.Ф., Толмачев П.Л.,
Москва, ФГУП НИИ Вакуумной техники им. С.А. Векшинского

Сообщается о выполненных по заданию Департамента топливно-энергетического хозяйства Правительства Москвы разработках и начале серийного выпуска высоконадежных и импортозамещающих запорно-регулирующих и отсечных газовых клапанов с диаметрами условного прохода Ду от 10 до 125 мм для теплоэнергетического оборудования РТС, КТС, ЦТП и других объектов городского хозяйства.

Указанные автоматические клапаны типа КЭО-80,100,125 мм применяются в качестве аварийно-отсечных клапанов в газопроводах перед мощными газовыми горелками в крупных водогрейных котлах на тепловых станциях.

Одновременно разработаны и выпускаются серийно электромагнитные быстродайствующие газовые клапаны с Ду-15,20,25 и 50мм для опрессовки, поджига газовых горелок и выпуска в «свечу» избыточного газа.

В нормально-закрытом исполнении – клапаны КЭП-10,15,20,25 и 50 мм.

В нормально-открытом исполнении – клапаны КУМ-10,20,25,50 мм.

Все эти газовые клапаны прошли длительные эксплуатационные испытания в реальных производственных условиях, в том числе в экстремальных. Клапаны сертифицированы и имеют разрешения Госгортехнадзора РФ на применение.

Клапаны типа КЭП и КУМ имеют встроенные блоки питания и управления с визуальной и дистанционной сигнализацией о состоянии клапанов.

При разработке вся эта арматура параллельно прошла приемосдаточные и периодические вакуумные испытания.

Клапаны типа КЭП и КУМ обладают следующими характеристиками:

- диаметр условного прохода – 10,15,20,25,50мм;

- диапазон рабочих давлений 0,6 МПа – 10^{-4} Па;
- уровень герметизации не хуже 10^{-7} м³Па/с;
- время срабатывания – 0,2с;
- средняя наработка на отказ – $3 \cdot 10^4$ циклов;
- ресурс - $3 \cdot 10^5$ циклы;
- напряжение питания - 220В (переменное);
- потребляемая мощность – не более 8 Вт.

Автоматические клапаны типа КЭО - с комбинированными приводами (электромеханическими и электромагнитными) являются трехфункциональными: запорными, регулирующими и отсечными. Могут из любого положения (по степени открытия) при аварийной ситуации или по команде от внешнего сигнала герметично закрываться.

Клапаны типа КЭО имеют следующие характеристики:

- диаметр условного прохода 80,100,125 мм;
- диапазон рабочих давлений – от 0,6 МПа до 10^{-4} Па;
- уровень герметизации не хуже 10^{-7} м³Па/с;
- время аварийного срабатывания – 0,5с;
- время плавного полного открытия или закрытия - 50с;
- средняя наработка на отказ - $3 \cdot 10^4$ циклов;
- ресурс - $3 \cdot 10^5$ циклов;
- напряжение питания – 220В;
- потребляемая мощность – не более 40 Вт;

Все данные клапаны могут использоваться в автоматизированном вакуумно-технологическом оборудовании на форвакуумных линиях как отсечные, а клапаны КЭО дополнительно еще как дросселирующие для плавного открытия трубопровода при откачке механическими насосами.

На базе клапанов типа КЭП разработаны и серийно выпускаются автоматические гидравлические клапаны типа КМ (Ду-10,15,20,25,50 мм) с электромагнитными приводами, которые могут использоваться в водоохлаждающих системах диффузионных насосов, водяных ловушек, ионных источников и др. элементов вакуумного технологического оборудования.

Вакуумные шлюзовые системы в установках для массового производства тонкопленочных покрытий

Баранов В. Н., Витченко Б. Д., Голованов В. В., Левчук А. Н.,
Лешков С.В., Михалкович В. В.

НТП «ИЗОВАК», Белоруссия, Минск, 220040, ул. Богдановича 155

В настоящий момент широко используются вакуумные установки для напыления оптических и защитно-декоративные покрытий на различные виды и типы поверхностей. При массовом производстве изделий, использующих покрытия, необходимо уменьшать время между операциями напыления до минут и менее.

В течение нескольких лет НТФ «Изовак» разработала ряд вакуумных установок для промышленного напыления покрытий различного рода. Основными задачами при проектировании установок были: обеспечить максимальную повторяемость массовых процессов и малое время между операциями. При разработке была использована концепция построения установок со шлюзовыми системами. Шлюзовые системы были спроектированы по двум принципам: с фронтальной шлюзовой системой и установки с проходной (транспортной) шлюзовой системой. Основными требованиями к шлюзовым системам является надежность запираания напылительной камеры, в особенности, в момент откачивания шлюзовой камеры, когда возникают значительные нагрузки, низкая запыляемость элементов конструкции, а также простота и доступность обслуживания и проведения профилактических работ. В установках использовались шлюзовые системы с пневматическим и гидравлическим запираанием.

Установки с фронтальной шлюзовой системой – это установки, в которых шлюзовая камера после откачки и выравнивания давлений является частью объема, в котором происходит напыление. Объем шлюзовой камеры в установке для получения покрытий на кинескопах составляет около 30 литров, что обеспечивает откачку до давления порядка $2 \div 2,5 \times 10^{-1}$ Па вакуумным агрегатом АВР-150/25 за 40 секунд.

Установление давления порядка 5×10^{-3} Pa, в общем объеме шлюзовой и основной камер, происходит за $2,5 \div 3$ минуты. Использование гидравлической системы запираения шлюза позволило уменьшить объем шлюзовой камеры, который составил порядка 4-х литров. Время установления давления 5×10^{-3} Pa уменьшилось до 1,5 минут, что позволило значительно сократить время цикла.

Установка с проходной (транспортной) шлюзовой системой была спроектирована для нанесения защитно-декоративных покрытий на небольшие пластмассовые детали. Транспортная система обеспечивает проход подложек через шлюзовую камеру в основную. После перегрузки объем шлюзовой камеры отсекается и не участвует в напылительном процессе. Для данной установки цикл составляет не более 3,5 минут. Время установления давления порядка $7 \div 8 \times 10^{-3}$ Pa в основной камере после перегрузки составляет от 1 до 1,5 минут.

Разработка и использование различных вариантов или сочетаний шлюзовых систем и систем запираения позволяет оптимизировать конструкцию установок для использования их в широком спектре задач, или максимально сконфигурировать установку для быстрого и многократного выполнения идентичных операций.

Некоторые особенности современных криовакуумных систем

М.П. Ларин, В.В. Быстров.

ООО «Вакуумные и криогенные системы»

198103, С-Петербург, Рижский пр. 26, E-mail: marxen@mail.ru

За последние несколько лет в ООО «Вакуумные и криогенные системы» создано несколько типов вакуумных камер, криостатов, вакуумных установок с сорбционными насосами, которые имели некоторые общие конструктивные элементы, обеспечивающие им высокую эффективность в работе.

1. Для длительного хранения и высокоточных периодических поверочных измерений эталонов масс для Цюрихской метрологической службы была создана в немагнитном исполнении вакуумная камера с низкими адсорбционно-десорбционными характеристиками внутренней поверхности.
2. Для проведения наземных испытаний устройств, содержащих инфракрасные приемники излучений, разработаны и созданы два опытных образца вакуумной установки. Они содержали вакуумную камеру с низкой степенью черноты внутренней поверхности, сорбционный насос с длительным ресурсом непрерывной работы и криостат, обеспечивающий 2 уровня температур на своих хладопроводах (80-82К и -90⁰С) с соответствующими рабочими теплопритоками 1 и 4 Вт.
3. Для Института Метрологии (С.-Петербург) было разработано и изготовлено два криостата для дифференциального интерференционного дилатометра «ДИАН». Криостаты обеспечили измерение образцов в диапазоне температур -150 – +120⁰С. В рабочем режиме в криостатах поддерживалось давление 10^{-5} – 10^{-3} Па с помощью собственных сорбирующих элементов.
4. Для масс-спектрометрических исследований соединений, содержащих радиоактивные изотопы, были созданы 2 криостата, конструкция которых обеспечивала конденсацию газовой фазы этих соединений на

криопанели с температурой 78-82К с дальнейшей их безопасной эвакуацией.

5. Был разработан и создан для медицинских и других целей малогабаритный криостат для охлаждения инфракрасных приемников излучения.

Общими конструктивными особенностями перечисленных разработок является наличие у них покрытий с низкими степенью черноты и адсорбционно-десорбционной способностью, присутствие элементов, обеспечивающих им собственный охранный вакуум не хуже 10^{-3} – 10^{-5} Па, отсутствие необходимости использования высоковакуумных средств предварительной откачки и других устройств. Все это обеспечивает им возможность эффективной длительной работы в течение нескольких лет без проведения профилактических работ.

Металлизация различных материалов в вакууме для вакуумно-плотных соединений

Е.Г. Вилькин, А.В. Пашук
ЦНИИ «Электрон», Санкт-Петербург

Существенный прогресс в улучшении параметров фотоэлектронных приборов (ФЭП) достигнут при использовании в технологии их изготовления так называемого метода "переноса", при котором узлы прибора обрабатываются отдельно друг от друга, затем сочленяются и герметизируются в высоком вакууме.

Финишная герметизация узлов ФЭП в вакууме через индий определяет сохранность параметров прибора. Поэтому так важно качественное проведение этого процесса. Обычно до металлизации коварового кольца корпуса прибора индием с целью дальнейшей герметизации его в вакууме с фотокатодным узлом коваровое кольцо предварительно покрывают золотом, меднят и т.д.

Показано, что для решения данной задачи применимо напыление поверхностно-активного вещества (ПАВ) – бария в вакууме с последующей металлизацией индием коваровой канавки прибора без выноса узла прибора на атмосферу.

Разработано и изготовлено вакуумное устройство на основе безмасляной откачки с давлением в камере $\approx 1 \cdot 10^{-4}$ Па.

Вакуумное устройство позволяет. Используя карусель в камере, проводить последовательно откачку камеры, прогрев корпуса прибора, напыление Ва и дозированную металлизацию индием. При этом загрузка карусели от 1 до 6 корпусов прибора одновременно.

Изготовлены макеты приборов с герметизированными через индий входными окнами и датчиками давления (ПМИ-2). Макеты откачаны и прошли испытания на повышенную влагу, механику и т.д. Хранение таких макетов даже в течение 10 лет не выявили нарушение герметизации.

Продолжены экспериментальные исследования по расширению и оптимизации применения ПАВ для металлизации деталей и узлов прибора.

Проведены успешные герметизации таких пар, как: ковар - германий, керамика - стекло, кварцевое стекло - нержавеющая сталь и т.д.

Автоматизация структурного синтеза вакуумного технологического оборудования

Н.А. Солодилова

СПб ГПУ, Политехническая 29

В докладе представлен подход к проектированию структурных вакуумных схем, основанный на методе перебора законченных структур с оптимизацией по Парето, учитывающей относительную важность критериев.

Сложность и многообразие возможных структур вакуумного оборудования, большое число жестких и порой противоречивых требований и ограничений, накладываемых технологическим процессом, проведение детального анализа как можно большего числа аналогов и прототипов вакуумного оборудования, стремление к повышению эффективности разработок и росту производительности труда конструктора требуют перехода к автоматизированному проектированию вакуумного технологического оборудования.

Первоначально, на основе анализа вакуумного технологического процесса, особенностей производства, специфических требований потребителя формируются множества критериев проектирования и технических требований. Критериями проектирования могут быть, например, надёжность, производительность, экономический эффект, удобство в эксплуатации и т.п. Технические требования: необходимая степень разрежения, селективность откачки, безмасляность остаточной среды и т.п.

На основе технических требований и критериев проектирования, некоторым способом, например, на базе метода усечения обобщенной структуры, получаем множество законченных структур в разной степени удовлетворяющих требования потребителя [1]. Для каждого из элементов этого множества строится вектор экспертных оценок по упомянутым выше критериям.

Известно, что наилучшее решение многокритериальной задачи следует искать среди множества *неулучшаемых* (Парето-оптимальных) решений:

$$Opt_{\rightarrow} X \subset P_f(X)$$

где X – множество возможных решений, f – векторный критерий, заданный на множестве X , $P_f(X)$ – множество Парето-оптимальных решений.

Однако, в реальных задачах множество Парето является достаточно широким и его построение не решает задачу принятия решений полностью. Для обоснованного сужения множества необходимо привлекать дополнительную информацию об относительной важности критериев проектирования.

Определение относительной важности критериев проектирования производится на основе глобальных приоритетов критериев, вычисленных методом иерархических экспертных оценок [2]. Для этого предварительно выполняется декомпозиция критериев проектирования, взаимосвязи между которыми описываются в виде иерархической структуры.

Глобальные приоритеты критериев определяются в результате попарных сравнений и нормализации критериев различных уровней иерархии.

Попарное сравнение осуществляется путём присвоения некоторого числа, характеризующего степень важности одного критерия по отношению к другому. Оценки задаются по шкале в диапазоне вещественных чисел от 0 до 5. На основании сделанных оценок создаются таблицы (матрицы) попарных сравнений для критериев каждого уровня. Значения элементов матрицы, стоящих в i -ой строке и j -м столбце, являются результатом сравнения i -ого и j -ого критерия. Диагональные элементы этих матриц равны 1. Корректность (состоятельность) задаваемых экспертных оценок контролируется с помощью индекса состоятельности:

$$CI = (\lambda_{\max} - n) / (n - 1),$$

где λ_{\max} – максимальное собственное число, n – порядок матрицы. В случае незначительного отклонения значения CI от 0 можно считать, что оценки являются состоятельными. Величина воздействия, с которой различные критерии одного уровня влияют на критерии предшествующего уровня, локальный приоритет, определяется путём суммирования элементов каждой строки матрицы и последующей нормализацией полученных величин. Совокупность полученных величин образует вектор локальных приоритетов критериев.

Величина воздействия, с которой критерии низшего уровня влияют на критерии высшего уровня, глобальный приоритет, определяется рекурсивно. Информация о глобальных приоритетах, на основании которой рассчитываются значения относительной важности критериев проектирования используется далее для сужения множества Парето.

Сузить область дальнейшего поиска множества наилучших решений можно, применив теорему [3]:

Пусть i -й критерий важнее j -го с коэффициентом относительной важности k_{ij} . Тогда для вектор-функции $g=(g_1, g_2, \dots, g_m)$ вида $g_s=f_s$ для всех $s \in I$, кроме $s=j$, и

$$g_i = k_{ij} \cdot f_i + (1 - k_{ij}) \cdot f_j \quad (1)$$

выполнено

$$Opt_{\succ} X \subset P_g(X) \subset P_f(X).$$

По теореме, сначала менее важный критерий f_j в списке критериев f_1, f_2, \dots, f_m заменяется новым – g_j , вычисленным по (1). Образуется новый векторный критерий g , отличающийся от исходного лишь j -м критерием. Затем с помощью известных методов и алгоритмов находится множество Парето $P_g(X)$ относительно векторного критерия g . Если это множество оказывается достаточно узким (в том смысле, что все решения, входящие в него, практически равнозначны для проектировщика), то в качестве наилучшего выбирается любое решение из $P_g(X)$. В противном случае следует попытаться получить от ЛПР новую дополнительную информацию об относительной важности какой-то другой пары критериев и учесть ее, построив еще более узкое множество, чем $P_g(X)$, и т. д. В результате выполнения подобных действий придем к достаточно

узкому множеству Парето, внутри которого следует выбрать любое решение в качестве наилучшего.

Данный подход может быть применен как к проектированию структурных вакуумных схем, так и к выбору отдельных элементов оборудования.

На базе описанного подхода разрабатывается САПР вакуумных систем.

Список литературы

1. Розанов Л.Н., Солодилова Н.А. Автоматизация проектирования структурных вакуумных схем методом усечения // Математическое моделирование в машиностроении: Труды СПбГТУ № 466. СПб.,1997.С.73–81.
2. Саати Т. Принятие решений. Метод анализа иерархий. –М.: Радио и связь, 1993.–325с.
3. Ногин В.Д. Использование количественной информации об относительной важности критериев в принятии решений // Научно-технические ведомости СПбГТУ № 2(20). СПб., 2000. С.89–94.

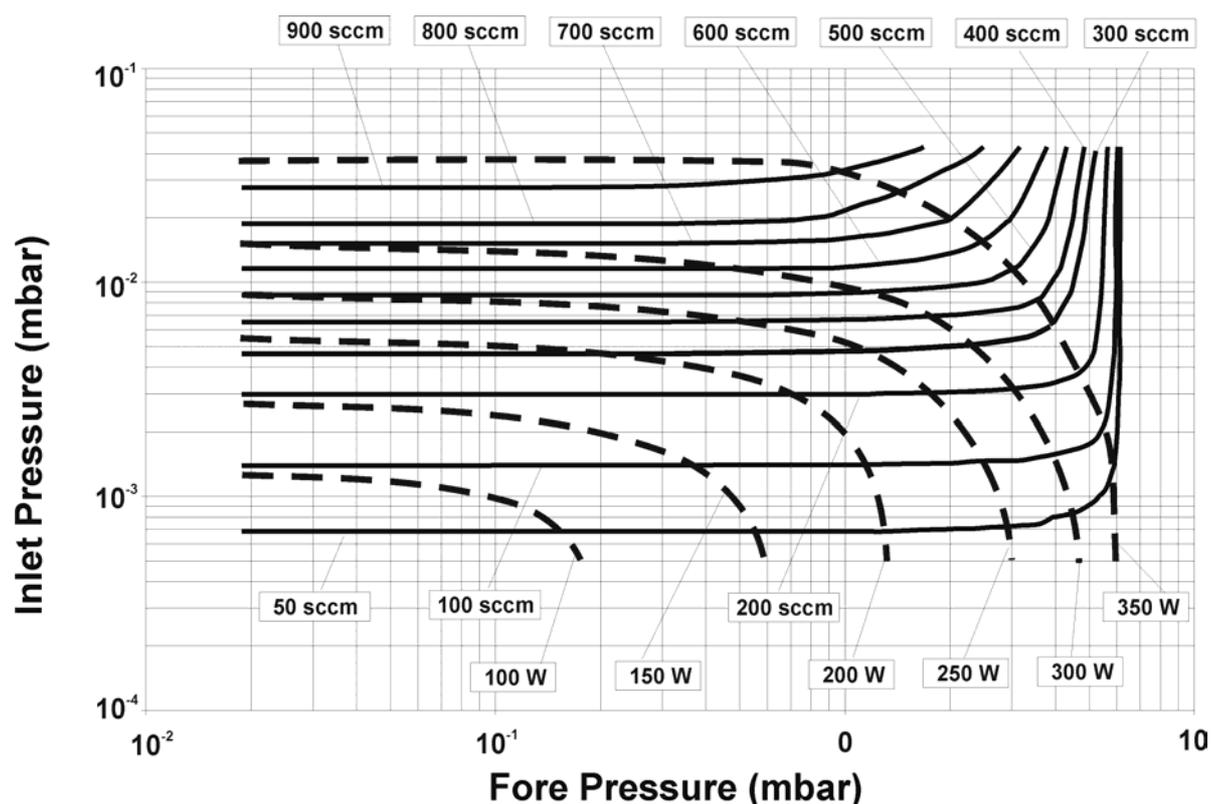
Новый турбомолекулярный насос Turbo-V 2K-G фирмы Varian Vacuum Technologies для работы в условиях высоких газовых нагрузок

Симанчѳв С.К. ООО «Си Си Эс Сервис»,
Москва, 121359, ул. Маршала Тимошенко, 19
тел. (095) 926 59 43 факс (095) 564 80 52
simanchov@ccsservices.ru www.ccsservices.ru

Приложения по нанесению тонких пленок накладывают специальные требования к вакуумной технике, используемой в таких процессах, и особенно к средствам откачки. Основные требования, которым должен удовлетворять насос в данных приложениях – получение безмасляного вакуума в диапазоне 10^{-2} ... 10^{-3} мм.рт.ст при значительных газовых нагрузках аргона (до 900 атм. куб.см в мин). Аргон имеет высокую атомную массу (39,948 а.е.м). При откачке аргона температурная нагрузка на лопатки ротора турбомолекулярного насоса выше по сравнению с откачкой более легких газов. При этом насос должен обеспечивать стабильную откачку в течении продолжительного технологического цикла.

В 2004 году фирма Varian Vacuum Technologies приступила к выпуску безмасляной турбомолекулярной системы Turbo-V 2K-G. Такие преимущества стандартной линейки ТМН фирмы Varian, как надежность, необслуживаемость, использование подшипников с керамическими шариками, быстрый старт и выход на номинальный режим работы, микропроцессорное управление, возможность дистанционно диагностировать и управлять работой насоса с помощью компьютера, насос Turbo-V 2K-G специально разработан для использования в приложениях по напылению тонких пленок и для технологических процессов с высокими газовыми нагрузками. В корпус насоса встроен блок управления, обеспечивающий управление и контроль работой насоса, автоматическое управление вентилированием насоса и продувкой его подшипников. Ведение журнала регистрации параметров работы насоса и его последующий анализ специалистами фирмы Varian позволит своевременно определить момент начала работы насоса с характеристиками, отличающимися от штатных и провести своевременные сервисные работы, в результате значительно увеличивая его срок службы.

Ниже на рисунке представлены зависимости давления на входном фланце насоса в зависимости от величины газовой нагрузки (Ar). Представленные графики позволяют определить потребляемую насосом мощность в зависимости от газовой нагрузки и давления на форвакуумном порту насоса. Из представленных зависимостей видно, что насос работает при давлении до 4 мбар на выходном порту (для газовых нагрузок до 300 атм.куб.см./мин), однако при этом насос потребляет значительную электрическую мощность – до 350 Вт.



Спецификация турбомолекулярного насоса Turbo-V 2K-G фирмы Varian:	
Номинальная скорость откачки	1600 л/с
Коэффициент сжатия (азот)	3×10^5
Предельная глубина вакуума	5×10^{-8} мбар
Входной фланец	ISO 250 мм
Выходной фланец	KlampFlange 40 NW
Положение при эксплуатации	произвольное
Уровень вибрации на входном фланце	менее 0,01 мкм
Номинальная скорость вращения ротора	33000 об/мин
Рекомендуемый форнасос	> 40 м ³ /час
Уровень шума на расстоянии 1 метр	> 45 дБ

Новые разработки и оборудование ВОС Edwards

С. Л. Розанов sergey@invac.ru

ЗАО «ИНТЕК-ВАКУУМ» <http://www.invac.ru>

Компания ВОС Edwards – крупнейший мировой поставщик вакуумного оборудования – ежегодно инвестирует значительные средства в разработку нового оборудования и техпроцессов, совершенствование производственных технологий.

Новые разработки:

Сухие насосы серии IPX/EPX разработаны специально для удовлетворения требований к вакуумным системам самого современного оборудования, применяемого в полупроводниковой промышленности.

В условиях ограниченного пространства насосы серии IPX/EPX позволяют успешно заменить традиционные многонасосные системы одним единственным насосом.

Достоинства и особенности:

- Уникальный механизм откачки – насос IPX/EPX может производить откачку от атмосферного давления до рабочего давления турбомолекулярного насоса и может работать в непрерывном режиме при любом давлении на входе. Максимальная скорость откачки – 150 л/с, предельное остаточное давление – 1×10^{-4} Па.



Сухой насос IPX100



Сухой спиральный насос XDS35i

- Незагрязняющая система подшипников – обычные высоковакуумные подшипники используют консистентную смазку, которая может быть источником загрязнения технологического оборудования. Насосы IPX/EPX не имеют высоковакуумных подшипников, а также других источников загрязнения.
- Исключительно надежные – надежность, доказанная практикой: среднее время наработки на отказ 13 лет (SEMI E10) при периодичности обслуживания около 5 лет.
- Возможность гибкого монтажа – IPX/EPX насосы могут быть интегрированы в оборудование с целью экономии пространства, либо установлены на удалении, в наиболее удобном месте.
- Возможность объединения в сеть – все насосы серии IPX/EPX могут быть заказаны в комплекте с Cnet, что позволяет подсоединять их к общезаводской коммуникационной сети.

Сухие спиральные насосы. Если требуется безмасляная откачка, то спиральные насосы могут легко заменить пластинчато-роторные. Например, наши передовые полностью безмасляные насосы серии XDS используют запатентованную технологию экранирования подшипников, которая не только предохраняет вакуумное пространство от проникновения любых смазочных материалов, но и защищает подшипники от воздействия технологических газов. Регулируемое газобалластное устройство допускает откачку паров и открывает новые области применения для спиральных насосов.

Флагман линейки – спиральный насос XDS 35i – на сегодняшний день, не имеет аналогов у других производителей и обладает быстротой действия около 10 л/с.

Сухие промышленные насосы серии DryStar. Запатентованная компанией VOC Edwards технология сухой откачки с использованием когтевого механизма захвата обеспечивает новые, более высокие уровни надежности в ситуациях, когда насосы с масляным уплотнением находятся на границе своего рабочего диапазона. Эта технология

приводит в результате к существенному снижению эксплуатационных затрат, увеличению производительности, повышению качества продукции, а также, к созданию более благоприятных условий труда в рабочем помещении. Дополнительная ступень Рутса, используемая в конструкции насосов, позволяет увеличить быстроту откачки в рабочем диапазоне и достичь максимальной быстроты действия 560 м³/ч. Запатентованный когтевой механизм захвата обеспечивает короткий газовый тракт в пределах откачивающего механизма, что позволяет этим насосам откачивать среды с более высокой концентрацией пыли и водяных паров по сравнению с насосами с масляным уплотнением, не снижая производительности. Диапазон рабочих давлений насосов серии DryStar – от атмосферного до единиц Па.

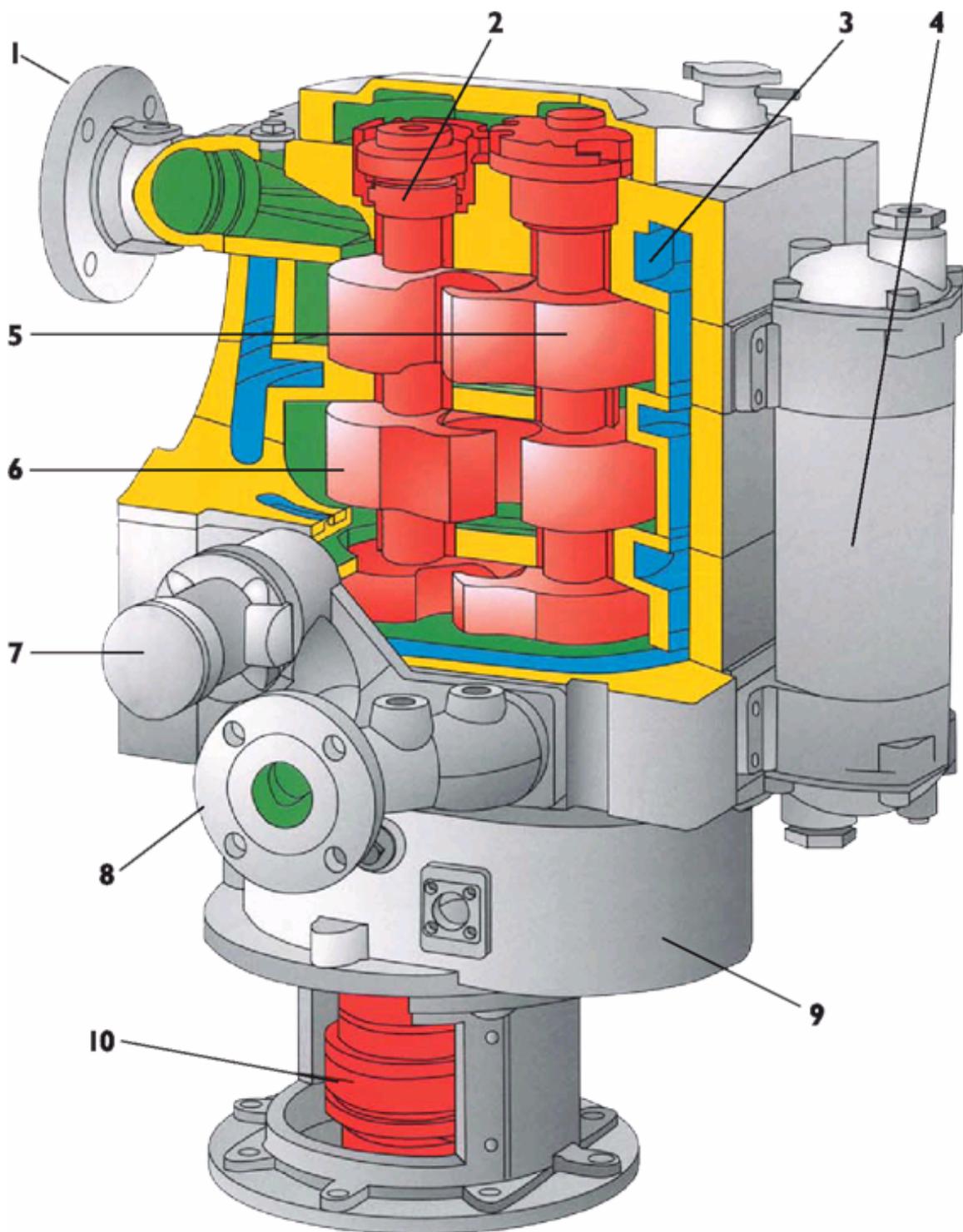


Сухой промышленный насос DryStar 600M



Турбонасос EXT200/200/30

Опыт, накопленный при производстве насосов серии Drystar, был использован при разработке сухих насосов серии DP, предназначенных для удовлетворения высоких требований технологических процессов химической и фармацевтической промышленности. Мы предлагаем серию из четырех сухих насосов с производительностью 80, 160, 250 и 400 м³/ч и предельным остаточным давлением менее 100 Па. Сухие насосы серии DP для химической промышленности соответствуют самым строгим стандартам безопасности и безвредны для окружающей среды.



- | | |
|---|--|
| 1 Входной фланец | 6 Перевернутые зубцы для сокращения газового тракта |
| 2 Съемный картридж верхнего подшипника | 7 Предохранительный клапан для снижения энергозатрат |
| 3 Рубашка водяного охлаждения | 8 Выходной фланец |
| 4 Теплообменник контура водяного охлаждения | 9 Распределительная коробка |
| 5 Трехступенчатый когтевой механизм | 10 Муфта сцепления |

Сухой насос DP250

Диффузионный насос Н-0,025-3 и агрегат на его базе

К.С.Садыков г. Казань

Широко известный вакуумный диффузионный паромасляный насос Н-0,025-2, успешно применяющийся для оснащения отечественных течеискателей, начиная с ПТИ-7 до наших дней, имеет ряд недостатков. К главным из них можно отнести: а) значительное время выхода на режим; б) заметно превышающие данные зарубежных образцов, массогабаритные характеристики. Указанные недостатки призван устранить предлагаемый насос Н-0,025-3

На рисунке 1 изображен насос Н-0,025-3, имеющий быстросъемные, стандартные фланцевые соединения с накидными хомутами соответственно на входе Ду 40 и на выходе Ду 16/10.

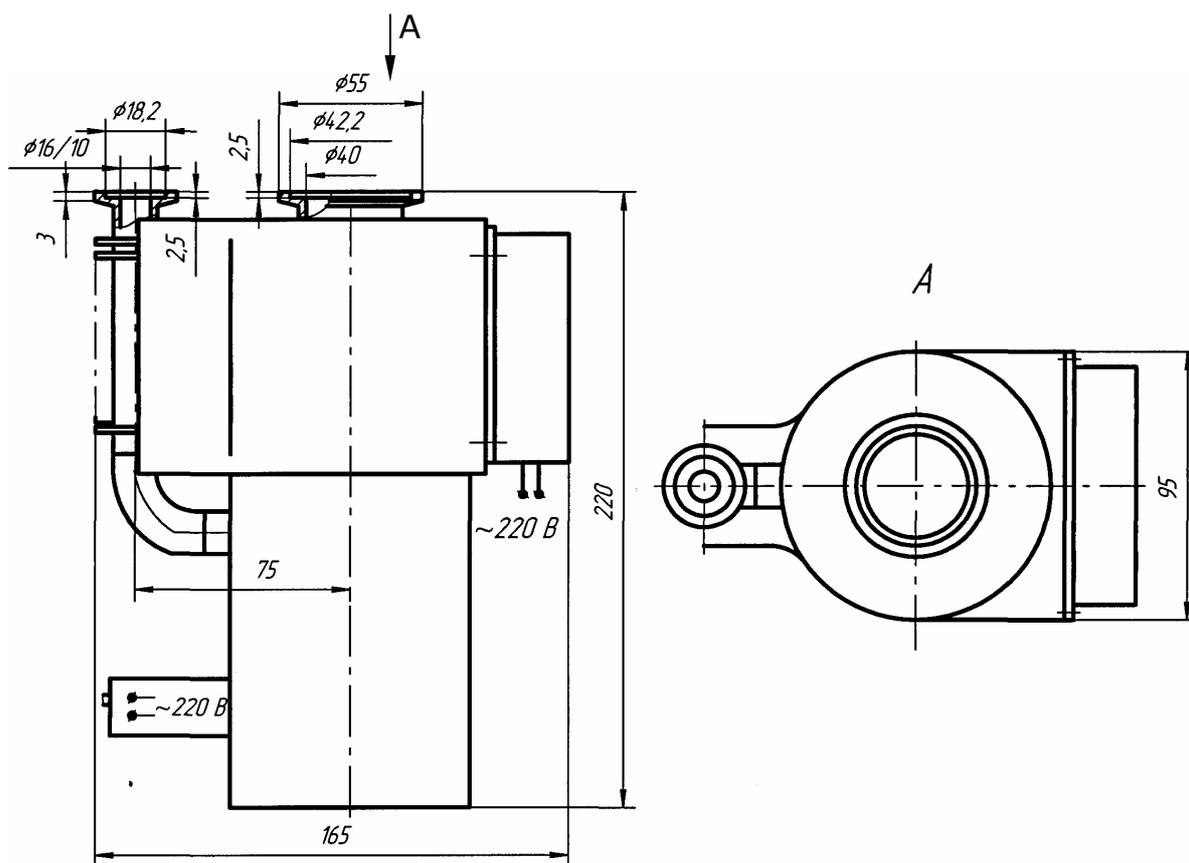


Рисунок 1

В качестве нагревательного элемента использован пальчиковый ТЭН с потребляемой мощностью 175 Вт. Охлаждение корпуса насоса осуществляется электрическим вентилятором ВВФ-71М с потребляемой мощностью не более 22 Вт, обычно применяющимся для обдува компьютеров. В качестве рабочей жидкости используется минеральное вакуумное масло ВМ-1С, производство Московского нефтемаслозавода, изготовленное из медицинского вазелинового масла. Характеристики насоса даны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование параметра	Единица измерения	Значение
Быстрота действия по воздуху в диапазоне рабочих давлений $1 \cdot 10^{-3}$ - 2 Па, не менее	л/с	20
Предельное остаточное давление	Па	$1 \cdot 10^{-4}$
Наибольшее выпускное давление, не менее	Па	100
Время разогрева насоса до рабочего состояния, не более	мин	5
Максимальная электрическая мощность, потребляемая насосом, не более	Вт	200
Количество рабочей жидкости	мл	20
Быстрота действия форвакуумного насоса, не менее	л/с	0,1
Габаритные размеры	мм	
высота		220
длина		165
ширина		95
масса, не более	кг	2

Зависимость быстроты откачки от входного давления насоса приведена на рисунке 2.

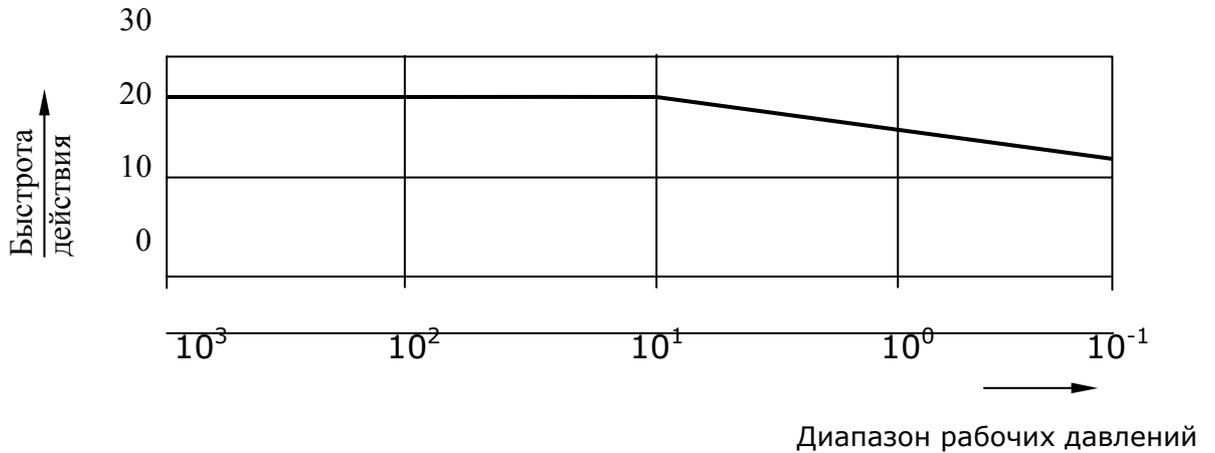


Рисунок 2

Доводка и испытания насоса производились с использованием в качестве форвакуумного - серийно выпускаемого пластинчато-роторного насоса 2НВР-0,1 Д, имеющего массу 2,3 кг и потребляющего электроэнергию в количестве 40 Вт, с габаритными размерами 222x116x70 мм. Агрегат состоящий из указанных насосов имеет массу не более 5 кг (с учетом коммуникации), потребляет мощность 240 Вт и легко помещается в прямоугольном объеме с высотой 300, длиной 200 и шириной 100 мм.

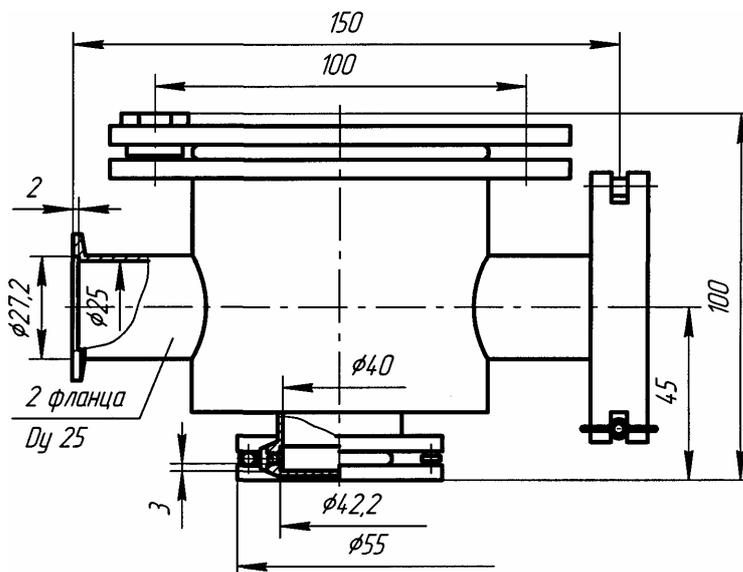


Рисунок 3

На входе насоса может быть установлена ловушка Пельтье, разработанная нами для других целей и приведенная на рисунке 3.

Ловушка потребляет 90 Вт электроэнергии с напряжением 15 В постоянного тока, масса ее не более 1 кг. По желанию заказчика ловушка может быть переделана под требуемые условия. Температура на холодных элементах ловушки - 60°C.

Перспективный метод сварки в электровакуумном производстве

И.А.Коледа, А.И.Лобач, А.М.Мазуркевич, Г.Э. Лукьянович, Г.Л.Масич

Белорусский государственный университет,
Белоруссия, 220080, Минск, ул. Ф.Скорины 4

Рассматриваются вопросы создания технологии и оборудования для прецизионной сварки изделий, применяемых в электровакуумном производстве.

Установлено, что данная технология исключает процесс пайки и существенно повышает качество и долговечность изделий в частности в электровакуумном производстве.

Рассмотрена конкретная область применения предлагаемой технологии - изготовление галогенных автомобильных ламп.

Вакуумное обеспечение экспериментов по исследованию фотоэмиссии поляризованных электронов

Яшин Ю.П., Мамаев Ю.А., Драч И.Н., Васильев Д.А.

Санкт-Петербургский Государственный Политехнический Университет

Россия, 195251, Санкт-Петербург, Политехническая 29

Использование пучков электронов, поляризованных по спину, привело к созданию новых направлений в физике твердого тела, физике полупроводников, атомной физике и физике высоких энергий. Известно, что все параметры фотокатодов критично зависят от вакуумных условий. Для исследования фотоэмиссии поляризованных электронов был создан экспериментальный комплекс на основе промышленной установки УСУ-4, имеющий полное компьютерное управление.

Главными особенностями данного комплекса являются: полное компьютерное управление процессом измерения, шлюзовая система для загрузки образцов, позволяющая благодаря малому объему проводить смену образца быстро и без ухудшения вакуума в основной части установки, и криостат, позволяющий изменять температуру образца в процессе измерения. Конструктивно комплекс состоит из двухкамерной вакуумной установки с полезным объемом около 25 литров, источника циркулярно поляризованного света и детектора Мотта.

Вакуум в камерах обеспечивается ступенчатой системой откачки. В нее входят: форвакуумный насос 1М2081 со скоростью откачки 1 л/с, цеолитовые сорбционные насосы ЦВА-03-2 со скоростью откачки около 5 л/с, два магниторазрядных насоса НДМ-400, а также шесть неиспаряемые геттеров с суммарной скоростью откачки 3000 л/с. Процесс обезгаживания установки контролируется автоматизированной системой, которая отключает прогрев при уровне вакуума $1 \cdot 10^{-7}$ Торр и снова включает его при $5 \cdot 10^{-8}$ Торр. В процессе нагрева откачка ведется магниторазрядными насосами. Для контроля состава остаточных газов

используется масс-спектрометр АПДМ-1 и модифицированные вакуумметры ВМБ-11, размещенные в различных частях установки.

В результате удалось получить остаточный вакуум порядка $5 \cdot 10^{-12}$ Торр, что позволило нам разработать и получить высокоэффективные фотокатоды, параметры которых находятся на мировом уровне, а в ряде случаев и определяют этот уровень

Установка камерного обезгаживания узлов и деталей гироскопов

С.В. Мирошниченко, В.Ф. Попов

ГНЦ РФ ЦНИИ «Электроприбор»

197046, Санкт-Петербург, ул. Малая Посадская, д.30

На базе установки УВН-2 спроектирована и изготовлена установка камерного обезгаживания узлов и деталей гироскопов и акселерометров. Модернизация установки состояла в добавлении байпасной линии откачки с азотной ловушкой, замене подколпачного устройства на этажерочный двухуровневый держатель узлов и деталей, использовании комбинации нагревателей и тепловых экранов, для программирования режимов нагрева применён «Термодат-15».

Среди большого разнообразия навигационных приборов имеются гироскопы поплавкового типа и акселерометры, в которых используются жидкости и газы. Особенностью их конструкций является также применение разнообразных материалов: бериллия, алюминия, латуни, меди, припоев марки ПОС-61, органической жидкости, а также компаундов и клеёв. Для стабилизации работы таких приборов необходимо обеспечение постоянства состава той среды, в которой первоначально изготовлен прибор. Основным методом сохранения среды является предварительный вакуумный отжиг деталей и узлов приборов. При этом невозможно использование в процессе отжига высоких температур. Обычно температуры не превышают 160°C , однако время обезгаживания может достигать многих десятков часов.

Целью настоящей работы являлась модернизации установки вакуумного напыления плёнок УВН-2 с для дальнейшего её использования в серийном цеховом производстве приборов типа ДПГ и акселерометры.

Основными техническими требованиями были: 1) одновременное размещение значительного количества разных деталей и узлов прибора, 2) обеспечение равномерности их температуры в процессе отжига с

допуском $\pm 10^{\circ}\text{C}$, 3) отжиг должен осуществляться при вакууме не хуже 10^{-5} мм.рт.ст., 4) температурный режим должен задаваться и поддерживаться настраиваемым прибором в течение длительного времени отжига, 5) на загруженные под вакуумный колпак не должны пары масла форвакуумного насоса.

Задачи работы: спроектировать и изготовить усовершенствованную вакуумную систему, после демонтажа внутриколпачного устройства УВН-2 разработать новое устройство нагрева и размещения узлов приборов, экспериментально и в серийном производстве подтвердить его работоспособность. Основная проблема состояла в обеспечении равномерности температуры при нагреве загруженных узлов и поддержании вакуума на уровне $5 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст.

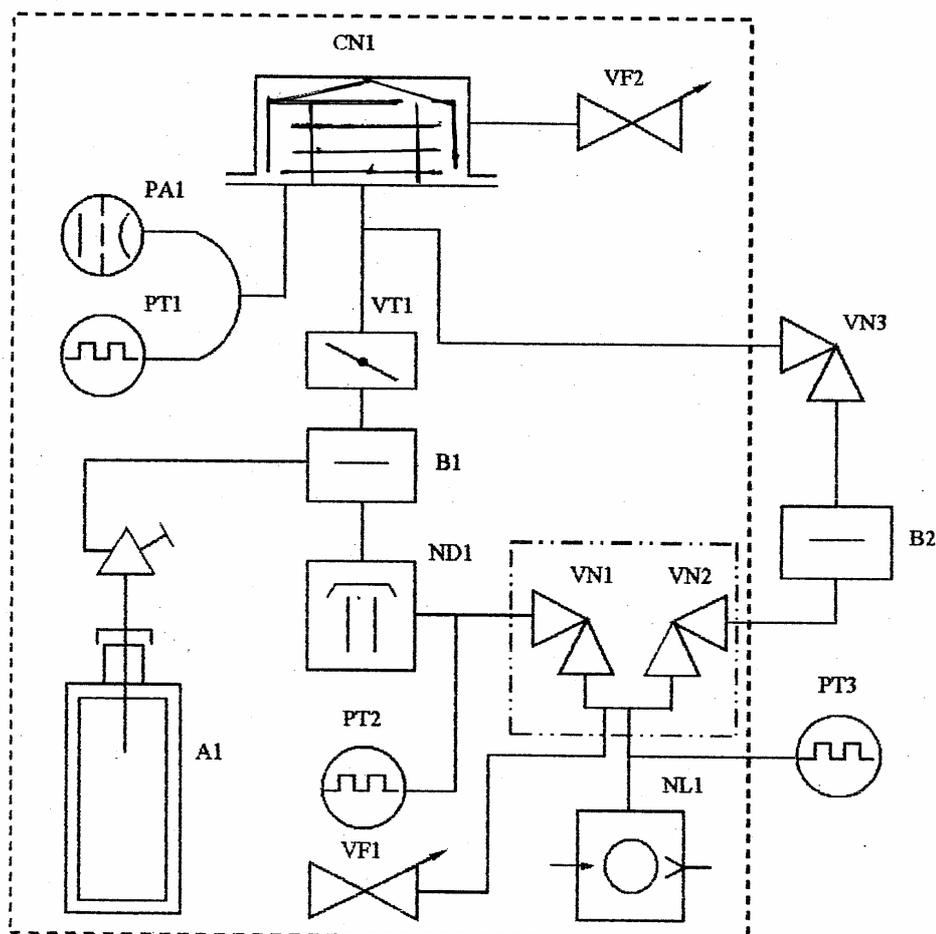


Рис 1. Вакуумная схема установки камерного обезгаживания (УКО)
Ф9.50.48

На рис.1 представлена схема вакуумной системы УКО. Как следует из схемы, в существующую вакуумную систему установки УВН добавлены: 1) ручной клапан VN3 и азотная ловушка B2, 2) термодарные преобразователи ПМТ-2 на форвакуумном насосе – РТЗ, на выходе диффузионного насоса - РТ2 и РТ1 для контроля форвакуума под колпаком, а также - 3) полностью заменено подколпачное устройство в CN1.

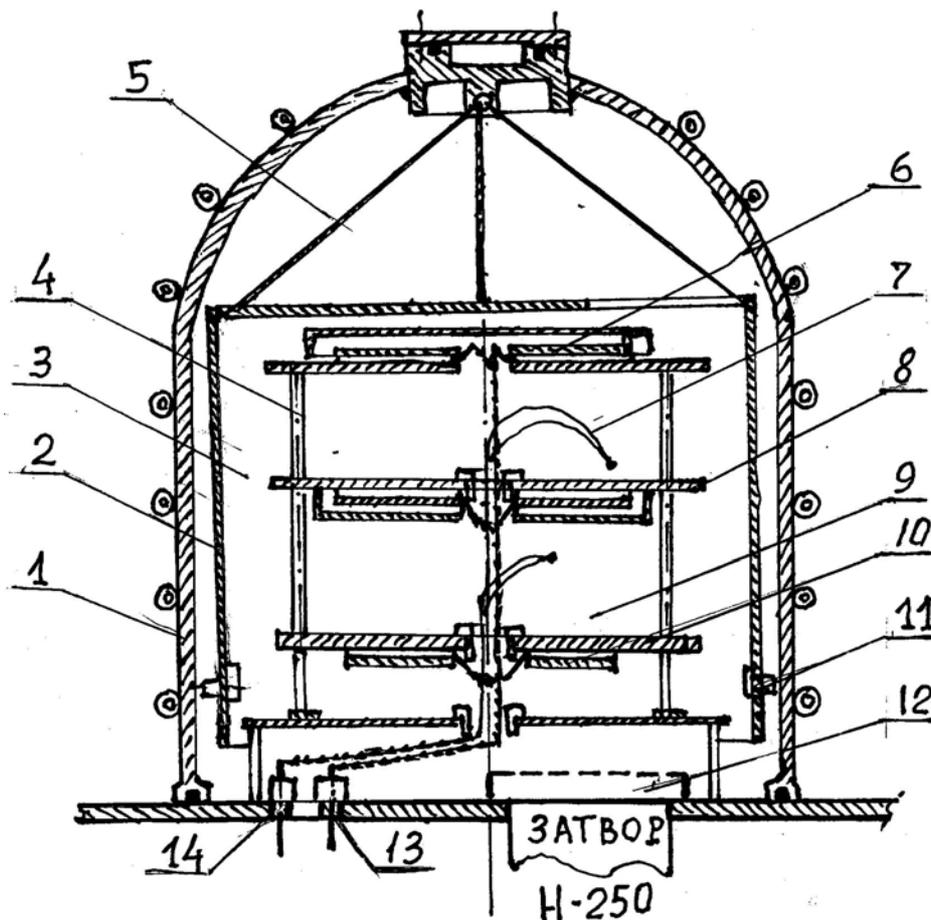


Рис.2. Камера установки Ф9,50.48
[CN1 по рис.1]

На рис. 2 представлено разработанное внутрикамерное устройство установки (УКО). Внутри подъёмного колпака 1 размещён цилиндрический тепловой экран 2 из нержавеющей стали толщиной 0,5 мм. Сверху и снизу он продолжен плоскими экранами. Внутри квазизамкнутого объёма 3 расположен держатель 4 узлов приборов – («этажерка»).

Цилиндрический тепловой экран вместе с колпаком может быть поднят, так как он закреплен с помощью тросов 5 на вершине колпака.

Нагрев обезгаживаемых узлов осуществляется девятью нагревателями 6 с максимально отдаваемой мощностью по 1 кВт (бутовые ТЭНы). Нагреватели закреплены на каждом из трёх плоских круглых дисках 8 толщиной 6 мм. Температура узлов измеряется в каждой из двух рабочих зон термомпарами 7. Так как требуемая температура не превышает 160°C , то целесообразно включить три нагревателя на каждом плоском диске последовательно. Если возникнет необходимость в использовании более высоких температур обезгаживания, то имеется возможность их взаимного присоединения.

Термопары закрепляют при поднятом колпаке непосредственно на одном из узлов, так как теплопередача в вакууме происходит теплопроводностью от дисков. Полное экранирование рабочих зон 7 и 9 позволяет выровнять температуры внутри них за счёт теплового переизлучения. Нижний рабочий диск 10 не имеет экранирования ТЭНа, так как эту роль выполняет неподвижный полированный экран на основании установки.

Для устойчивости цилиндрического теплового экрана по его образующей смонтированы керамические упоры 11. С целью предотвращения возможности попадания деталей в вакуумный затвор его выходное отверстие перекрыто сеткой 12.

Для эксплуатации установки в цеховых условиях необходимо было выбрать прибор, позволяющий задавать скорость подъёма температуры, выдерживать её в течение длительного времени и отключать нагреватели в заданное время. Таким прибором был выбран «Термодат -15», который с запасом по управляемой мощности мог удовлетворять требованиям технологического процесса.

Заключение. Технологические вакуумные установки 80-х годов изготовления могут быть модернизированы и после их переоснащения использоваться как в экспериментальных работах, так и для серийного производства изделий.

Разработка магнитоэлектрического течеискателя

Д.С. Глухих

195251, Санкт-Петербург, СПбГПУ, Политехническая, 29

E-mail: gds@vacuum.ru

В работе [1] было опубликовано сообщение о разработке магнитоэлектрического течеискателя, в котором использовался манометрический способ измерения утечек. Особенностью данного течеискания является применение селективной мембраны, пропускающей пробный газ, появление которого в полости магнитоэлектрического насоса приводит к увеличению регистрируемого эмиттерного тока.

Цель данной работы – продолжить работы, краткое содержание которых было изложено в работе [5], по созданию портативного магнитоэлектрического течеискателя с селективной мембраной для определения содержания гелия в газовых смесях, исследовать проницаемость по гелию различных материалов для применения их в качестве мембраны.

Задачи, решаемые для усовершенствования существующего макета магнитоэлектрического течеискателя, заключаются в: 1) оптимизации конструкции магнитоэлектрического насоса и вакуумного модуля; 2) исследовании зависимостей составляющих шума и дрейфа; 3) определении срока службы; 4) исследовании зависимостей скорости откачки от давления, ускоряющего напряжения магнитоэлектрического насоса; 5) исследовании зависимостей проводимости мембраны от температуры.

На первом этапе работ на базе установки, представленной на рис.1, была разработана и собрана новая малогабаритная конструкция течеискателя (рис.2).

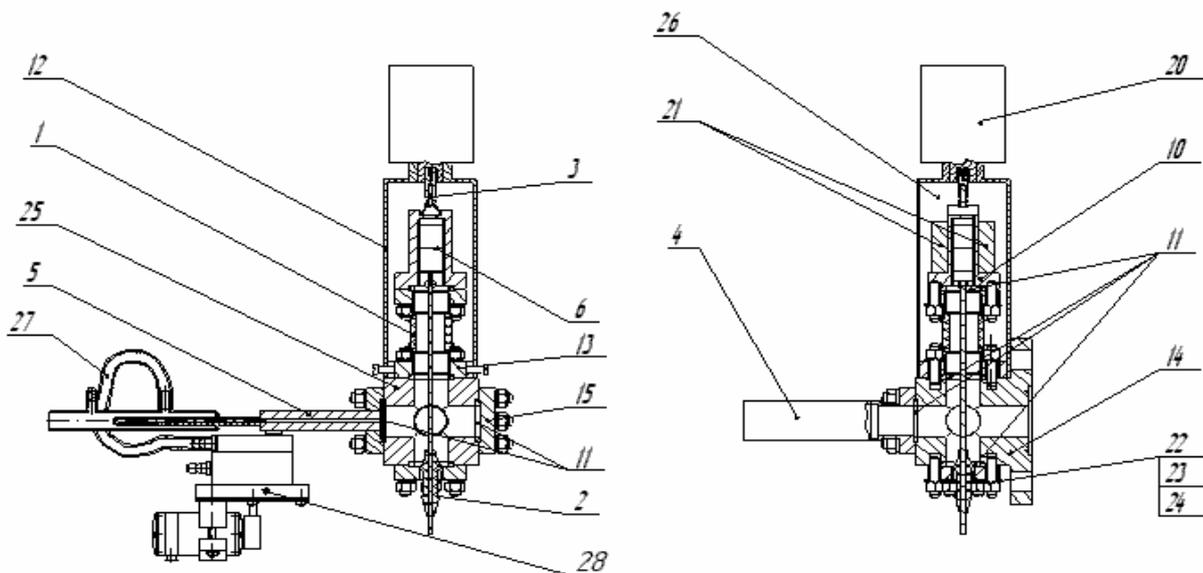


Рис 1. Вакуумный модуль: 1 – изолятор, 2 – высоковольтный изолятор, 3 – контакт, 4 – ПМИ-10, 5 – течь, 6 – анод, 10 – корпус насоса, 11 – прокладка, 12 – экран, 13 – кольцо, 14 – фланец клапан, 15 – заглушка, 20 – электрометрическая головка, 21 – магнит, 22 – шпилька, 23 – гайка, 24 – шайба, 25 – крестовина, 26 – нагреватель, 27 – патрубок, 28 – мембранный насос.

В качестве магниторазрядного насоса использован стандартный датчик ПММ-46, с подключенной к нему измерительной головкой. К электрометрической головке (поз. 6 на рис. 2) подключается микропроцессор, имеющий выход на ЭВМ через стандартный СОМ-порт. Микропроцессор позволяет вывести значение тока в цифровом виде и передать эту величину на ЭВМ для построения графиков временных зависимостей и расчета шума и дрейфа.

На следующем этапе работ будут определены следующие параметры модели:

- время реакции (время локализации течи);
- теоретическая и экспериментальная чувствительность течеискателя по парциальному давлению гелия в атмосфере или величине потока гелия в месте установки щупа, прокачивающего смесь воздуха и гелия к кварцевой мембране;
- срок службы течеискателя.

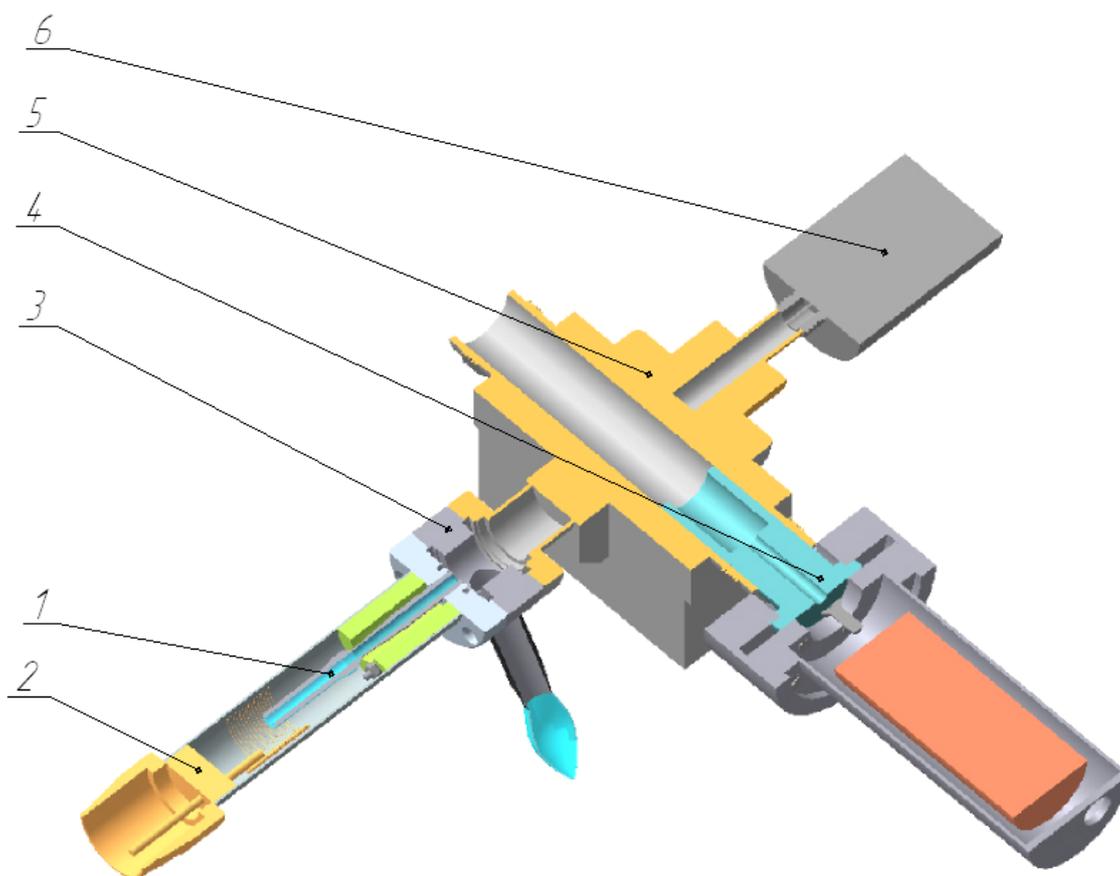


Рис.2 1 – кварцевая течь, 2 – печь для прогрева кварцевой течи, 3 – фланец для обезгаживания конструкции , 4 – высоковольтный источник питания, 5 – ПММ-46 (изображен упрощенно), 6 – электрометрическая головка

Эти параметры будут сопоставлены с соответствующими параметрами модели.

Литература:

1. J. Spies Ein neuartiges Helium-Lecksuchgerut hoher Empfinlichkeit, *Vakuum Technik*, 1966, 15, №8, 185-191
2. Востров Г.А., Большаков О.И. Проницаемость стекол для гелия, *ПТЭ*, №2, 1966

3. В. В. Голоскоков, В. Е. Кузьмина, Л. Е. Левина, В. В. Панюшкин, В. В. Пименов Магниторазрядный индикатор гелия. ПТЭ №1, стр. 175–178, 1973 г.
4. В. В. Пименов Рабочий ресурс магниторазрядного индикатора гелия ИНГЕМ–1, ПТЭ, №1, стр. 250–251, 1975 г.
5. Д. С. Глухих Разработка модели магниторазрядного течеискателя, «Вакуумная наука и техника» Материалы X научно-технической конференции, стр. 135-139, 2003 г.

Применение метода вероятностного моделирования к решению фундаментальных и прикладных задач

Ю.М. Печатников, М.А. Журавский, А.Шпарбер

Санкт-Петербург, ГПУ, Политехническая ул., д.29, E-mail: yiriy@mail.ru

Фундаментальные исследования физики газодинамических процессов в условиях вакуума всегда представляли значительный интерес. Физика потоков разреженного газа подробно изучена в молекулярном и вязкостном режиме [1, 2], однако только в настоящее время проведен качественный и количественный анализ при переходном течении при числах Кнудсена от 0,01 до 100 [3]. Этот анализ проведен благодаря применению целостных представлений о физике вакуума, моделированию потоков разреженного газа на мезоскопическом уровне [4] и вероятностному подходу к расчету стохастических процессов [5, 6]. В результате прояснена природа наблюдаемых газодинамических явлений [7].

Актуальны исследования физики среднего вакуума и для решения прикладных задач. Потребность в развитии методов вычисления проводимости при среднем и низком вакууме в первую очередь связана с разработкой и совершенствованием турбомолекулярных и двухроторных насосов, а так же возросшими требованиями к качеству проектирования вакуумных систем для робототехники, аналитического приборостроения и других отраслей промышленности, в которых технологические процессы проводятся при среднем вакууме.

Вопросы модификации основного уравнения вакуумной техники для расчета составных сложных соединительных трубопроводов и переходников обсуждены в [8]. В данном докладе представляются инженерные методы расчета проводимости, которые были применены к решению конкретных задач. Отметим, что свободный доступ к этим методам предоставлен из сети Internet на сайте Университетского вакуумного общества: "vacuum.ru".

Работа выполнена по грантам поддержки студентов Администрации г. С.Петербурга.

Литература

1. Livesey R.G. Foundations of Vacuum Science and Technology, New York: Wiley (edited by J.M.Lafferty), 1998, 213p.

2. Rozanov L.N. Vacuum Technic, London, New York: Taylor&Francis. 2002. 351p.

3. Печатников Ю.М. Анализ молекулярно-вязкостного течения разреженного газа в вакуумных системах // Научно-технические ведомости С.ПбГТУ. 2003, № 4.

4. Печатников Ю.М. Инженерно-физическая модель газовых потоков при среднем вакууме // Журнал техническая физика. 2003. Вып. 8. С. 40-45

5. Печатников Ю.М. Статистическое моделирование стационарного течения разреженного газа через вакуумную трубопроводную арматуру при молекулярно-вязкостном режиме // Инженерно-физический журнал, 1992. №. 6. С. 673-676

6. Печатников Ю.М. Вероятностная модель и метод моделирования газовых потоков через вакуумные элементы при молекулярно-вязкостном режиме // Инженерная физика. 2003. №2.

7. Печатников Ю.М. Физические явления и процессы переходного течения разреженного газа // Прикладная физика. 2004. № 2

8. Печатников Ю.М. К вопросу модификации основного уравнения вакуумной техники // Вакуумная наука и техника: докл. к науч. техн. конф. МИЭМ. 2003.

Адсорбционный вакуумный насос для начальной откачки высоковакуумных камер

С.А. Антохина, В.В. Гаевский, В.Е. Сказываев
(СПбГПУ, 195251, С.-Петербург, ул. Политехническая, 29)
В.Н. Монахов (ВНИИЭП, г. Гатчина, Лен. обл.)

В настоящее время двумя российскими фирмами выпускаются установки «безмасляной» откачки на базе хорошо зарекомендовавшего себя адсорбционного вакуумного насоса НКСФА, использующего в качестве сорбента активированный уголь и охлаждаемого жидким азотом. Установки предназначены для многократной откачки относительно небольших (до 10 дм³) объёмов высоковакуумных установок. Цель откачки - достижение в рабочей камере «безмасляного» вакуума $\sim 5 \times 10^{-1}$ Па, для запуска высоковакуумного электрофизического насоса.

В настоящей работе исследованы некоторые рабочие характеристики модернизированного адсорбционного насоса НКСФА – «М».

Даны рекомендации по использованию насоса НКСФА – «М» в качестве первой ступени адсорбционных установок «безмасляной» откачки высоковакуумных камер, объёмом до 800 дм³. Показано, что в качестве первой ступени откачки насос НКСФА – «М» может заменить собой два работающих совместно насоса НКСФА – «О», что представляется экономически целесообразным.

Использование лазерной импульсной шовной заварки генераторных ламп в металлокерамическом исполнении

В.С. Прилуцкий, А.М. Турбин, А.П. Шелемов

Одним из основных условий высокой надежности и долговечности генераторных и модуляторных ламп в металлокерамической оболочке является вакуумная плотность и устойчивость к термоциклам их заварочных швов – швов финишной герметизации перед откачкой.

Эта проблема наиболее актуальна для приборов малой и средней мощности, габаритные размеры которых не позволяют создать достаточных расстояний и тепловых сопротивлений между зоной заварки и металлокерамическими спаями, наиболее чувствительными к термическим воздействиям при заварке.

Типовыми конструкциями заварочных швов такого класса приборов являются соединения сформированные из тонких жестких мембран из ферроникелевых сплавов близких по коэффициенту термического расширения к керамике 94ВК-1, таких как 42НА-ВИ или 29НК-ВИ.

Соединение таких конструкций (рис.1) производится по кромке (торцу) цилиндрических отбортовок мембран различными методами. Так за рубежом наиболее широко применяется высокочастотная пайка кромок, затрудняющая возможность последующей реставрации и требующая высокой квалификации персонала. В нашей стране широкое применение получили аргодуговая и микроплазменная сварки.

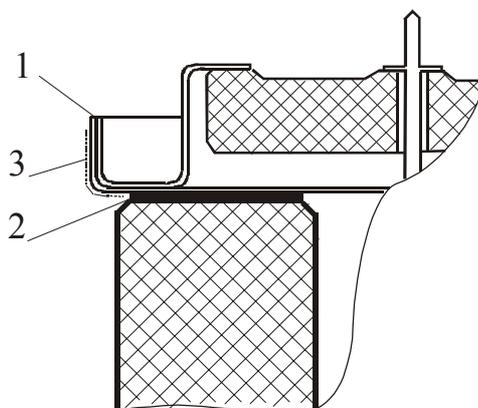


Рис.1 Конструкция сварочного шва 1 – сварочный шов, 2 – металло-керамический спай, 3 – растекание припоя.

На нашем предприятии впервые была применена импульсная лазерная шовная заварка на твердотельном гранатовом лазере «Квант 15».

Кроме вакуумной плотности к сварочному шву предъявляются требования отсутствия наплывов металла на боковых поверхностях и неизменности геометрии около шовной зоны (отсутствие «утяжки» шва). Эти требования обусловлены контактированием прибора с аппаратурой по боковым поверхностям свариваемых элементов.

Упомянутые условия и наличие растекания припоя на поверхностях прилегающих к зоне шва существенно ограничивают спектр применяемых способов сварки. Так аргонодуговая сварка, применявшаяся ранее, даже при использовании импульсных источников, не могла обеспечить стабильного качества и приводила к 20% отхода по потере герметичности и нарушению конфигурации шва. Нарушение вакуумной плотности, как правило вызывалось попаданием в шов серебра, вследствие чего расплав в сварной ванне вскипал, шов приобретал пористость и терял герметичность.

Специальные методы химической полировки деталей [1] позволили снизить растекание припоя и поднять процент выхода вакуум-плотных изделий до 95%, однако «утяжка» шва после сварки заставила искать другой метод соединения.

Использование электронно-лучевой сварки на специализированной установке А-30616 улучшило ситуацию, но низкая производительность метода и высокая стоимость обслуживания вакуумных систем заставили обратиться к методу лазерной сварки.

Лазерная точечная сварка позволяет получить максимально возможное вложение тепла в единицу времени и соответственно позволяет получить наименьшую деформацию шва [2].

Наиболее подходящим для сварки кромочных соединений материалов толщиной 0,5 мм оказалась установка точечной шовной сварки «Квант 15». Её параметры позволили при энергии 12-15 Дж и частоте ~ 10 Гц обеспечить качественный сварной шов с глубиной

проплавления 0,5 мм. Сварной шов образовывался перекрытием отдельных точек на $1/3$ диаметра точки (рис.2). Такое перекрытие обеспечивает приемлемую производительность при стабильном качестве сварки.

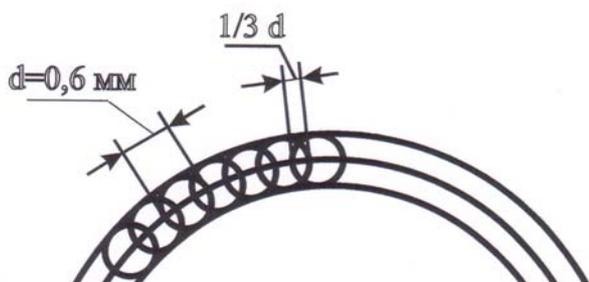


Рис.2 Схема сварочного шва.

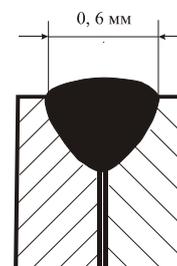


Рис.3 Сечение сварочного шва.

Для снижения пористости шва в зону соединения производился поддув гелия [3].

Сечение полученного шва (рис.3) показывает, что зона шва гарантированно не выходит за границы кромок торца соединяемых деталей, и исключаются наплывы на боковые поверхности. Кроме того, острые кромки торцов деталей являются дополнительной преградой растекающемуся серебру и препятствуют попаданию его в сварной шов.

Лазерная сварка производится с поддувом гелия, что в большой степени способствует сохранению стабильности материала и его химического состава в сравнении с исходным материалом.

В соответствии с рекомендациями специалистов СПбГПТУ [4] фокусировка луча производится на 1 мм выше плоскости сварки, что способствует уменьшению несплошности в корне шва.

Однако даже оптимально выбранные технологические режимы сварки не смогли решить всех проблем внедрения процесса лазерной сварки. Вторым, и как оказалось наиболее сложным аспектом проблемы, оказалось инструментальное оснащение, позволяющее минимизировать зазоры между соединяемыми деталями и позиционировать их под лазерный луч.

Зазор под лазерную сварку деталей таких толщин не должен превышать 0,05 мм, это означает, что детали должны быть изготовлены достаточно точно и их геометрия не должна быть нарушена в процессе пайки с керамикой. Последнее условие практически не выполнимо, вследствие чего узлы перед сваркой подвергаются холодной растяжке цанговым приспособлением. Наружная деталь фиксируется обоймой, а внутренняя подтягивается к ней цангой до получения нулевого зазора. Подготовленные таким образом пары поступают на сварку.

Позиционирование собранного под сварку изделия также представляет большую проблему. Прибор в целом имеет конструкцию, состоящую из соединенных по вертикали цилиндрических элементов, оси которых могут не совпадать из-за сочетания допусков и некоторой свободы паечных оправок (рис.4). Так смещение диаметра, на котором производится сварка, и базового диаметра, на котором можно обеспечить вращение прибора, может достигать 1 мм, что совершенно не приемлемо для лазерной сварки.

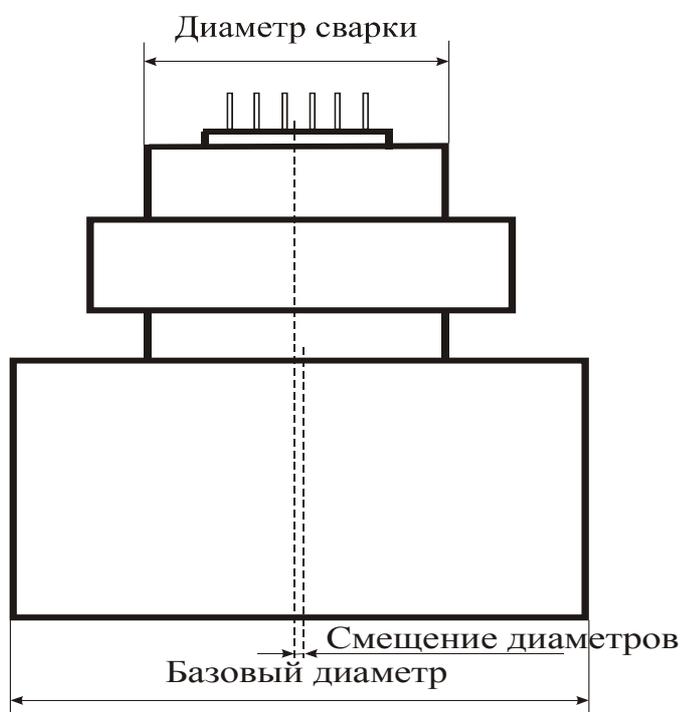


Рис.4 Типовая конструкция прибора.

Исходя из изложенного, был сконструирован привод, основой которого являлась платформа на плоской шариковой опоре, на которой устанавливался свариваемый прибор. Вращение сварочного шва и позиционирование под луч осуществлялось фрикционным приводом с поджимом цилиндрической поверхности свариваемых деталей к направляющим роликам, между которыми и производилась сварка. Схема привода приведена на рис.5.

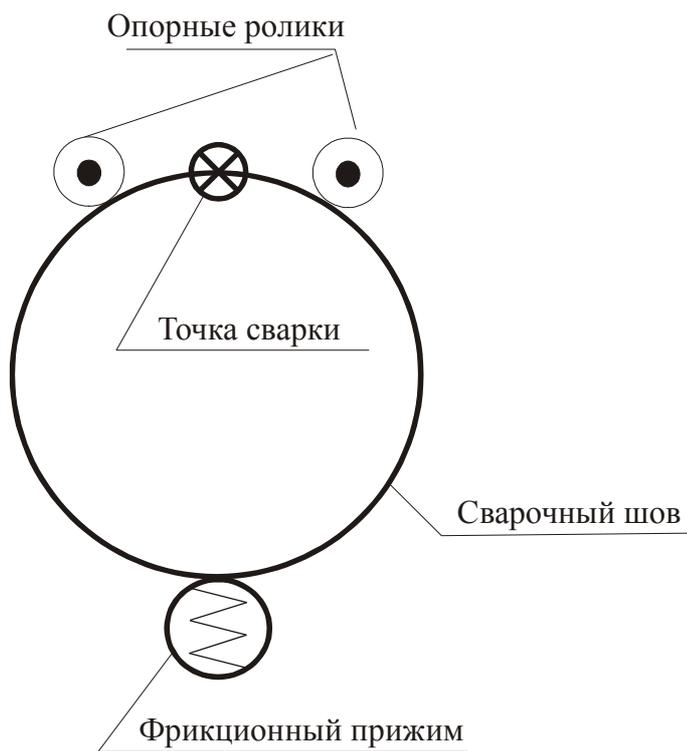


Рис.5 Схема фрикционного привода и позиционирования сварочного шва под луч лазера.

Приведенная конструкция привода позволяет не только производить базирование непосредственно под лазерный луч окружности сварного шва, но и компенсировать ее эллипсность.

Описанная технология лазерной шовной сварки позволила устойчиво выпускать массовые типы генераторных ламп средней мощности, практически исключив потери при заварке и обеспечив высокое качество сварных швов.

Литература

1. Ливенцева И.Ф., Прилуцкий В.С., Радченко Л.А. Методы химической очистки деталей ЭВП и её интенсификация ультразвуковыми колебаниями. //Обзоры по электронной технике. Сер.4. Электровакуумные и газоразрядные приборы. 1991. Вып.1(1607).48с.
2. Гоголев Г.П., Прилуцкий В.С., Радченко Л.А. Процесс деградации сварных соединений элементов электровакуумных приборов. //Электронная техника. Сер.4. Электровакуумные и газоразрядные приборы. 1989. Вып.2(125)юбилейный.С.62-65.
3. В.В. Ковалев, А.В. Сурков, Г.А. Баранов, А.В. Астахов. Применение активных газов в качестве защитной среды при лазерной сварке.//Использование высококонцентрированных источников энергии в сварочном производстве. ЛДНТП. Л. 1983. С.23-27.
4. В.В. Башенко, С.Г. Горный, В.А. Лопота, Е.А. Миткевич. О формировании сварного шва при сварке непрерывным лучом CO₂-лазера.//Использование высококонцентрированных источников энергии в сварочном производстве. ЛДНТП. Л. 1983. С.7 -15.

Определение причин повышения давления в вакуумной системе в процессе откачки электровакуумных приборов

Корепин Г.Ф., Полевич А.И.

ФГУП "НПП "Исток", г. Фрязино Московской обл.,
ул Вокзальная, д.2^а, тел. 8(095) 465-88-28.

Известно, что водород, применяемый в качестве буферного газа при откачке электровакуумных приборов (ЭВП), благоприятно сказывается на результатах процесса откачки [1]. Считается, что образование восстановительной среды остаточных газов, в частности водорода, в отпаянных ЭВП обязано применению потока водорода.

Анализ откачанных приборов показал, что среднее давление остаточных газов в отпаянных ЭВП составляет $(1-3) \cdot 10^{-5}$ Па (оценка давления проводилась по броску тока магнитного электроразрядного насоса в момент его включения).

В процессе откачки таких приборов перед их отпайкой давление в вакуумной системе, измеренное по показаниям вакуумметра ВМБ-8, колеблется от 10^{-6} до $5 \cdot 10^{-5}$ Па. Величина этого давления всегда больше, если обезгаживание прибора проводится с применением потока водорода, чем без него (при прочих равных условиях откачки).

Следует заметить, что после откачки с потоком водорода проводилось обычное термическое обезгаживание без потока водорода. С целью изучения процессов, происходящих при разных способах откачки, были проведены измерения спектра газов в откачном посту. Установлено, что давление водорода в вакуумной системе зависит от продолжительности и величины потока водорода в процессе откачки и обезгаживания. При этом парциальное давление водорода в 5 – 100 раз выше, чем при обезгаживании без потока водорода.

Экспериментально установлено, что давление водорода в вакуумной системе перед отпайкой прибора определяется:

- 1) величиной вредного пространства форвакуумного насоса,

- 2) составом масла форвакуумного насоса,
- 3) зависимостью коэффициента компрессии форвакуумного насоса по водороду от режима подачи потока этого газа.

Динамика коэффициента компрессии по водороду зависит от давления и продолжительности подачи потока водорода, применяемого в качестве буферного газа в процессе откачки и обезгаживания прибора, а также степени физического износа форвакуумного насоса, но не зависит (в пределах точности измерений давлений) от работы высоковакуумного турбомолекулярного насоса.

Типичная зависимость давления в вакуумной системе перед отпайкой прибора после его термического обезгаживания на рис.1.

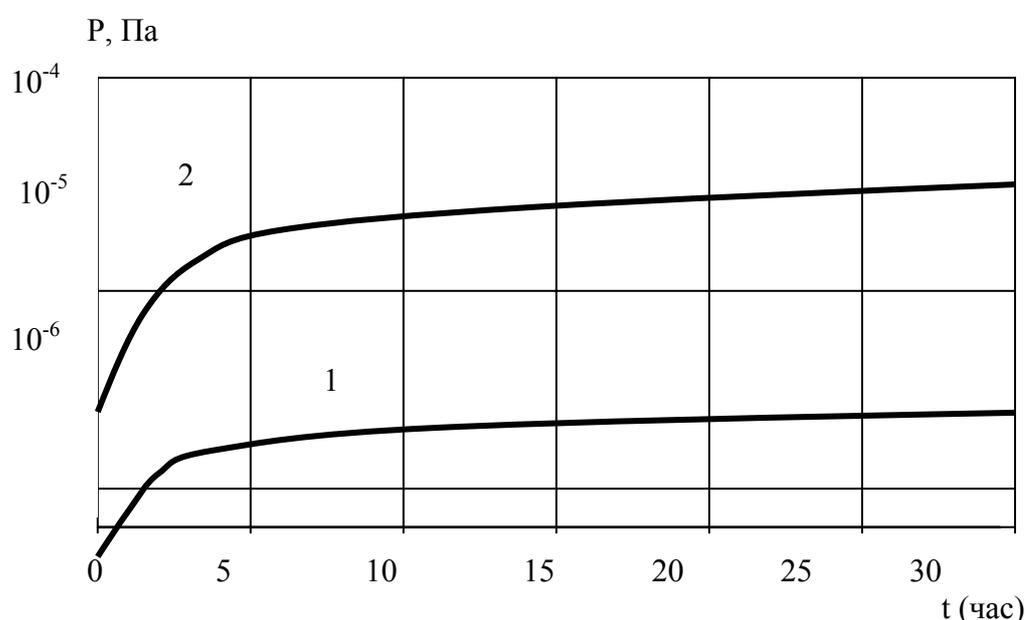


Рис.1. Зависимость изменения давления в вакуумной системе откачного поста перед отпайкой прибора от времени обезгаживания и откачки прибора с потоком водорода: 1 – новый форвакуумный насос, 2 – изношенный форвакуумный

Результаты исследований, подобные рис.1, могут быть использованы в технологических целях и для диагностики откачного оборудования.

Литература

1. А.Я.Сытник, Газовыделение и активировка металлопористого катода в условиях откачки электровакуумного прибора, серия 1, Электроника СВЧ, 1980, вып. 12, с. 27-30.

Секция № 3

Вакуумные технологии

Председатель: Г. Л. Саксаганский, Секретарь: А. Л. Карпов

Определение скорости плазменного потока с помощью одиначного цилиндрического зонда

В.Г. Кузнецов

Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург, Россия

Одним из основных параметров, определяющим свойства покрытий, сформированных из ускоренных потоков металлической плазмы, является скорость плазменного потока. Наиболее простым и доступным методом ее определения является зондовая диагностика. Главная проблема при использовании зондовой диагностики состоит в определении приемной поверхности зонда с учетом специфики его обтекания потоком плазмы. Для плоских зондов приемной поверхностью является полная поверхность зонда. В этом случае [1] направленную скорость потока можно определить из отношения тока ионов, поступающих на параллельную и перпендикулярную оси потока поверхности зонда. Однако, эта ориентация не всегда известна с достаточной точностью. Кроме того, использование двух взаимно ортогональных поверхностей усложняет диагностическую систему.

Отмеченных недостатков можно избежать при использовании одиначного цилиндрического зонда. В силу осевой симметрии результаты измерений не зависят от ориентации потока относительно зонда, если вектор его скорости ортогонален оси зонда.

В [2] отмечается, что при обтекании преграды сверхзвуковым потоком плазмы за преградой (рис. 1) образуется свободный от плазмы конус. Угол при вершине этого конуса 2α , причем

$$\operatorname{tg}\alpha \approx \frac{v_{is}}{v_{пл}}, \quad (1)$$

где $v_{is} = \sqrt{\frac{kT_e}{m_i}}$ - ионно-звуковая скорость (T_e - температура электронов, m_i - масса иона), $v_{пл}$ - скорость плазменного потока.

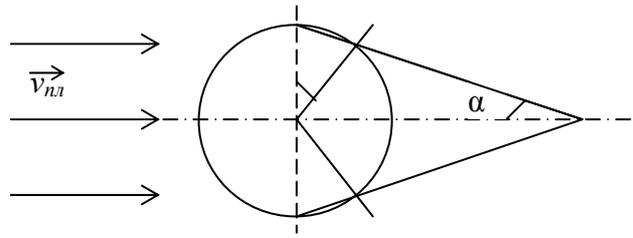


Рис. 1. Цилиндрический зонд в потоке плазмы.

Анализ показывает [3], что для потоков металлической плазмы вакуумно-дуговых испарителей конус обеспечивает контакт зонда с набегающим на него потоком, определяемый приблизительно половиной боковой поверхности зонда.

Информация о величине скорости потока плазмы может быть получена из ионной ветви зондовой характеристики. В [3] показано, что эффективной приемной поверхностью зонда для ионов является поверхность, определяемая как произведение диаметра зонда D_3 на его длину L_3 . Следовательно

$$v_{nl} = \frac{I_3 - D_3 L_3 0,3 \pi e n_e v_{is}}{D_3 L_3 e n_e} \quad (2)$$

где, I_3 – полный ионный ток насыщения на зонд; e – заряд электрона; n_e – концентрация электронов в плазменном потоке.

В действительности бомовский ток необходимо рассчитывать с учетом дополнительной площади зонда, на которую этот ток поступает т.е.

$$I_{\bar{o}} = 0,6 e n v_{is} S_{\phi} \quad (3)$$

Для ориентировочной оценки ошибки, возникающей при расчетах по формуле (2), примем, что в пределах угла α на зонд приходит бомовский ток ионов. Следовательно,

$$S_{\phi} = \frac{1}{2} \pi D_3 L_3 + \frac{1}{2} \pi D_3 L_3 \frac{2\alpha}{\pi} = \frac{1}{2} \pi D_3 L_3 \left(1 + \frac{2}{\pi} \operatorname{arctg} \frac{v_{is}}{v_{nl}}\right)$$

С учетом этого выражение (2) примет вид

$$v_{nl} = \frac{I_3 - 0,6 e n_e v_{is} \pi D_3 L_3 \left(0,5 + \frac{1}{\pi} \operatorname{arctg} \frac{v_{is}}{v_{nl}}\right)}{D_3 L_3 e n_e} \quad (4)$$

Разница между этим выражением и выражением (2) будет

$$\delta v_{nl} = 0,6 v_{is} \operatorname{arctg} \frac{v_{is}}{v_{nl}} \quad (5)$$

Расчеты показывают, что для практически реализуемых соотношений

$\left(\frac{v_{is}}{v_{nl}} \leq \frac{1}{4}\right)$ эта погрешность незначительна. Можно считать, что боровский

ток поступает на поверхность $0,5\pi D_3 L_3$ и вполне допустимо использование для расчетов скорости плазменного потока формулы (2).

ЛИТЕРАТУРА

1. Кирюшко В.И., Подгорный В.А., Федотенко В.А. Методика измерения скорости расходящегося плазменного потока // Источники и ускорители плазмы.- Хорьков: ХАИ.- 1983.- Вып. 7.- С. 115-118.
2. Анисимов С.И., Медведев Ю.В., Питаевский Л.П. Неустойчивость и турбулентность плазмы в следе за быстро движущимся телом: Доклады АН СССР.- 1979.- Т. 241.- С. 563.
3. И.С. Абрамов, В.Г. Кузнецов, А.А. Лисенков. Определение скорости направленного движения заряженных частиц в плазме// Электронные приборы: Сб. научн. тр./ РРТИ.- Рязань. - 1988.- С. 67-70.

Комплекс аппаратуры для прецизионного сверхлокального и послойного ионно-лучевого и ионно-химического препарирования сложных гетерогенных объектов

Лучинин В.В.* , Сазанов А.П.* , Савенко А.Ю.* ,
Тагаченков А.М.* , Шкловер В.Я.**

*Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ». 197376, Россия, Санкт-Петербург, ул. Проф. Попова, д.5, cmid@eltech.ru

**Системы для микроскопии и анализа
119333, Россия, Москва, Ленинский пр., д.59, shklover@microscop.ru

Представлены результаты практического использования зарубежного и отечественного комплексов сверхлокального и избирательного послойного 3D препарирования сложных многослойных микро- и наноразмерных гетерогенных объектов микроэлектроники, микросистемной техники и машиностроения.

Для реализации «глубинного» локального и избирательного локального травления применен комплекс компании FEI- "STRATA FIB-205" (рис.1), установленный в Центре микротехнологии и диагностики Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета (СПбГЭТУ). Комплекс позволяет реализовать:

- «жесткий» режим ионного фрезерования остросфокусированным пучком с ускоряющим напряжением 30 кВ;
- «мягкий» режим избирательного локального ионно-стимулированного травления с использованием газообразных сред;
- наблюдение в режиме "in situ" процесса травления с высоким пространственным разрешением, обеспечиваемого работой комплекса как электронного или ионного сканирующего микроскопа.

Для реализации «тотального» послойного избирательного травления применен комплекс ионно-плазменного препарирования (рис.2),

разработанный в Центре микротехнологии и диагностики СПбГЭТУ. Комплекс позволяет осуществлять:

- прецизионное послойное ионно-химическое избирательное травление гетерогенных объектов с элементами неорганической и органической природы;

- текущий "in situ" спектрально-интерферометрический контроль процесса послойного избирательного травления материала, включая: определение контрольных точек начала и завершения процесса удаления слоя, скорости его травления и толщины;

- текущий "in situ" оптический микроскопический визуальный контроль поверхности образца с постадийной цифровой записью изображения.

Практика эксплуатации комплексов показала эффективность их совместного применения для локального и тотального препарирования сложных гетерогенных объектов, включая:

- интегральные схемы с многоуровневой системой коммутации и топологическими нормами на уровне 0,1-0,2 мкм;

- микро- и наноразмерные объекты микросистемной техники: многослойные мембраны, струны, матрицы острий на основе алмазоподобного материала карбида кремния;

- инструмент для механообработки с комбинированным упрочнением поверхности ионной имплантацией и нанесением покрытий из тугоплавких нитридов и карбидов.



Рис. 1



Рис.2

Применение несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления для ионного азотирования

В. Т. Барченко, В. А. Коваленко, К. В. Павлов
Санкт-Петербургский государственный электротехнический
университет «ЛЭТИ»

Процессы азотирования металлов и сплавов находят широкое применение как метод улучшения характеристик конструкционных материалов. Одним из возможных и наиболее перспективных методов азотирования является ионно-плазменная обработка в несамостоятельном тлеющем разряде. Этот способ обработки материалов позволяет создавать азотированные слои с аномально большой толщиной (~100 мкм и более) и высокими прочностными показателями. Например в случае стали Р6М5 микротвердость достигает величин ~1500 HV против 500 HV в необработанном материале. В то же время механизм образования аномально толстых слоев в настоящее время еще не нашел однозначного объяснения

В представленной работе на примере некоторых марок сталей проводится исследование особенностей формирования азотированных слоев в несамостоятельном тлеющем разряде и их (азотированных слоев) свойств. В качестве образцов для исследований использовались стали ЭИ481, 38Х2МЮА, 08Х18Н10Т, 40Х и сплав ВТ-3М.

Азотирование в несамостоятельном тлеющем разряде проводилось на специальном модуле, созданном на базе установки АИРЗ. Остаточное давление в рабочей камере составляло не хуже $3 \cdot 10^{-6}$ Торр. При работе в режиме несамостоятельного разряда напускался азот марки ОСЧ до давления $1-3 \cdot 10^{-3}$ Торр. Отметим, что конструкция модуля позволяет проводить ионно-плазменную очистку деталей, а так же осуществлять процесс азотирования в режиме самостоятельного и несамостоятельного разряда. Температура образцов при азотировании поддерживалась в диапазоне 400-600°C.

Исследование трибологических свойств образцов проводилось на установках: Р5 (на разрыв образцы диаметром 5мм, 6мм), EU-40 (на разрыв образцы диаметром 10мм и на сжатие и изгиб), 2123КМК-03 (на ударную вязкость). Поверхностная микротвердость измерялась на установках Виккерса – (типа ТП-1). Микротвердость измерялась прибором – ПМТ-3. Фрактографическое исследование изломов проводилось на сканирующем электронном микроскопе SEM-535 (Philips, Нидерланды). Металлографическое исследование проводилось с помощью оптических микроскопов МИМ-8 и Neophot-21. Исследование триботехнических свойств проводилось на установке пяточного трения ЛПИ-2 ЦНИИ КМ “Прометей”.

В работе изучено влияние таких параметров процесса, как давление азота, время экспозиции, температура обрабатываемой поверхности на характеристики модифицированного слоя: глубина упрочненного слоя, распределение фаз по глубине, распределение микротвердости по глубине, изменение исходной шероховатости поверхности в процессе азотирования. В частности, показано, что толщина модифицированного слоя растет пропорционально времени экспозиции образца в плазме. Увеличение температуры образца так же приводит к росту скорости процесса азотирования. Сравнение результатов экспериментов в режимах самостоятельного и несамостоятельного разрядов показывает, что плазменный технологический параметр возрастает более чем в 100 раз.

Планарные технологические источники и вакуумные установки на их основе

Г.Э.Лукьянович, А.М.Мазуркевич, В.В.Ходасевич.

Белорусский государственный университет,
Белоруссия, 220080, Минск, ул. Ф.Скорины 4

Рассмотрены вопросы разработки, изготовления планарных технологических источников, электродуговых, магнетронных, ионных.

Установлено, что применение таких источников позволяет решать вопросы повышения производительности вакуумных установок, получать покрытия с высокими физико-механическими свойствами.

Рассматриваются модели вакуумных установок с применением планарных технологических источников плазмы.

Применение интерференционных покрытий в автомобилестроении

И.А.Коледа, А.И.Лобач, А.М.Мазуркевич, Г.Э.Лукьянович,
В.В.Подлещук

Белорусский государственный университет,
Белоруссия, 220080, Минск, ул. Ф.Скорины 4

Получена новая технология нанесения интерференционных покрытий на галогенные автомобильные лампы. Покрытие имеет разные цветовые оттенки.

Установлено, что галогенные лампы с интерференционными покрытиями имеют максимум пропускания светового потока (500-550 нм).

Рассматриваются возможные варианты практического применения таких ламп.

РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЕ И МЕССБАУЭРОВСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ
СТРУКТУРНЫХ ПЕРЕХОДОВ В АМОРФНЫХ СПЛАВАХ $\text{Fe}_{78}\text{Si}_{18}\text{B}_{1,5}\text{P}_{2,5}$ и
 $\text{Fe}_{88}\text{Cu}_{0,75}\text{Nb}_3(\text{SiB})_{8,25}$ ПРИ ЭЛЕКТРИЧЕСКОМ ОТЖИГЕ В ВАКУУМЕ

Назипов Р.А., Пятаев А.В., Зюзин Н.А., Митин А.В.*, Храмов А.С.

Казанский государственный университет

* Казанский государственный технологический университет

E-mail: rusnazipov@hitv.ru

Аморфные металлические сплавы в виде лент или проволок, получаемые с помощью сверхбыстрой закалки, обладают особыми физическими свойствами по сравнению с обычными поликристаллическими и кристаллическими металлическими материалами. Среди аморфных металлических сплавов, в приложении к электротехнике, особенно выделяются аморфные сплавы на основе железа с коэрцитивной силой десятые и сотые доли эрстед [1]. Известно, что при контролируемой кристаллизации этого типа сплавов возможно образование нанокристаллического материала – в аморфной матрице образуются беспорядочно ориентированные кристаллические включения, и имеющие линейные размеры порядка 100-500 Å. Такая структура обладает высоким значением магнитной проницаемости (до 10^6) и в то же время очень малой коэрцитивной силой и применяется, например, для магнитопроводов с малым уровнем потерь на средних частотах.

Наиболее удобным и достаточно простым способом, применяемым для управляемой кристаллизации аморфных сплавов, считается нагрев за счет Джоулева тепла пропуская ток через аморфный сплав в виде ленты или проволоки [2]. Такой нагрев необходимо проводить в вакууме или в атмосфере инертного газа, чтобы исключить взаимодействие с воздухом. Причем нагрев в вакууме имеет преимущество перед нагревом в инертном газе, поскольку так легче установить точную температуру образца. Нами были исследованы два аморфных сплава, с химическим составом $\text{Fe}_{78}\text{Si}_{18}\text{B}_{1,5}\text{P}_{2,5}$ и $\text{Fe}_{88}\text{Cu}_{0,75}\text{Nb}_3(\text{SiB})_{8,25}$.

Созданная на базе вакуумного поста ВУП-4 экспериментальная установка представлена на рис. 1.

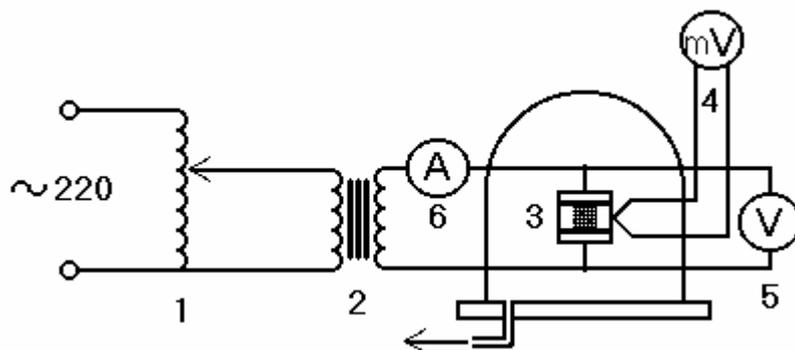


Рис. 1 Схематичное изображение установки для электрического отжига в вакууме.

Установка состоит из следующих блоков: система нагрева – ЛАТР (1), понижающий трансформатор (2), держатель образца с медными зажимами-контактами (3); система контроля – термопарный измеритель температуры (хромель-алюмель) (4), вольтметр переменного тока (5), амперметр переменного тока (6).

Держатель образца представлял собой прямоугольную пластину из алюминиевого сплава. На пластине крепились медные электрические зажимы, расстояние между которыми было 30 мм, изолированные с одной стороны керамическими шайбами, а с другой слюдяными пластинками. Поверхность электрических зажимов, для улучшения электрического контакта с образцом, была тщательно отшлифована. Образец-лента плотно зажимался между двумя контактами при помощи болтов. Ток с понижающего трансформатора подавался непосредственно через высоковакуумный разъем камеры на электрические контакты с образцом.

Для контроля температуры образца производились измерения зеркальным гальванометром термо-эдс с хромель-алюмелевой термопары, спай которой был изолирован с помощью слюдяной пленки и находился тепловом контакте с поверхностью ленты.

Все операции по нагреву и охлаждению образцов проводились в вакууме, при давлении в пределах от 9×10^{-5} до 3×10^{-5} мм рт. ст. Как правило, наименьшее давление было к концу нагрева.

Установка обеспечивала нагрев тонких лент (толщиной 20-30 мкм) токами до 10 А вплоть до плавления. Падение напряжения на образце при таких токах не превышало значений 1,5 В. Для определения диапазона возможных температур отжига и времени необходимого для установления равновесной температуры была получена зависимость температуры образца от приложенного тока. На рис. 2 приведена экспериментальная зависимость температуры образца сплава состава $Fe_{78}Si_{18}B_{1,5}P_{2,5}$ от тока отжига.

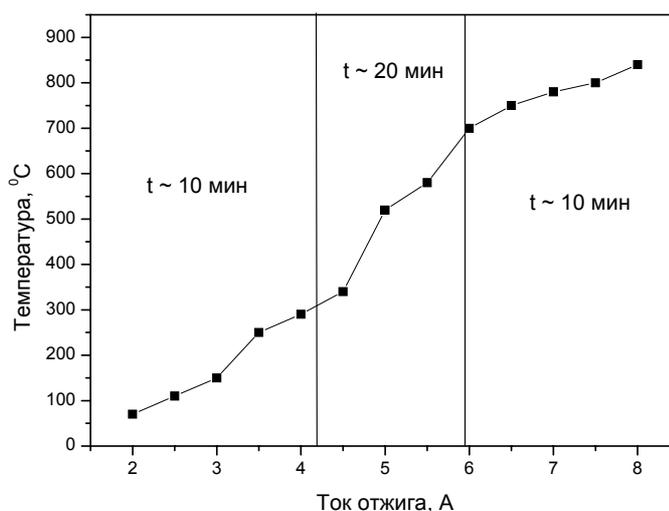


Рис. 2 Экспериментальная зависимость температуры аморфного сплава $Fe_{78}Si_{18}B_{1,5}P_{2,5}$ от тока отжига. t – время установления постоянной температуры образца.

Из графика видно, что в области токов 4,2 А÷6 А, происходит значительное увеличение времени установления равновесной температуры. Это увеличение вполне увязывается со структурными превращениями протекающими в сплаве в области температур 300÷700°С. Из графика также видно, что время отжига в 30 минут вполне достаточно для установления постоянной температуры. Поскольку контроль температуры не всегда удавалось проводить с удовлетворительной точностью, то в дальнейшем режимы отжига подбирались по протекающему через образец току. Для этого, с помощью калибровочных кривых (подобных рис. 2), определялись

области соответствия температуры отжига протекающему току. Кроме того, зная сопротивление образца, время отжига и ток, проще оценить энергию полученную образцом вследствие нагрева.

Рентгенофазовый анализ проводился на дифрактометре ДРОН-2.0, на излучении $\text{Co}(K_\alpha)$.

На рентгенограмме обоих сплавов в исходном состоянии было видно только диффузное гало соответствующее аморфному состоянию твердого раствора $\alpha\text{-Fe}$. Дифракционный максимум этого рентгеноаморфного гало в обоих случаях находился в окрестности угла $2\Theta=52^\circ$. Отжиг тока в 2,5 А вызывал снятие микроискажений аморфного сплава – дифракционный максимум смещался в область углов $2\Theta=52,8^\circ$, при этом происходило некоторое уменьшение его ширины.

Увеличение тока отжига до 3,75 А в сплаве $\text{Fe}_{78}\text{Si}_{18}\text{B}_{1,5}\text{P}_{2,5}$ приводил к появлению узких дифракционных линий твердого раствора $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$, что говорит о структурном переходе от аморфного состояния к кристаллическому. Кроме фазы твердого раствора были хорошо видны наиболее интенсивные дифракционные максимумы относящиеся к Fe_2B . При дальнейшем увеличении тока отжига появлялись дополнительные дифракционные пики, которые можно объяснить зарождением новых фаз вследствие химических реакций ($\text{Fe}_3(\text{B,Si})$, $\text{Fe}_2(\text{B,Si})$).

С дальнейшим повышением тока отжига, качественных изменений на дифрактограммах не наблюдалось, за исключением некоторого уменьшения параметра решетки раствора $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ от $a=2,85\pm 0,02 \text{ \AA}$ ($I=3,75 \text{ A}$) до $a=2,83\pm 0,02 \text{ \AA}$ ($I=6 \text{ A}$).

FINEMET-подобный сплав состава $\text{Fe}_{88}\text{Cu}_{0,75}\text{Nb}_3(\text{SiB})_{8,25}$, по данным рентгеновской дифракции, имел два структурных перехода. Первый структурный переход наблюдался при токе отжига 3,5 А. На дифрактограмме присутствовали уширенные линии только твердого раствора $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$, соответствующие, по нашему мнению, нанокристаллической фазе. При более высоких значениях нагревающего тока ($I \geq 6 \text{ A}$) появляются новые фазы, в частности, $\text{Fe}_2(\text{B,Si})$. Происходит также сужение дифракционных линий $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$, что говорит о кристаллизации образца и об увеличении размеров кристаллитов до

1500 Å и более. В табл. 1 представлены данные о структуре получающиеся при разных токах отжига.

Таблица 1

Сплав Fe ₇₈ Si ₁₈ B _{1,5} P _{2,5} , время отжига 30 мин, ширина ленты 13 мм		Сплав Fe ₈₈ Cu _{0,75} Nb ₃ (SiB) _{8,25} , время отжига 30 мин, ширина ленты 10 мм	
Ток отжига, А	Структура	Ток отжига, А	Структура
0	аморфная	0	аморфная
2,5	Перестроенная аморфная	2,5 ÷ 3	перестроенная аморфная
>3,75	кристаллическая	3,5 ÷ 5,5	нано-кристаллическая
		>6	кристаллическая

Для вычисления размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) был применен метод Селякова-Шеррера [3]. Этот метод расчета ОКР заключается в вычислении их размеров D через физическое уширение линии β [3,4]:

$$\beta = \frac{0,94\lambda}{D \cos \Theta}$$

Физическое уширение в свою очередь определяется как разность между шириной линии исследуемого образца B и эталона b :

$$\beta \approx B - b$$

В качестве эталонного образца был взят образец отожженный в течение 1 часа при температуре 900°C.

Дифрактограммы исходных аморфных образцов неизменно показывали диффузное гало, соответствующее ближнему порядку расположения атомов α -Fe в направлении (110). По произведенным подсчетам размеры ОКР соответствуют ~18 Å. Понятно, что при таких размерах ОКР, которые соответствуют примерно упорядоченным комплексам в 5-7 постоянной решетки α -Fe, говорить об отдельных кристаллитах не корректно.

В случае сплава $\text{Fe}_{78}\text{Si}_{18}\text{B}_{1,5}\text{P}_{2,5}$, при токах отжига больше 3,75 А размер ОКР был $\geq 1500 \text{ \AA}$, то есть образец становился поликристаллическим.

Интересные результаты были получены при исследовании нанокристаллического сплава $\text{Fe}_{88}\text{Cu}_{0,75}\text{Nb}_3(\text{SiB})_{8,25}$. Было установлено, что начиная с тока 3,5 А аморфный сплав перестраивается в нанокристаллический (Рис.3-5). Размер ОКР, по проведенным оценкам, при этих температурах отжига составлял $\sim 280 \text{ \AA}$, и практически не менялся вплоть до полной кристаллизации при токе отжига $\geq 6 \text{ А}$.

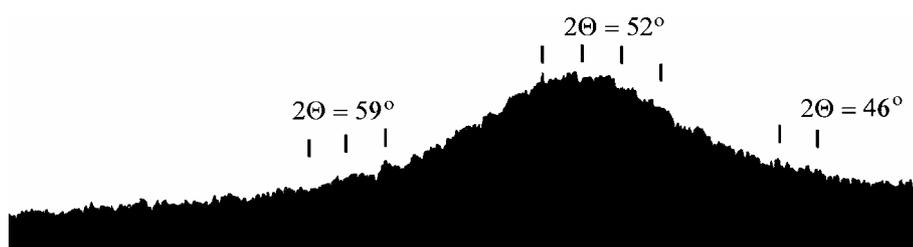


Рис.3. Дифрактограмма аморфного сплава $\text{Fe}_{88}\text{Cu}_{0,75}\text{Nb}_3(\text{SiB})_{8,25}$.

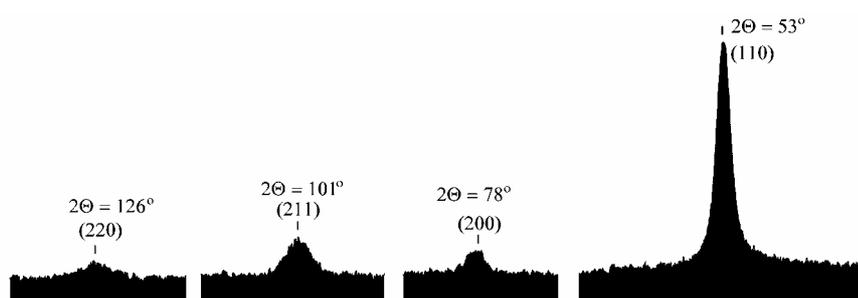


Рис.4. Дифрактограмма сплава $\text{Fe}_{88}\text{Cu}_{0,75}\text{Nb}_3(\text{SiB})_{8,25}$ после электроотжига 5,5 А.

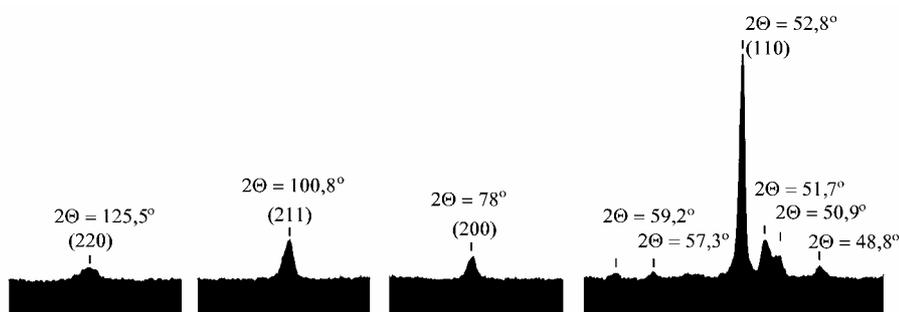


Рис.5. Дифрактограмма сплава $\text{Fe}_{88}\text{Cu}_{0,75}\text{Nb}_3(\text{SiB})_{8,25}$ после электроотжига 6,5 А.

Проведенные мессбауэровские исследования значительно дополнили картину управляемой кристаллизации аморфных сплавов.

Мёссбауэровские спектры снимались на пропускание стандартным спектрометром в режиме постоянных ускорений, в качестве источника применялся изотоп Co^{57} в матрице хрома. Исходные аморфные образцы представляли собой сложную суперпозицию уширенных линий, которую можно представить в виде совокупности секстетов. Математическая обработка мессбауэровских спектров аморфных соединений представляет довольно сложную задачу, поскольку в отсутствие строгой кристаллической решетки и при существовании лишь ближнего порядка мессбауэровские ядра (в данном случае железо) могут занимать довольно широкий интервал близких положений, что вызывает перекрытие множества линий (рис.6).

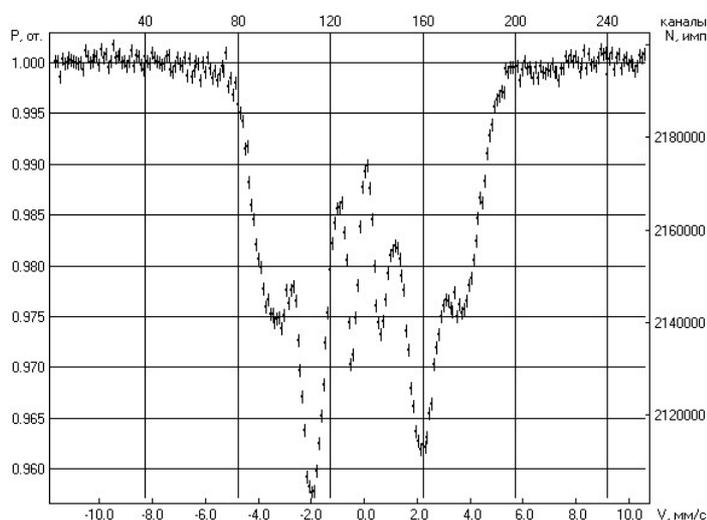


Рис. 6. Мессбауэровский спектр аморфного сплава $\text{Fe}_{88}\text{Cu}_{0,75}\text{Nb}_3(\text{SiB})_{8,25}$.

Уже при токах отжига 3,5 А происходят значительные изменения в спектре – изменяется интенсивность линий, некоторые секстеты показывают увеличение сверхтонкого поля, что приводит к еще более сложному виду спектра (рис. 7). Начиная с токов 3,75 А происходит разделение фаз в образце, линии заметно сужаются, что говорит о начале кристаллизации и к току отжига в 6,5 А, спектр становится достаточно хорошо разрешенным (рис. 8)

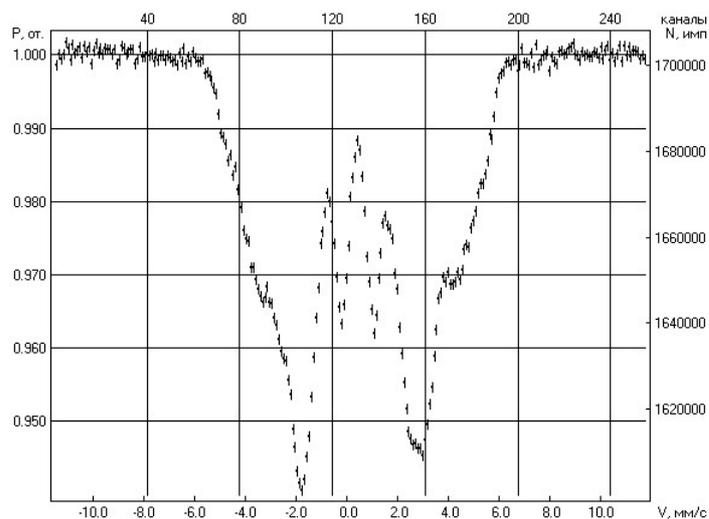


Рис. 7. Мессбауэровский спектр отожженного при токе 3,5 А сплава $\text{Fe}_{88}\text{Cu}_{0,75}\text{Nb}_3(\text{SiB})_{8,25}$.

Нам удалось обработать мессбауэровский спектр отожженного при высоких токах аморфного сплава в предположении образования в нем трех кристаллических фаз: $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$, $\text{Fe}_2(\text{SiB})$ и $\text{Fe}_3(\text{SiB})$ [4]. Фаза $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ имеет одну магнитную подрешетку, фазы $\text{Fe}_2(\text{SiB})$ и $\text{Fe}_3(\text{SiB})$ – по две. Параметры спектра приведены в таблице 2.

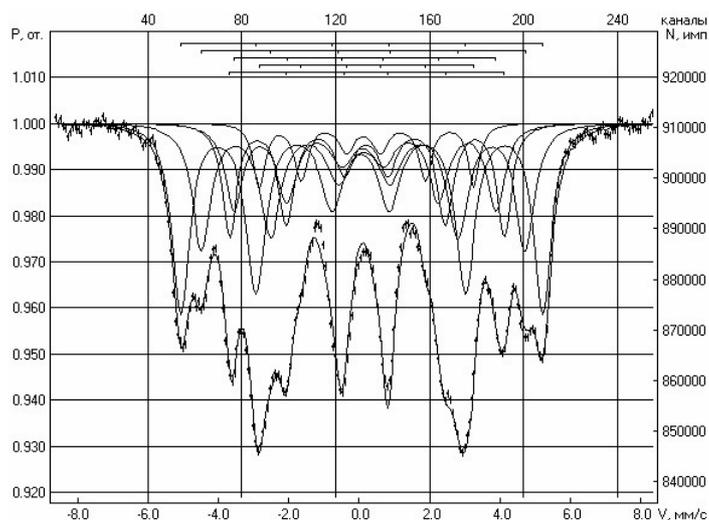


Рис. 8. Мессбауэровский спектр отожженного при токе 7,5 А сплава $\text{Fe}_{88}\text{Cu}_{0,75}\text{Nb}_3(\text{SiB})_{8,25}$.

Таблица 2

Фаза	Изомерный сдвиг, мм/с	Квадрупольное расщепление, мм/с	Сверхтонкое поле, кЭ	Относительная площадь, %
α -Fe(Si)	0.06	0.03	318,5	34,61
Fe ₃ (SiB)	0.13	-0.02	284,9	24,30
	0.2	0.02	241,8	17,58
Fe ₂ (SiB)	0.13	0.07	230,7	15,65
	0.16	0.09	188,9	7,86

Полученные результаты согласуются с ранее предложенной моделью формирования наноструктуры в аморфных сплавах на основе железа [5]. Также сопоставимы с известными данными рассчитанные размеры кристаллитов, образующихся при различных температурах отжига. Показано, что в сплаве Fe₈₈Cu_{0,75}Nb₃(SiB)_{8,25} имеется два резких структурных перехода: аморфный–нанокристаллический и нанокристаллический–поликристаллический, причем размер нанокристаллитов не меняется в достаточно широком температурном диапазоне. А для сплава Fe₇₈Si₁₈B_{1,5}P_{2,5} существует один резкий структурный переход: аморфный–поликристаллический.

Литература

1. Lachowicz H.K. Nanocrystalline magnets – novel materials for application and basic research. *Electron Technology* (1995) 28 240.
2. Gibbs H.R.J., Lee D.-H., Evetts J.E. D.C. magnetic properties of metallic glasses after flash annealing. *IEEE Transactions on Magnetism* (1984) no.5 mag-20 1373.
3. М.В. Александров, Р.З. Валиев, *Физика Металлов и Металловедение*, (1994) т.77, вып.6, 77

4. M. Kopcewicz, E. Jackiewicz. Mossbauer study of the structure and stability of amorphous $\text{Fe}_{77.5-x-y}\text{M}_x\text{N}_y\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 117 (1992) 219-224
5. А.И. Гусев, *Успехи физических наук*, (1998) т.168, №1, 55.

Технологические аспекты получения особо чистого фторида лития из технического карбоната лития

В.В.Мухин, И.В.Шемякина, С.В.Шемякин, А.А.Богаев

Проблема получения особо чистых солей лития в настоящее время стоит достаточно остро. Начавшееся около 10 лет назад использование литий-ионных аккумуляторов, в производстве которых используют особо чистый фторид лития для получения гексафторофосфата лития, гексафторасената лития и других подобных соединений (добавка в неводный электролит) в последнее время переживает резкий подъем. На сегодняшний день в России также появились предприятия, заинтересованные в производстве отечественных литий-ионных аккумуляторов.

На ОАО «Новосибирский завод химконцентратов» разработана новая универсальная технология получения особо чистых солей лития широкого спектра. В основе этой технологии лежат процессы бикарбонизации и дебикарбонизации технического карбоната лития и очистки раствора гидрокарбоната лития ионообменным способом.

Последние годы широко развивается индустрия получения все новых видов пористых углеродных материалов с их отличительными особенностями: высокой специфической удельной и адсорбционной активностью при достаточной стабильности в кислых и щелочных средах, возможностью варьирования удельной поверхностью от 0.1 до 10^3 м²/г и эффективного размера пор от ангстрем до сотен микрон.

Совместно с институтом Неорганической химии СО РАН был синтезирован новый углеродсодержащий сорбент, модифицированный гидролизрованными соединениями сурьмы. В качестве основы был выбран углеродный материал марки «Техносорб» (УМ), выпускаемый Омским Конструкторско-технологическим институтом технического углерода (КТИТУ). В ходе исследований выяснено, что только на

однородно окисленной поверхности УМ можно получить пленку кристаллической сурьмяной кислоты.

Эксперименты по окислению поверхности проводили воздухом при температурах от 200 до 6000 °С с шагом в 500 °С, после чего окисленные образцы обрабатывали пентахлоридом сурьмы, добавили дистиллированной воды и нагрели в течение нескольких часов при температуре 100-1100 °С. Полученные образцы отмывали водой от хлор-ионов, после чего снова высушивали при температуре 100-1100 °С.

Потеря веса при $T = 1480$ °С составляет 15%, и указывает с учетом РФА на получение сурьмяной кислоты состава $Sb_2O_5 \cdot 3,4 H_2O$. Для определения полной обменной емкости по кальцию, натрию и литию было проведено потенциометрическое титрование, рис 1.

Видно, что полная обменная емкость по кальцию – 2 мг-экв/г сорбента, по натрию – 1 мг-экв/г сорбента, по литию – 1 мг-экв/г сорбента.

Ни на одном из образцов не было достигнуто полное насыщение сорбента, более того анализ пропущенных через колонки растворов на содержание кальция показал, что содержание его менее 0,25 мг/л. Полученные растворы нагрели до 900С и высадили карбонат лития.

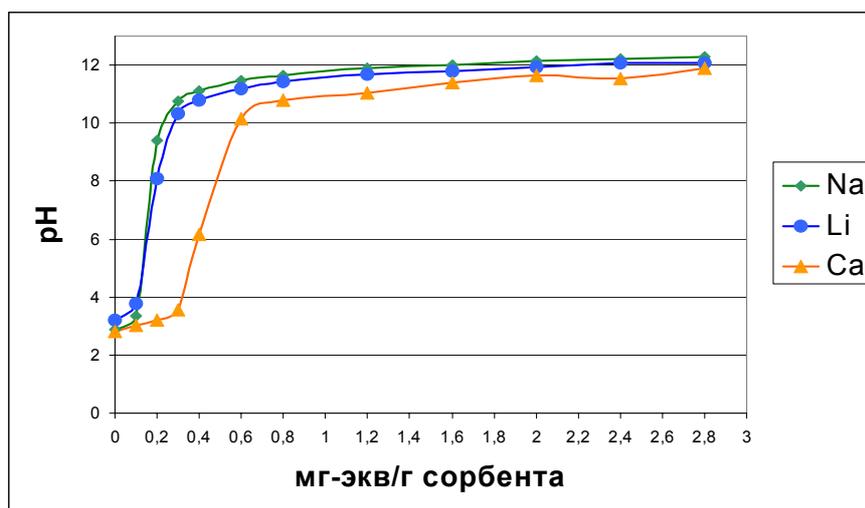


Рис.1 Кривые потенциометрического титрования.

На двух образцах с кристаллической и с аморфной формами сурьмяных кислот были проведены эксперименты по очистке раствора

гидрокарбоната лития. Через колонки с образцами сорбента по 50 г было пропущено по 5 л р-ра.

Как видно из таблицы 1 требуемое содержание примесей для фторида лития соответствует нормируемым значениям. Карбонат лития, очищенный на образце с кристаллической сурьмяной кислотой соответствует карбонату лития марки "осч", кроме содержания сурьмы. Содержание сурьмы в карбонате лития, очищенном на образце с аморфной сурьмяной кислотой выше, чем очищенный на образце с кристаллической сурьмяной кислотой.

Для снижения содержания сурьмы в очищаемом конечном продукте есть несколько путей. Первый путь снижения содержания сурьмы в солях лития следующий: при очистке в ионообменной колонке нижний слой сделать из окисленного углеродного материала. Вторым путем, применительно к получению фторида лития, это - полученный карбонат лития подвергнуть повторно процессу бикарбонизации углекислым газом, при этом антимоноат соли сурьмяной кислоты останется в осадке - осадок отфильтровать, а получившейся раствор гидрокарбоната лития нейтрализовать фтористоводородной кислотой с 30% избытком по сравнению со стехиометрией и высадить фторид лития.

Полученный фторид лития (без дополнительной очистки от сурьмы) имел колебания по основному веществу от 99,3 до 99,8%, содержание карбонат-иона колебались от 0,03 до 0,4%, содержание влаги от 0,03 до 0,6%. Все остальные примеси соответствовали требованиям. Для выяснения причин таких колебаний и нахождения режимов получения фторида лития требуемого качества были проведены анализы полученных образцов фторида лития методами ИК-спектрометрическим, РФА, термогравиметрическим.

Элемент	Исходный Li_2CO_3 , %масс.	Li_2CO_3 квалификации ОСЧ, %масс	Требуемая чистота LiF	После очистки на НУМС-Sb400, %масс
ОВ	98,5-99		99,5	99,86 ± 0,14
Na	$4,67 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$< 2 \cdot 10^{-2}$	$1,5 \cdot 10^{-4}$
K	$2,97 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$< 2 \cdot 10^{-2}$	$6,7 \cdot 10^{-5}$
Ca	$2,07 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-4}$	$< 5 \cdot 10^{-3}$	$< 6,9 \cdot 10^{-4}$
Mg	$4,87 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$< 10^{-3}$	$< 3,8 \cdot 10^{-4}$
Fe	$8,47 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-4}$	$< 5 \cdot 10^{-3}$	$< 3,8 \cdot 10^{-4}$
Si	$1,47 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$< 5 \cdot 10^{-3}$	$< 5,7 \cdot 10^{-4}$
Al	$8,47 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-4}$	$< 5 \cdot 10^{-3}$	$< 4 \cdot 10^{-3}$
Cl	$5,07 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$< 5 \cdot 10^{-3}$	$< 7 \cdot 10^{-4}$
Sb	$< 5,77 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$		$6,3 \cdot 10^{-3}$
PO_4	$3,87 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$< 5 \cdot 10^{-3}$	$6,8 \cdot 10^{-4}$
F	$1,27 \cdot 10^{-3}$			$3,2 \cdot 10^{-3}$
CO_3			$< 5 \cdot 10^{-2}$	
SO_4	$< 4 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$< 5 \cdot 10^{-3}$	$< 5 \cdot 10^{-3}$
Ba	$< 2 \cdot 10^{-3}$		$< 2 \cdot 10^{-2}$	$< 7 \cdot 10^{-3}$
Ni	$< 5 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$< 5 \cdot 10^{-3}$	$< 5 \cdot 10^{-4}$
Cu	$< 5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$< 5 \cdot 10^{-3}$	$< 5 \cdot 10^{-4}$
Zn	$< 5 \cdot 10^{-4}$		$< 1 \cdot 10^{-3}$	$< 5 \cdot 10^{-4}$
Pb	$< 2 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$< 1 \cdot 10^{-3}$	$< 2 \cdot 10^{-4}$
H_2O			$< 1 \cdot 10^{-2}$	

Таблица 1. Сводная таблица примесей

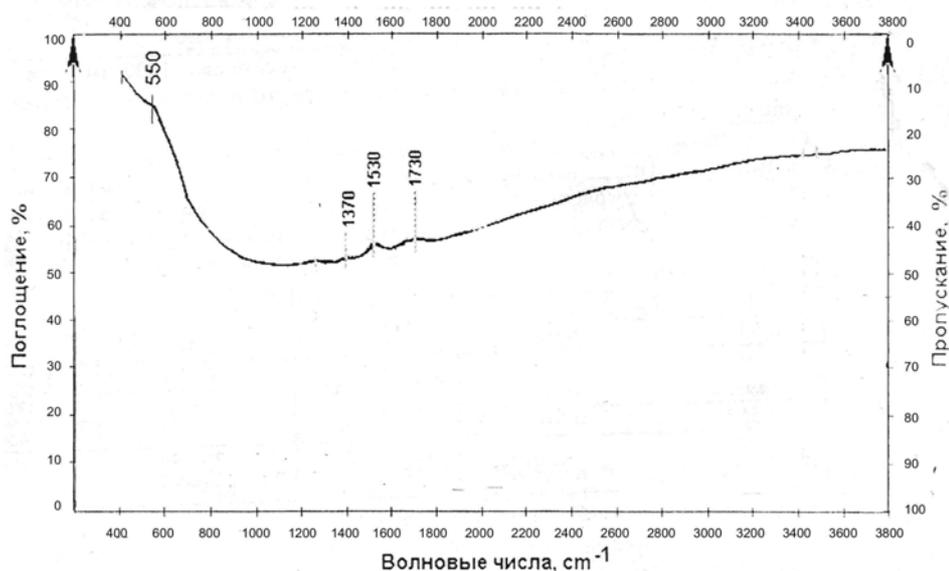


Рис. 2. ИК-спектр полученного фторида лития

На рис.2 на кривой ИК-спектрометрического анализа в области длины волны 550 см⁻¹ наблюдается плечо, отвечающее за связь Li—O, пики волн 1530 см⁻¹ и 1730 см⁻¹ указывают на наличие Li₂—CO₃.

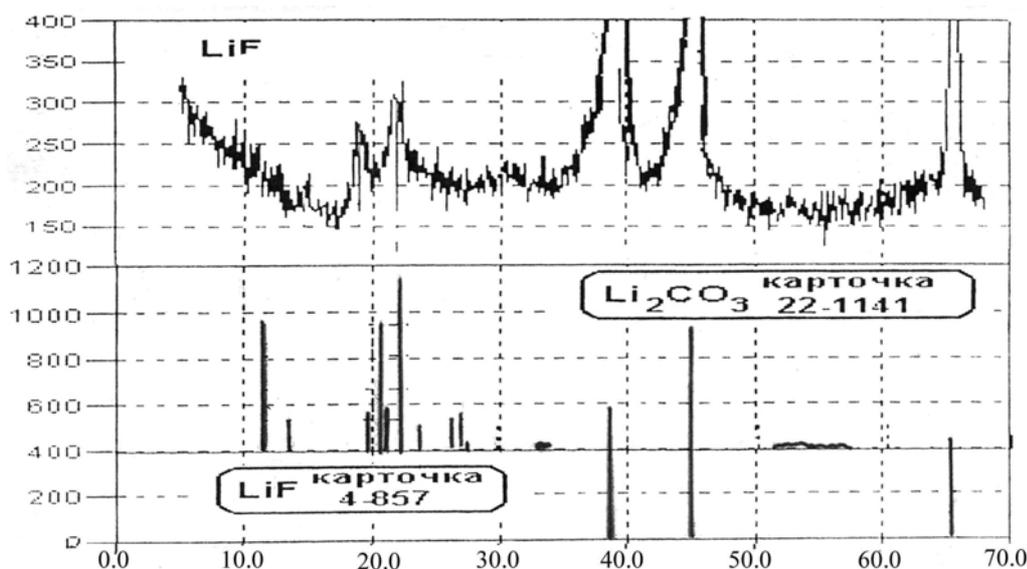


Рис. 3. РФА полученного фторида лития

РФА – анализ показал наличие как фторида лития, так и карбоната лития, рис. 3, на рисунке даны также стандартные линии фторида и карбоната лития (внизу).

Подшвы пиков широкие – это говорит о получении фторида лития с неустойчивым закреплением ионов лития и фтора в узлах кристаллической решетки, что и дает такие широкие пики.

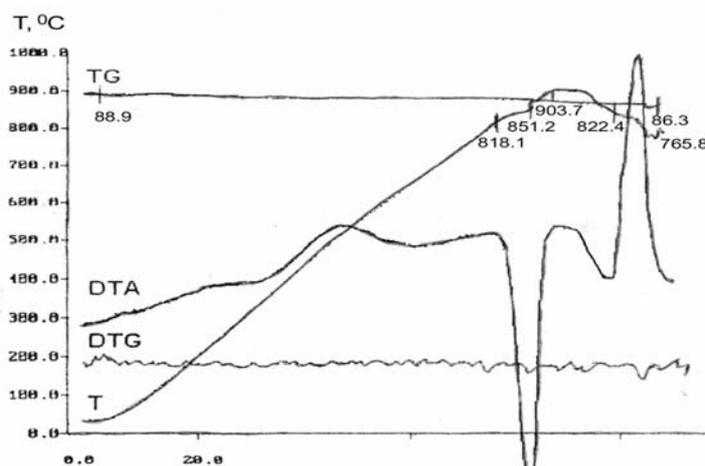


Рис. 4. Термогравиметрический анализ полученного фторида лития

Термогравиметрический анализ, рис 4, показал наличие двух ступеней снижения веса: при $T=150^{\circ}\text{C}$ и $T=250^{\circ}\text{C}$. Эти ступени снижения веса можно связать с удалением воды и процессом пирогидролита

комплексной соли $\text{LiF} \cdot \text{HF}$. Рассмотрим процессы, протекающие во время сушки фторида лития:



Рис. 5. Экспериментальная установка получения особо чистого Li_2CO_3 .

При получении осадка LiF после фильтрации и отжима на нутч-филт্রে имеем на самом деле ряд следующих соединений: LiF , $\text{LiF} \cdot \text{HF}$, вода, свободную HF , т.к. она дана в избытке, LiOH , т.к. $\text{LiF} + \text{H}_2\text{O} = \text{LiOH} + \text{LiF}$, $2\text{LiOH} + \text{CO}_2(\text{из воздуха}) = \text{Li}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O}$

Отсюда следует, что при быстром нагревании полученного влажного осадка в муфельной печи до температуры 200-500°C буквально за 30 минут все процессы могут идти одновременно, поэтому и получаем в конечном продукте повышенное содержание карбоната лития, следы гидроксида лития, неустойчивое содержание основного вещества и невозможность получения содержания влаги ниже 0,01%.

Экспериментальная установка получения особо чистого Li_2CO_3 приведена на рис. 5.

Таким образом, предложен двухступенчатый режим сушки полученного осадка фторида лития. На первом этапе удаление свободной влаги, на втором разрушение гидрофторида лития и удаление свободной HF в инертной атмосфере. Для реализации процессов бикарбонизации, декарбонизации, ионообменного процесса и сушки изготовлена экспериментальная установка.

Плазменный источник ионов металлов с катодным распылением на базе разряда с двойным контрагированием

В. Т. Барченко, А. М. Рагозин

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ»

Среди плазменных источников ионов (ИИП) по многим параметрам выделяется источник ионов с двойным контрагированием разряда, получивший название дуоплазматрон. Этот тип ИИП широко применяется для получения ионов из газообразных веществ. Возможности же разряда с двойным контрагированием в качестве генератора ионов твердых веществ и в частности, металлов изучены еще недостаточно полно. В литературе приводятся только отдельные конструкции. Описание же методик, позволяющих провести их проектирование на заданные параметры, отсутствует. В связи с этим, в работе приводятся данные по исследованию процессов в положительном столбе разряда в дуоплазматроне с сильным контрагированием как генератора металлических ионов.

В работе основное внимание было уделено: изучению процессов генерации свободных атомов и ионов металлов в прианодной области разряда с двойным контрагированием, разработке методики оценки содержания ионов металлов в ионном пучке, формируемом из дуоплазматрона, изучению процессов, протекающих в сильноконтрагированном разряде при токах близких к предельным.

В результате выполненных исследований установлено:

1. Для получения ионов тугоплавких металлов, при условии, что допустимая мощность, подводимая к ИИП, ограничена величиной в несколько сотен Вт, наиболее целесообразно использовать эффект катодного распыления.

2. Эффективное использование атомов распыляемого вещества в дуоплазматроне достигается при размещении распыляемого электрода вблизи анодного отверстия.

3. Эффективность извлечения ионов металла из дуоплазматрона зависит от направления дрейфа металлических ионов в разрядной камере.

4. Значение энергии электронов в плазме контактированного разряда зависит от отношения тока разряда к начальному давлению и увеличивается с ростом этого отношения. С ростом начального давления максимальная энергия электронов, которая может быть достигнута, падает.

5. Повышению эффективности извлечения металлических ионов из дуоплазматрона способствует формирование отрицательного анодного падения напряжения, которое возникает в том случае, когда диаметр отверстия в сжимающем электроде превосходит диаметр отверстия в аноде.

Проведенные исследования позволили разработать дуоплазматрон с воздушным охлаждением и постоянными магнитами, который при использовании тлеющего разряда с током не более 0,4 А обеспечивал в извлекаемой пучке ток ионов до нескольких десятков мкА, что примерно на порядок лучше, чем в описанных в литературе конструкциях.

Испарение частиц микронных размеров В плазме низкого давления

В. Т. Барченко, О. И. Гребнев

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет
«ЛЭТИ»

В работе рассмотрены физико-химические превращения, тепломассообмен и кинетика процессов нагрева, плавления и испарения в системе «плазма низкого давления – тело малых размеров». Математическая модель, приведенная в работе, позволяет качественно и количественно оценить процессы, происходящие в данной системе.

Изучение кинетики процессов нагрева, плавления и испарения в изучаемой системе проводилось с учетом следующих стадий в эволюции мелкодисперсной частицы, введенной в плазму:

- 1) нагрев частицы в твердой фазе до температуры плавления;
- 2) плавление дисперсного материала;
- 3) нагрев расплава до температуры кипения;
- 4) испарение при температуре кипения.

При рассмотрении микроскопической модели, описывающей физико-химические превращения, тепломассообмен и кинетику вышеуказанных процессов, были сделаны следующие допущения:

1. Микроскопические параметры плазмы не зависят от времени и пространственных координат.

2. Частицы мелкодисперсной фазы имеют сферическую форму с диаметром R_0 (R_0 - радиус частицы) и эквitemпературную поверхность; не взаимодействуют между собой.

3. Влияние гравитационных эффектов исчезающе мало.

4. Присутствие мелкодисперсной фазы в плазменном потоке не оказывает влияния на его свойства.

5. При взаимодействии мелкодисперсной частицы с плазмой отсутствуют химические реакции, приводящие к изменению

теплофизических свойств поверхности частицы и ведущие к поглощению и выделению энергии.

В реальных условиях последнее допущение, строго говоря, приближенно и может выполняться лишь в случае, когда относительная доля мелкодисперсной фазы в плазме невелика. В общем же виде указанное допущение будет справедливо лишь для параметрических моделей, в которых влияние мелкодисперсной фазы (начальной температуры частиц, теплофизических и физико-химических свойств материала и др.) сказывается на микроскопических параметрах потока. В этих моделях средняя масса тяжелых частиц плазмы и температура электронов считаются известными параметрами. Таким образом, энергообмен "плазма - частица" рассматривается в бесстолкновительном пограничном слое у поверхности частицы.

Для расчета параметров процесса мгновенного испарения: эффективной, энергии (мощности), времени и длины пути полного испарения и т.д., - мы пользовались начальными задаваемыми параметрами плазмы (электронной температурой (T_e), температурой нейтральных частиц (T_N) и их концентрацией (n_e, n_N)). Последнее оправдано, когда во взаимодействиях участвуют макроскопические частицы материала, т.е. $M \gg M_{пл}$, где M - масса частицы материала; $M_{пл}$ - масса носителей заряда в плазме.

Анализ поведения мелкодисперсного материала в плазме низкого давления проведен нами в 3-х направлениях:

1. Изучение кинетики поведения материала во времени (изменение массы и линейных размеров частицы с ростом температуры ее поверхности с учетом фазовых превращений и эмиссионных процессов) в плазме с концентрацией n_e и температурой T_e электронов и концентрацией n_N и температурой T_N нейтральной составляющей.

2. Установление влияния параметров процесса испарения (рода плазмообразующего газа, степени двухфазности потока, теплофизических параметров плазмы и испаряемого материала, гранулометрического состава порошка) на время и длину пути, на котором происходит полное или частичное испарение частиц материала.

3. Оценка влияния теплофизических параметров (температуры плавления, испарения; излучательной способности; работы выхода; энергии связи и сублимации; эмиссионных свойств и др.), гранулометрического состава материала мелкодисперсной фазы на параметры плазмы в реакторе-испарителе.

Решение поставленной задачи сводилось к построению модели тепломассобмена и, как следствие, определению времени нагрева, частичного или полного плавления и испарения частиц различных материалов и размеров в плазме низкого давления с заданными параметрами.

Проводя анализ итогов работы можно сделать следующие выводы:

1. Предложена микроскопическая модель описания физико-химических превращений, тепломассообмена и кинетики процессов нагрева, плавления и испарения в системе "плазма низкого давления - тело малых размеров", позволяющая:

- качественно и количественно описывать тепломассообмен в указанной системе при учете величины и знака скачка потенциала у поверхности частицы, интенсивности эмиссионных явлений, процессов ионного распыления;

- рассчитывать время испарения мелкодисперсных частиц, а также изменение массы и линейных размеров частицы с ростом температуры ее поверхности и с учетом фазовых превращений и эмиссионных процессов.

2. Для оценки поступающей из плазмы к поверхности частицы эффективной энергии вместо системы нелинейных дифференциальных уравнений предложен вариант алгебраического расчета составляющих баланса энергии (мощности), значительно упрощающий решение

3. Показано, что основными факторами, определяющими условия мгновенного испарения частиц в плазме низкого давления, являются величина и знак скачка потенциала у поверхности частицы ($u_{сл}$) которые зависят от интенсивности эмиссионных явлений, от процессов ионного распыления и т.д.

Получены аналитические выражения для расчета эффективной мощности ($P_{эфф}$) и величины $u_{сл}$, позволяющие:

- установить влияние параметров процесса испарения (рода плазмообразующего газа, степени двухфазности потока, теплофизических параметров плазмы и испаряемого материала, гранулометрического состава порошка) на кинетику процесса тепломассообмена в системе "плазма - частица".

4. На основе теоретического анализа баланса мощности в системе "плазма низкого давления - тело малых размеров", показано, что определяющим фактором баланса мощности в такой системе является мощность, подводимая к частицам материала медленными электронами и ионами из плазмы и мощность, отводимая излучением.

Вакуумная электродуговая очистка поверхности металлической ленты от загрязнений

В.Г. Кузнецов¹, В.М. Левшаков², О.Г. Соколов², Н.А. Стешенкова²

¹Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург, Россия

²ФГУП ЦНИИ Технологии судостроения, Санкт-Петербург, Россия

В настоящее время в металлургическом, метизном производствах, предприятиях машиностроения, в металлообработке использующих “грязные” процессы очистки металлопроката от окалина, ржавчины, различного вида окислов, масляных пленок и других загрязнений. Как правило, применяются два основных процесса очистки поверхности: механический (дробеструйный, металлическими щетками) и химический (травлением в горячих кислотах при 80-90⁰С с последующей нейтрализацией и промывкой). Недостатками механической очистки, кроме сложности соблюдения санитарных норм в части уменьшения запыленности и снижения шума, являются наличие тяжелого и вредного труда при дозагрузке дробы, уборке отходов и применение дорогостоящего технологического материала – дробы. Наиболее распространенный метод химической очистки имеет следующие основные недостатки – токсичность, возможность загрязнения окружающей среды, сложность утилизации и регенерации больших количеств отходов травильных растворов, тяжелые условия труда, применение дорогостоящих кислотостойких материалов, большие мощности, используемые на нагрев кислот.

Одним из перспективных методов очистки поверхности, альтернативный вышеуказанным, является метод вакуумной электродуговой очистки, активно разрабатываемый в последние годы.

Очистка поверхности изделий катодными пятнами вакуумной дуги – новое направление фундаментальных и прикладных исследований. Большинство известных результатов по изучению поведения катодных пятен получены в исследованиях, проводимых на чистой поверхности металлов. Движение катодных пятен по загрязненной поверхности (окалина, ржавчина, масляные пленки и др.) и характер их влияния на

поверхностные слои материалов в этих условиях практически не исследовались.

В связи с тем, что в ряде случаев разрабатываемое оборудование необходимо встраивать в существующие технологические линии непрерывного процесса производства, особые требования выдвигаются к надежности работы оборудования при скоростях очистки до нескольких метров в секунду и продолжительной непрерывной работе.

Основными направлениями повышения надежности, производительности, эффективности технологии и оборудования вакуумно-дуговой очистки являются совершенствование систем управления катодными пятнами, оптимизация конструкции и геометрии катодно-анодных узлов и шлюзовых систем, оптимальный выбор вакуумных насосов, решение проблем, связанных с удалением продуктов очистки из вакуумной системы, оптимизация тепловых процессов на электродах и др.

ИПМАШ РАН и ФГУП ЦНИИ ТС совместно с рядом заинтересованных предприятий и организаций объединили усилия по разработке ресурсосберегающих и экологически чистых технологий и оборудования на основе вакуумного электродугового процесса очистки металла от поверхностных загрязнений.

Разработанные установки для очистки катанки диаметром 6,5 мм от окалины [1] и проволоки позволяют в непрерывном режиме осуществлять процесс очистки со скоростью до 2 м/с.

В настоящее время разрабатываются технология и оборудование для очистки автомобильной ленты от масляной пленки на поверхности. Создана экспериментальная установка (рис. 1) с открытой шлюзовой системой для вакуумной электродуговой очистки (ВЭДО) ленты шириной 120 мм и толщиной 0,7 мм. В перспективе планируется создание установки для очистки автомобильной ленты шириной до 1,5 м.

Исследования показали, что процесс управления катодными пятнами для равномерной очистки всей поверхности при движении ленты-катода подчиняется тем же законам, что и в вакуумно-дуговых испарителях [2,3] с катодами торцевого типа и протяженными катодами.



Рис 1. Экспериментальная установка ЭДВО.

Расчет формы и геометрии электродов (в первую очередь анода) выполнялся с учетом баланса мощности, выделяющейся на электродах [4]. Мощность, выделяющаяся на аноде, определяется вкладом электронной и ионной составляющих плазмы, а также энергетическим воздействием со стороны плазмы, связанным с ее излучением и конденсацией нейтральных атомов. Стремление повысить скорость очистки за счет увеличения тока дугового разряда может привести к возникновению анодного пятна, и как следствие, к выходу установки из строя. Поэтому форма и размеры анода определяются технологическими параметрами работы установки.

Наиболее сложным элементом конструкции вакуумной установки, в значительной мере определяющим надежность и долговечность ее работы, являются входной и выходной шлюзы. В данной установке использована трехступенчатая система шлюзования. При оптимальном конструировании шлюзовой системы принят критерий минимума суммарной быстроты откачки всех откачных средств, применяемых в установке. Рассчитаны и выбраны оптимальные значения рабочих давлений в каждой из камер шлюзов и длины всех шлюзовых ступеней. Для расчета проводимости шлюзовых каналов воспользовались

формулами для проводимости узкой прямоугольной щели при вязкостном режиме течения газа.

Для катода (ленты) при обеспечении равномерной очистки и заданной скорости протяжки, в первую очередь важны температура поверхности и изменение ее микрогеометрии. Рассмотрена математическая модель процесса нагрева и охлаждения движущейся металлической ленты, позволяющая построить изменение во времени и в пространстве поля температур в проводнике, как в вакуумной камере, так и вне ее, что необходимо для дальнейшего изучения и объяснения происходящих в нем процессов.

Получены первые результаты экспериментальных исследований свойств поверхности очищенной ленты.

ЛИТЕРАТУРА

1. Кузнецов В.Г., Левшаков В.М., Стешенкова Н.А., Суздалев И.В. Вакуумная электродуговая очистка катанки от окалины // Тез. докл. Всероссийского семинара "Вакуумная техника и технология-2002".- СПб: 2002.- С. 42-43.
2. Кузнецов В.Г., Лисенков А.А., Буров И.В., Рыбников С.И., Валуев В.П. Нанесение покрытий на большие поверхности вакуумно-дуговым методом// Труды 6-й Международной конференции "Пленки и покрытия-2001".- Санкт-Петербург: 2001.- С. 145-150.
3. Буров И.В., Кузнецов В.Г., Лисенков А.А., Рыбников С.И. Вакуумное дуговое устройство. Патент на изобретение № 2207399, С23С14/35, Н05Н1/50. Бюллетень № 18 от 27.06.2003. Заявка № 2001122532/02 от 07.08.2001.
4. Кузнецов В.Г. Вакуумные ионно-плазменные технологические процессы и оборудование для нанесения покрытий на детали машин и режущий инструмент// Проблемы износостойкости и надежности машин: Сб. научн. тр./ ИПМАШ РАН.- Санкт-Петербург: 1992.- С. 53-56.

Перспективный метод сварки в электровакуумном производстве

И.А.Коледа, А.И.Лобач, А.М.Мазуркевич,
Г.Э. Лукьянович, Г.Л.Масич

Рассматриваются вопросы создания технологии и оборудования для прецизионной сварки изделий, применяемых в электровакуумном производстве.

Установлено, что данная технология исключает процесс пайки и существенно повышает качество и долговечность изделий в частности в электровакуумном производстве.

Рассмотрена конкретная область применения предлагаемой технологии - изготовление галогенных автомобильных ламп.

ДИНАМИКА ИСПАРЕНИЯ КРИСТАЛЛА ZnSe В ВАКУУМЕ ПОД ДЕЙСТВИЕМ ИМПУЛЬСНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НЕОДИМОВОГО ЛАЗЕРА

Э. Ф. Запечельнюк, Н. А. Зюзин, Р. Б. Тагиров

*Казанский государственный университет (420008, Казань,
ул. Кремлевская, 18) e-mail: sysin@ksu.ru*

Для точной обработки ионных кристаллов путем испарения широко используется мощное оптическое излучение лазеров миллисекундной длительности с энергетической освещенностью меньше пороговой. Динамика испарения кристалла при таком облучении определяется, в основном, изменением поглощательной способности кристалла. При испарении кристалла ZnSe под действием оптического излучения с длиной волны вне полосы его поглощения изменение поглощательной способности происходит в результате возникновения и отжига центров поглощения, находящихся в поверхностном слое кристалла [1]. Происходящее при этом изменение площади испарения затрудняет объяснение динамики испарения кристаллов по анализу испаряемых частиц.

Целью настоящей работы является изучение динамики термически равновесного испарения кристалла ZnSe в вакууме под действием импульсного излучения неодимового лазера, проявляющейся в изменениях термоионного тока.

Методы исследования

Исследования проводились на установке для изучения эмитированных электрических зарядов [2]. Импульсное излучение неодимового лазера, работающего в квазистационарном режиме, фокусировалось на переднюю поверхность образца. С помощью двух интеграторов одновременно измеряли полное количество отрицательных и полное количество положительных электрических зарядов, возникающих за импульс облучения. Путем дифференцирования сигнала

можно было наблюдать изменение токов эмиссии в течение времени облучения. Облучалось одно и то же место поверхности кристалла площадью 0.9 см^2 излучением неодимового лазера с энергетической освещенностью $\sim 10^7 \text{ Вт/м}^2$ и длительностью импульса излучения $7 \cdot 10^{-4} \text{ с}$. Частота следования импульсов составляла 1 имп/мин с тем, чтобы поверхность образца за время между импульсами возвращалась к равновесному состоянию. В применяемой вакуумной установке были учтены рекомендации, предложенные в [3, 4]. Эти меры позволили достичь с паромасляным диффузионным насосом вакуум 10^{-4} Па и обеспечить отсутствие углеводородов в откачиваемом объеме в течение 10-ти часов. (В течение этого времени увеличение интенсивности углеводородных линий "фона" масс-спектрометра не происходило). Дополнительно методом задерживающего потенциала измерялась энергия ионов. Анализ ионов проводился с помощью времяпролетного масс-спектрометра типа МСХ-4.

Исследуемые образцы кристалла ZnSe n-типа со структурой сфалерита были выращены в инертной среде из расплава под давлением из сырья марки "ОСЧ". Концентрация примесей в объеме исследуемых кристаллов составляла: Al $\sim (3-4)10^{-4}\%$, Fe $\sim (2-3)10^{-4}\%$, Mg, Pb, Sn, Ti и Ni $\sim 10^{-4}\%$, Ag, Cu, Cr, и Mn $\sim 10^{-5}\%$. Концентрация примесей из щелочных металлов была ниже чувствительности применяемого метода анализа, равной $\sim 10^{-5}\%$. Стехиометрическое соотношение выращенных кристаллов составляло Zn/Se=1.0-1.1. Образцы имели диаметр 3 см, толщину 0.5 см и полировались по 14 классу.

Результаты исследования и их обсуждение

При термически равновесном испарении ионных кристаллов в вакууме между потоком испаряемых атомов и химическим и поверхностным потенциалами кристалла существует взаимная связь [5]. Это является одним из условий соответствия изменения термоионного тока, возникающего при испарении кристалла, динамике испарения кристалла. Кроме потока испаряемых атомов, плотность термоионного тока зависит от изменения коэффициента поверхностной ионизации от

температуры. Потенциал ионизации примесей из щелочных металлов кристалла ZnSe меньше его работы выхода, а элементов матрицы кристалла - больше (для натрия – 5.14 эВ, цинка - 9.39 эВ [6], работа выхода ZnSe ~6 эВ [7]). Поэтому коэффициент поверхностной ионизации для этих элементов имеет разную зависимость от температуры [6]. Для определения вклада термоионного тока примесей рассмотрим изменения термоионного тока за время импульса облучения после следующих обработок кристалла: термоотжига при 500 К (избыток на поверхности щелочных металлов), обработки в HNO₃ (чистая поверхность) и после термоотжига при 700 К (поверхности с избытком селена и цинка).

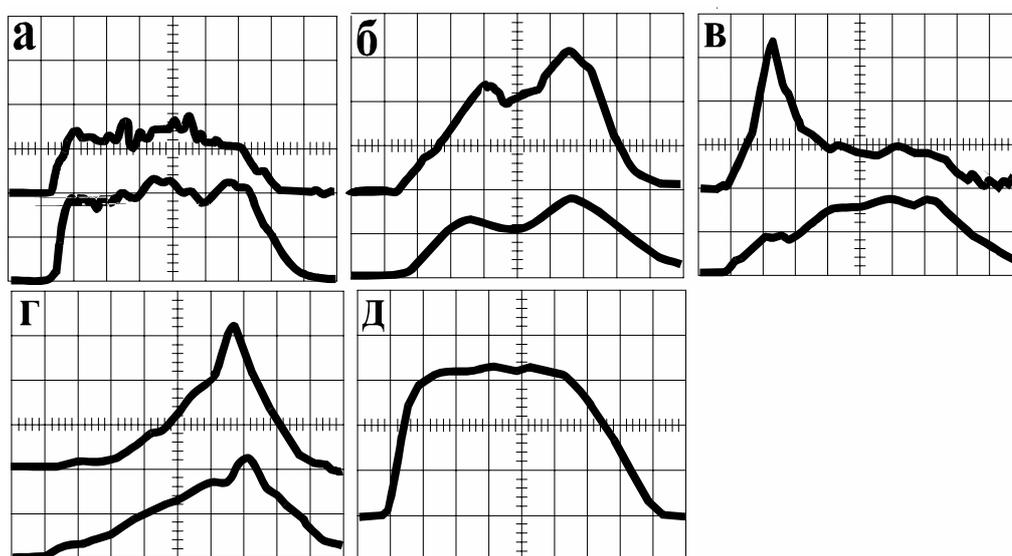


Рис. 1. Осциллограммы импульсов тока термоионной эмиссии (а–г) и формы импульса излучения лазера (д). Развертка 100 мкс/см, верхний луч– отрицательные ионы и электроны, нижний луч– положительные ионы.

Особенностью термоионного тока положительных ионов при избытке на поверхности кристалла примесей из щелочных металлов является небольшое изменение тока в течение импульса облучения (рис. 1а, нижний луч). Такая слабая зависимость термоионного тока от температуры поверхности кристалла характерна при испарении атомов, потенциал ионизации которых меньше работы выхода кристалла [6].

При других способах обработки кристалла имеются заметные изменения термоионного тока (рис. 1б, в, г). Более сильное изменение термоионного тока связано с увеличением коэффициента поверхностной ионизации от температурой поверхности кристалла при его испарении и характерно при испарении атомов, потенциал ионизации которых больше работы выхода кристалла [6]. Масс-спектрометрические исследования подтверждают наличие ионов элементов матрицы кристалла, максимальная энергия которых не превышает 1 эВ. Таким образом, влияние термоионного тока щелочных металлов, входящих в кристалл в виде примеси, несущественно и изменение термоионного тока соответствует динамике испарения кристалла в течение импульса излучения.

При облучении чистой поверхности кристалла токи термоионной эмиссии как отрицательных, так и положительных ионов имеют два максимума, причем амплитуда второго максимума всегда больше, чем у первого (рис. 1 б, верхний и нижний луч соответственно). Положение по времени второго максимума относительно импульса излучения показывает, что максимальная скорость испарения кристалла при любой стехиометрии его поверхности находится на спаде импульса излучения (рис. 1б, в, г). В [2, 8] теоретически и экспериментально показано, что при отсутствии фазовых переходов максимальная температура поверхности кристалла для используемой формы импульса излучения по времени совпадает примерно с серединой спада импульса излучения. При испарении кристалла, когда температура поверхности кристалла соответствует температуре фазового перехода (задача Стефана), максимальная скорость испарения кристалла по времени совпадает с началом спада импульса излучения [8]. Несовпадение максимальной скорости испарения кристалла с началом спада импульса излучения означает, что наряду с испарением кристалла происходит увеличение температуры его поверхности.

Первый максимум термоионного тока отрицательных ионов (рис. 1б, верхний луч) находится в начале импульса облучения. Его появление можно объяснить испарением поверхностных атомов, слабо связанных с

решеткой кристалла и имеющих более низкую температуру испарения. Доказательством этого служит увеличение амплитуды этого максимума при избытке на поверхности кристалла селена, температура испарения которого меньше температуры испарения кристалла, (рис. 1в, верхний луч) и отсутствие такого максимума при избытке на поверхности кристалла цинка, температура испарения которого больше температуры испарения кристалла, (рис. 1г, верхний луч). Первый максимум имеется и у термоионного тока положительных ионов, эмиссия которых в основном связана с испарением цинка (рис. 1б, в, нижний луч). Появление его объясняется тем, что у бинарных ионных кристаллов типа A^+B^- при испарении одной из компонент кристаллической решетки происходит изменение поверхностного потенциала, что стимулирует испарение второй компоненты кристаллической решетки [5].

Исключение влияния площади испарения на получаемые результаты основано на том, что площадь испарения кристалла одинаково влияет на силу тока термоионной эмиссии отрицательных и положительных ионов. Поэтому отношение этих величин будет соответствовать динамике испарения кристалла. Для определения особенностей динамики испарения от номера облучения получаемые результаты необходимо представить в виде линейного уравнения [9]:

$$Q_- / Q_+ = K_1 \cdot N + C_1 \quad (1)$$

где: Q_- , Q_+ - количество отрицательных и положительных зарядов, возникающих при термоионной эмиссии за импульс облучения.

$$K_1 = \frac{d(Q_- / Q_+)}{dN} \text{ - угловой коэффициент,}$$

N - номер облучения,

C_1 - константа.

Если после окончания испарения работа выхода электрона с поверхности кристалла не изменится, то $K_1 = 0$ и такое испарение можно интерпретировать как стационарное.

На рис. 2 представлены полученные результаты в виде зависимости $Q_- / Q_+ = f(N)$ при облучении чистой поверхности кристалла излучением

неодимового лазера с энергетической освещенностью $3.45 \cdot 10^7$ Вт/м², а на рис. 3 - в виде зависимостей $Q_- = f(N)$ и $Q_+ = f(N)$. Для сравнения режимов испарения кристалла графики этих зависимостей делились на участки, которые определялись при аппроксимации зависимости $Q_- / Q_+ = f(N)$ линейным уравнением (1). Правомерность такой аппроксимации определялось с помощью статистической обработки.

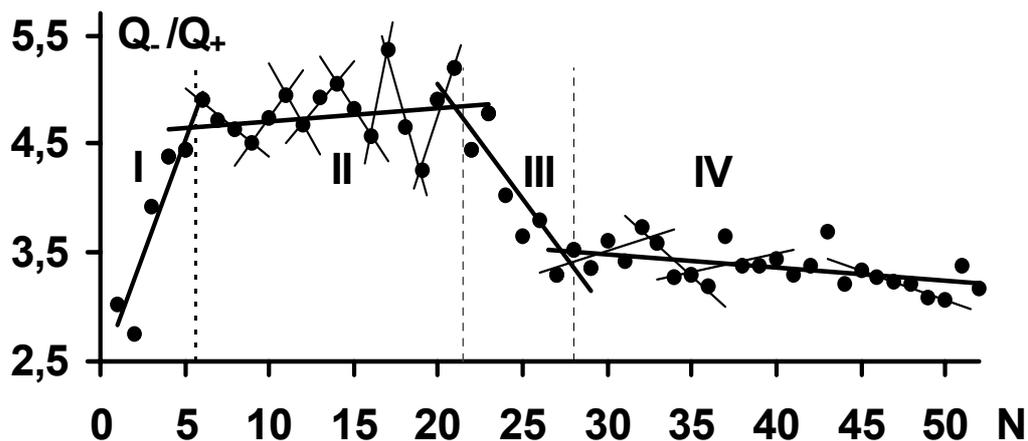


Рис. 2. Изменение величины Q_- / Q_+ от номера облучения N после обработки кристалла ZnSe в HNO_3 .

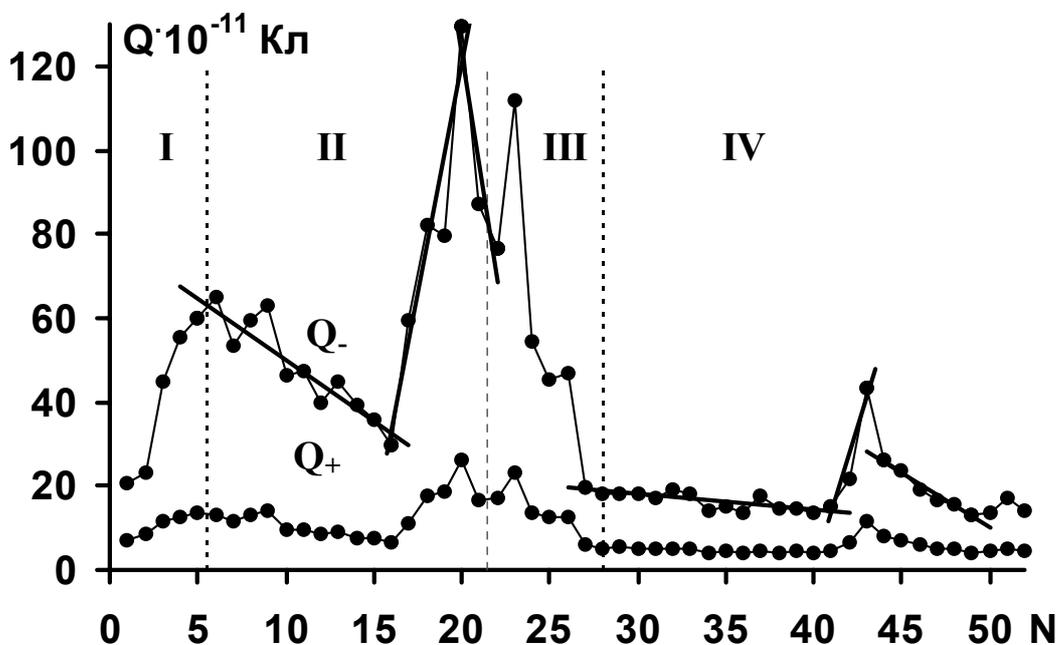


Рис. 3. Изменение зарядов Q_- и Q_+ в зависимости от номера облучения N после обработки кристалла ZnSe в HNO_3 .

В статистическую обработку входили отсев грубых погрешностей по доверительной вероятности 0.01, оценка соответствия обрабатываемых данных нормальному распределению по величинам асимметрии и эксцесса, определение углового коэффициента K_1 , коэффициента корреляции R_1 и их значимости, а также стандартной ошибки S_1 (таб. 1).

Из приведенных графиков следует, что при первых номерах облучения происходит увеличение регистрируемых зарядов Q_- и Q_+ , т. е. температура и скорость испарения кристалла увеличивается. При представлении зависимости $Q_-/Q_+ = f(N)$ в виде уравнения (1) знак углового коэффициента K_1 для такого режима испарения положительный (таб. 1, участок I, $N=1-6$).

Изменение Q_-/Q_+ при первых номерах облучения зависит от способа обработки кристалла. Из таб. 2 следует, что наибольшая разница между максимальной и минимальной величинами Q_-/Q_+ , а, следовательно, и наибольшее изменение температуры поверхности кристалла и скорости его испарения при постоянных параметрах облучения, происходит после обработки кристалла в H_2O . Полученные результаты согласуются с предложенными в [10] термохимическими реакциями гидролиза кристалла, которые приводят к накоплению на поверхности кристалла нестехиометрического цинка и вследствие этого увеличению поглощательной способности кристалла.

Таблица 1. Результаты стат. обработки графика, представленного на рис. 2. Подчеркнутые коэффициенты K_1 и R_1 значимы, не подчеркнутые – незначимы.

Номер участка	Номер облучения N	Угловой коэффициент K_1	Коэффициент корреляции R_1	Стандартная ошибка S_1
I	1-6	<u>0.425</u>	<u>0.939</u>	0.325
II	4-23	0.012	0.243	0.279
III	20-29	<u>-0.211</u>	<u>-0.928</u>	0.273
IV	27-52	-0.013	-0.477	0.186

Таблица 2. Разница между максимальной и минимальной величинами Q_-/Q_+ в зависимости от способа обработки кристалла.

Способ обработки	Номера облучений N	Изменение Q_-/Q_+
H ₂ O	1-25	5.60
HNO ₃	1-6	2.13
T~700 K	1-8	1.04

Основным отличием в изменении величины Q_-/Q_+ от номера облучения **N** участков I (**N=1-6**) и II (**N=4-23**) является возможность в последнем случае аппроксимации полученных данных при малом количестве облучений (до 4) в виде уравнения (1) не только с положительным, но и с отрицательным знаком углового коэффициента **K₁** (рис. 2, **N=6-9, 14-16** и др.). Для стехиометрического кристалла такое изменение Q_-/Q_+ означает, что на участке II происходит как увеличение (при положительном знаке углового коэффициента **K₁**), так и уменьшение (при отрицательном знаке углового коэффициента **K₁**) температуры поверхности кристалла и скорости его испарения в результате изменения поглотательной способности кристалла. При неизменных параметрах облучения уменьшение поглотательной способности кристалла связано с уменьшением концентрации нестехиометрического цинка, которое происходит в результате уменьшения гидролиза поверхности кристалла. Завершение процесса гидролиза происходит на III участке зависимости $Q_-/Q_+ = f(N)$ (рис. 2), что приводит к значительному уменьшению величины Q_-/Q_+ .

Представление всех полученных результатов участка II (**N=4-23**) в виде уравнения (1) приводит к маленьким и незначимым угловому коэффициенту **K₁=0.012** и коэффициенту корреляции **R₁=0.243**. Стандартная ошибка **S₁=0.279** для выбранной аппроксимации не превышает стандартную ошибку на участке I (**S₁=0.379**), для которого **R₁=0.939** (таб. 1). Это свидетельствует, что полученные результаты,

несмотря на слабую функциональную связь, могут быть аппроксимированы уравнением (1). Поскольку угловой коэффициент для этой прямой мал и незначим ($K_1=0.012$), испарению кристалла на этом участке можно сопоставить стационарное испарение этого кристалла с постоянной температурой, определяемой усредненной величиной Q_- / Q_+ .

Угловой коэффициент уравнения (1) для участка IV (таб. 1) также мал и незначим. Однако процесс испарения на этом участке происходит после завершения гидролиза поверхности кристалла. Поглощение лучистой энергии в этом случае может происходить на кластерах, состоящих из щелочных металлов [10].

При стационарном испарении степень ионизации испаряемых атомов и поглощательная способность кристалла не меняются. Поэтому количеству электрических зарядов, эмитированных за время импульса облучения, можно сопоставить пропорциональное им количество испаряемых за время импульса облучения атомов, а их изменению - изменению площади испарения кристалла (или изменению количества центров поглощения в зоне облучения [9]).

Представим изменение заряда на участках II и IV (рис. 3) в виде прямых линий, определяемых уравнением:

$$Q_- = K_2 \cdot N + C_2 \quad (2)$$

где: K_2 - угловой коэффициент,

C_2 - константа.

В таб. 3 представлены изменения углового коэффициента K_2 для участков II и IV, когда испарение кристалла ZnSe можно рассматривать в приближении стационарного испарения. Из этой таблицы видно, что при испарении кристалла под действием импульсного излучения неодимового лазера с энергетической освещенностью $3.45 \cdot 10^7 \text{ Вт/м}^2$ происходит как увеличение, так и уменьшение площади испарения, и это изменение на II участке больше

Таблица. 3. Изменение углового коэффициента K_2 на участках II (**N=4-23**) и. IV (**N=27-52**)

N	K_2	N	K_2
5-16	-2.91	27-41	-0.37
16-20	+21.94	41-43	14.04
20-22	-26.56	44-49	-2.62

Выводы

1. Показано, что изменение термоионного тока, возникающего при испарении кристалла ZnSe под действием импульсного излучения неодимового лазера, соответствует динамике испарения кристалла в вакууме.
2. Экспериментально показано определяющее влияние гидролиза поверхности на начальном этапе испарения кристалла ZnSe.
3. Показано, что при испарении кристалла ZnSe площадь испарения может, как увеличиваться, так и уменьшаться.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] В. Т. Сотников, С. С. Добротворский, Э. Ф. Запечельнюк, М. В. Добротворская, *Поверхность. Физика, химия, механика*, 9(1986)103.
- [2] Э. Ф. Запечельнюк, В. Т. Сотников, С. С. Добротворский, *Источники и ускорители плазмы, сб. трудов, ХАИ, Харьков* 7(1983)134.
- [3] Р. Б. Тагиров, Н. А. Зюзин, Э. Т. Тальдаев и др, *Вакуумная техника. Науч.-техн. сборник*, Казань, 1(1968)92.
- [4] Р. Б. Тагиров, М. А. Валидов, Н. А. Зюзин и др. *Вакуумная техника, Науч.-техн. сборник*, Казань: 2(1970)12.
- [5] Г. Я. Пикус, Г. Е. Чайка, *ЖФХ*, **52**,12(1978)3110.
- [6] Э. Я. Зандберг, Н. И. Ионов, *Поверхностная ионизация*, Наука, Москва (1969).
- [7] В. С. Фоменко, *Эмиссионные свойства материалов*, Наукова думка, Киев (1981).

- [8] Р. А. Назипов, Р. Б. Тагиров, Э. Ф. Запечельнюк, Н. А. Зюзин, *Когерентная оптика и оптическая спектроскопия, сб. статей, КГУ, Казань (2003)287.*
- [9] Э. Ф. Запечельнюк, Н. А. Зюзин, *Когерентная оптика и оптическая спектроскопия, сб. статей, КГУ, Казань (2002)107.*
- [10] В. Т. Сотников, С. С. Добротворский, Л. Н. Григорьева, *Поверхность. Физика, химия, механика, 5(1984)118.*