Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Томский государственный университет систем управления и
радиоэлектроники» (ТУСУР)

На правах рукописи

Орликов Николай Леонидович

ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ДЛИННОМЕРНЫХ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ПОНИЖЕННЫХ ДАВЛЕНИЯХ

05.09.02 - Электротехнические материалы и изделия

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор технических наук,
профессор
Носков Д.А.

Научный консультант:
доктор технических наук
Гынгазов С.А.

Томск –2016

Содержание

Введение..... 6
Глава 1. Исследование глубины залегания газа в стальной проволоке 14
1.1 Обзор методов определения механизма выделения газа..... 15
1.1.1 Определение механизма выделения газа из анализа кривых 15
газовыделения..... 15
1.1.2 Определение механизма выделения газа из анализа коэффициентов диффузии..... 16
1.1.3. Определение механизма выделения газов по анализу десорбционных кривых 17
1.2. Экспериментальный комплекс 19
1.2.1. Методика обработки спектрограмм 21
1.2.2. Методика количественной градуировки омегатрона 21
1.2.3. Расчет согласования времен индикации потока 23
1.2.4 Метод накопления при анализе механизма выделения газа..... 24
1.2.5. Методика расшифровки спектра масс 25
1.3. Определение механизма выделения газов из электродной проволоки 26
1.3.1. Исследование спектров общего газовыделения из стальной электродной проволоки..... 27
1.3.2. Исследование механизма выделения кислорода из стальной электродной проволоки..... 28
1.3.3. Анализ выделения газа из электродной проволоки в процессе вакуумного отжига..... 29
1.3.4. Анализ выделения газа на переменных скоростях нагрева..... 31
Глава 2. Исследование формирования защитных пленочных покрытий на длинномерных материалах, вводимых из атмосферы в область низкого давления34
2.1. Визуализация потока пара..... 35
2.2. Анализ способов управления формированием толщины пленки 38
2.2.1. Параметрическое управление потоком пара..... 39

2.2.2. Общая схема параметрического управления потоком пара 40
2.2.3. Геометрическое управление потоком пара 42
2.2.4. Влияние плазмы электронного потока на конденсацию пара 44
2.2.5. Формирование пленочных покрытий при повышенных давлениях 47
2.3.1. Фазовая диаграмма и изобарный потенциал 50
2.3.2 Моделирование формирования защитного покрытия на электротехническом материале при обмене газа 51
Глава 3. Исследование условий уменьшения потребляемой мощности для ввода длинномерных материалов из атмосферы в вакуум и вывода из вакуума в атмосферу 57
3.1 Суть проблемы 57
3.2. Анализ течения газа в устройстве ввода/вывода проволоки 59
3.2.1. Визуализация течения потока газа в устройстве для обработки проволоки 59
3.2.2. Влияние параметров устройства ввода/вывода на давление в камере обработки 61
3.2.3. Зависимость давления в плазменной камере от формы выводных элементов 63
3.2.4. Устройства вывода с отклонением газового потока 65
3.2.5. Устройство вывода с дополнительной подачей газа 67
3.2.6. Предельные возможности повышения перепада давления за счет усложнения формы элементов 69
3.3. Электрофизические способы создания перепада давления 70
3.3.1. Предельные возможности создания перепада давления с помощью газодинамических эффектов 70
3.3.2. Исследование влияния разряда на расход газа в устройство ввода/вывода . 72
3.3.3. Стационарный дуговой разряд между элементами 73
3.3.4 Откачивающее действие разряда 73
3.4. Устройства ввода/вывода с виртуальными элементами 74
3.5. Выводы по электрофизическим способам повышения эффективности выводных устройств 76

Глава 4. Конструирование устройств для электрофизической обработки электротехнических материалов 78
4.1. Рекомендации по расчету и согласованию устройств для поточной обработки электротехнических материалов..... 78
4.1.1. Расчет потребляемой мощности..... 78
4.1.2. Согласование по необходимой производительности откачных средств 79
4.1.3. Расчет устройства для ввода/вывода проволок 79
4.1.4. Согласование передаточных характеристик устройства для вывода с работой вакуумных насосов..... 83
4.1.5. Согласование вольтамперной характеристики устройства 83
4.1.6. Защита системы с выводом длинномерных электротехнических материалов от электрических пробоев 84
4.2. Схемы устройств для поточной обработки проволок..... 85
4.2.1. Устройство для обработки проволочных материалов 85
4.2.2. Устройство с камерой ионной очистки и камерой плазменного нагревателя 88
4.2.3. Устройство для очистки толстых проволок в импульсном дуговом разряде..... 90
Устройство для очистки и отжига «столбовой» проволоки..... 92
4.2.5. Устройство для отжига проволочных испарителей с магнитным полем и плазменным контактом..... 94
4.2.6 Устройство для поточного отжига электродной проволоки между разнесенными плазменными контактами..... 95
4.3 Схемы устройств для формирования пленок..... 96
4.3.1 Устройство для поточного алюминирования фторопластовых и полиэтиленовых пленок 96
4.3.2. Устройство для поточного алюминирования проволочных материалов..... 99
4.3.4. Устройство для цинкования длинномерных материалов 101
4.3.5 Устройства для переработки полимеров и формирования полимерных покрытий..... 103

5. Заключение. Основные результаты работы 107
Список литературы 114
Приложение А Документы об использовании результатов работы 137

Введение

Актуальность темы исследования. В последнее время расширяется применение методов обработки электротехнических материалов потоками электронов ионов и плазмы взамен энергоемких и громоздких механических и химических методов [1–15]. Актуальность темы исследования определяется высокой потребностью в разработке основ электрофизических технологий, обеспечивающих эффективную высокопроизводительную обработку длинномерных электротехнических материалов и нанесение покрытий в условиях поточной обработки. Однако при применении поточной электрофизической обработки длинномерных электротехнических материалов возникает задача ввода материала из атмосферы в область низких давлений, очистки от загрязнений и газов, формирование защитного покрытия и вывода материала обратно в атмосферу. Вместе с тем пока недостаточно исследованы процессы обеспечения вакуума при открытых отверстиях вакуумных камер, необходимых для ввода материала в область обработки. Недостаточно исследованы физико-химические процессы выделения газа из материала в процессе электрофизической обработки, а также процессы формирования покрытий в условиях поточной обработки материала при пониженном давлении.

Актуальность работы в научном аспекте определяется необходимостью исследования процессов, сопровождающих поточную электрофизическую обработку длинномерных электротехнических материалов. Актуальность в прикладном аспекте определяется тем, что недостаточно разработаны основы проектирования проточных вакуумных систем с вводом материалов из атмосферы в область пониженного давления [16 – 75].

В связи с этим, работа, направленная на исследование закономерностей электрофизической обработки длинномерных электротехнических материалов при пониженном давлении является **актуальной.**

Работа выполнена в рамках приоритетных направлений развития науки,

технологий и техники в РФ (п. 8: Энергоэффективность, энергосбережение, ядерная энергетика) по направлению «Производственные технологии»; Федеральная целевая программа: «Исследование и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технического комплекса России на 2014 – 2020 г.г; постановление Правительства № 218 по созданию высокотехнологичного производства в рамках подпрограммы «Институциональное развитие научно-исследовательского сектора»; гранты Президента Российской Федерации для государственной поддержки ведущих научных школ НШ-422.2014.8 (2014–2015 г.г.), а также Федеральной целевой программы «Кадры, гос контракт № 02.740. 11.0553», госзадания Минобрнауки РФ (проект 7.2647.2011)

Объект исследования: промышленные процессы поточной ионной и термической обработки металлических проволочных электротехнических материалов, которые вводятся из атмосферы в область газоразрядной плазмы высоковольтного тлеющего разряда с давлением 1 – 10 Па и выводятся обратно в атмосферу.

Предмет исследования. Исследование процесса ионной очистки, удаления газов и отжига модифицированных электродных проволок марки $С_в$-12 ГС для сварочных электродов марки Э-138/50 Н. Определение закономерности сорбционных процессов кислорода в таких материалах, определяющих коррозионную стойкость сварочных швов. Исследование закономерности формирования защитного цинкового покрытия на железной проволоке в условиях совмещения процессов ионной очистки и отжига в условиях поточной обработки в проточной вакуумной системе с натеканием и откачкой газа, а также закономерности поточной электрофизической обработки вольфрамовой и молибденовой проволок.

Степень разработанности темы. Исследованием процессов обработки электротехнических материалов с использованием электронов, ионов и плазмы при пониженном давлении занимаются в Институте электрофизики УрО РАН, г. Екатеринбург, (Гаврилов Н.В., Овчинников В.В. и др.), ИСЭ СОРАН, г. Томск (Коваль Н.Н, Королев Н.Д., Окс Е.М. и др.), ИФПМ СОРАН, Томск (Кульков

С.Н., Зуев Л.Б, Сараев Ю.Н., Лотков А.И. и др.), ИФМ СОРАН г. Улан-Удэ (Семенов А.П) и ряде других предприятий (практически везде, где имеются вакуумные технологии).

Недостаточно изученными являются процессы определения глубины залегания газа в материале; процессы отжига, очистки, формирования пленочных покрытий в форвакуумном диапазоне давлений 1 – 10 Па. Традиционные технологии не приспособлены для формирования пленок на материалах, вводимых из атмосферы. Обеспечение вакуума в генераторе плазмы требует большой мощности для обеспечения вакуума в вакуумной камере, имеющей отверстие в атмосферу для ввода материала. Затраты мощности составляют 5–10 кВт на 1 мм^2 площади выводного отверстия, что сдерживает технологии поточной электрофизической обработки длинномерных электротехнических материалов.

Целью работы является исследование физико-химических процессов, определяющих свойства длинномерных электротехнических материалов и изделий при их обработке в проточных форвакуумных системах в условиях с непрерывным поступлением и откачкой газа и наносимых в таких условиях тонкопленочных покрытиях.

Метод решения задач (идея) состоит в обработке материала потоком ионов или электронов в процессе его непрерывной протяжки через отверстия вакуумной камеры. В камере обеспечивается высоковольтный тлеющий разряд при давлениях 1 – 10 Па. Электротехнический материал подвергается ионной очистке, термическому отжигу и формированию на нем защитного покрытия. Для уменьшения энергетических затрат на отжиг проводится определение глубины залегания газа в материале. Для формирования защитных покрытий проводится визуализация потока пара испаряемого материала. Для формирования качественных защитных покрытий исследуется формирование пленок при натекании газа в систему с одновременной откачкой газа. Для уменьшения энергетических затрат на откачку газа, поступающего через отверстия протяжки материала, материал последовательно протягивается через

камеру промежуточной откачки и рабочую камеру. Камера промежуточной откачки обеспечивает уменьшение давления до величины 1 – 20 кПа, которое обеспечивается отдельным вакуумным насосом. Остальной газ откачивается из рабочей камеры до давления 1 – 10 Па, при котором возможно горение высоковольтного разряда. Для повышения эффективности удаления газа используются газодинамические и электрофизические эффекты.

Для осуществления поставленной цели решены следующие **задачи:**

1) разработана методика анализа глубины залегания газа в материале. Это минимизирует энергетические затраты на последующие операции удаления газа и отжига материалов;

2) исследованы закономерности формирования защитных пленочных покрытий в условиях натекания газа и ограниченном пространстве разлета паров;

3) определены закономерности повышения эффективности удаления газа для обеспечения вакуума при вводе электротехнических материалов из атмосферы;

4) разработаны рекомендации по расчету и конструированию систем для обработки длинномерных электротехнических материалов.

Научная новизна работы заключается в следующем:

1) Впервые показана связь потока газовыделения и скорости нагрева материала с глубиной залегания газов в материале. Теоретически и экспериментально обоснован метод оперативной диагностики глубины локализации газов в металле.

2) Показано, что при термическом испарении материалов в проточных системах (с откачкой и напуском газа) эффективность химического взаимодействия паров распыляемого материала с парами окружающей атмосферы существенно уменьшается по сравнению с формированием пленочных покрытий в непроточных системах без напуска газа. Это обусловлено уменьшением температуры в области взаимодействия газа с испаряемым материалом за счет охлаждения поступающим потоком газа.

3) Установлены закономерности формирования покрытий в условиях ограниченного пространства. Они заключаются в том, что при повышении давления область однородности паров испаряемого материала смещается в сторону источника. Необходимым условием получения покрытий с высокой равномерностью и адгезией является нагрев испаряемого вещества до температуры, при которой давление паров испаряемого металла превышает давление остаточного газа.

4) Предложены критерии расчета взаимного расположения и выбора формы элементов для ввода и вывода материала из атмосферы в вакуум, при которых повышается эффективность удаления газа из системы поточной обработки.

5) Впервые предложены электрофизические способы повышения эффективности удаления газа из проточных систем обработки материалов.

6) Показано, что тлеющий разряд повышает равномерность конденсации пара на подложке и оказывает частичное экранирующее действие на конденсацию пара.

Теоретическая значимость работы заключается в установлении закономерностей протекания процессов в проточных системах при обмене газа, изменении геометрических размеров оборудования, давления или температуры.

Практическая значимость работы. Разработаны экспериментальные устройства для поточной ионной очистки и отжига стальной электродной проволоки, вольфрамовой проволоки для тел накала, молибденовой проволоки для держателей тел накала; разработаны устройства для непрерывного алюминирования рулонного фторопласта для конденсаторов. Разработаны устройства для утилизации отходов фторопласта в порошок. Получены практические рекомендации для конструирования систем с вводом материалов из атмосферы в область пониженного давления.

Результаты работы могут найти применение в системах промышленного нагрева, в строительстве, в научных исследованиях. Результаты работы защищены 5 патентами.

Реализация работы. Результаты работы внедрены в ИФПМ СОРАН, в ТУСУРе.

Методология и методы диссертационного исследования. Анализ результатов проводился с привлечением математического моделирования вакуумной техники, аппарата динамики газовых потоков для расчетов и оценки совпадения экспериментальных и расчетных данных. Измерения толщины пленок проводились на микроскопах МИИ-4, МИМ-7. Направление реакции взаимодействия паров с остаточным газом оценивалось измерением давления за время напыления. Оценка изменений в составе пленки проводилась по измерению показателя преломления на эллипсометре ЛЭМ-2. В отдельных случаях элементный состав покрытий исследовался на растровом сканирующем микроскопе HITACI TM 3000. Визуализация потока пара и газа проводилась в плазме тлеющего разряда. Потоки выделяющихся газов и их спектр оценивались измерителем парциальных давлений ИПДО-1, с записью интенсивности компонент спектра (кислород, азот, аргон, вода) на осциллограф С8-17 с приставкой для расширения времени развертки.

Положения, выносимые на защиту

1. При нагреве электротехнического материала в форвакуумном диапазоне давлений (1 – 10 Па) суммарное выделение газа из материала формируется потоками газа с поверхностных и внутренних слоев. Относительный вклад этих двух потоков зависит от скорости нагрева. Оценивая интенсивность суммарного потока при разных скоростях нагрева, можно определить, на какой глубине преимущественно располагается газ. Если с увеличением скорости нагрева суммарный поток уменьшается, то это свидетельствует о смещении максимума распределения концентрации сорбированных газов в глубь материала.

Информация о глубине залегания газа может использоваться для минимизации энергетических затрат на удаление газов из материала за счет оптимизации режимов нагрева.

2. При нанесении пленочных покрытий термическим испарением в вакуумной камере в диапазоне форвакуумных давлений необходимым условием получения тонкопленочных покрытий с высокой равномерностью и адгезией

является нагрев испаряемого вещества до температуры, при которой давление паров испаряемого металла превышает давление остаточного газа. В этих условиях в результате изменения механизма массопереноса от молекулярного (при низких давлениях) к рассеянию на газе, область пространства однородности паров смещается в сторону источника. В результате равномерные по толщине пленочные покрытия формируются в условиях ограниченных размеров рабочих камер вакуумных установок при повышенных давлениях остаточного газа.

3. При формировании пленочных покрытий термическим испарением металлов в проточных системах с напуском и откачкой газа происходит снижение концентрации соединений элементов испаряемого материала с компонентами рабочего газа по сравнению с непроточными системами. Это связано с тем, что поступающий в камеру газ понижает температуру паров материала, что приводит к снижению скорости реакции паров испаряемого материала с компонентами рабочего газа. Изменяя поток газа, можно изменять состав пленки от металлической до промежуточных соединений металлов с компонентами рабочего газа.

4. В проточной вакуумной системе, содержащей последовательно расположенные камеру для промежуточной откачки газа и рабочую камеру, зажигание локального дугового или тлеющего разряда в камере промежуточной откачки газа приводит к изменению вектора направленности потока газа из-за его нагрева. Это приводит к уменьшению интенсивности поступающего в рабочую камеру газового потока и позволяет снизить мощность, необходимую для откачки газа из рабочей камеры.

Степень достоверности результатов диссертационной работы подтверждается результатами, полученными с использованием независимых дублирующих экспериментальных методик; проведением измерений на различных экспериментальных установках; совпадением результатов экспериментов с результатами теоретического моделирования, а также сравнением полученных результатов с результатами других исследователей; обсуждением основных положений работы на всероссийских и международных

конференциях и их публикациях в рецензируемых научных журналах; практической реализацией научных положений и выводов при создании конкретных устройств.

Личный вклад. Автор внес определяющий вклад в проведение экспериментов, анализ полученных результатов и разработку конструкций устройств. Соавторы, принимавшие участие в работе, указаны в списке публикаций по теме диссертации. Все результаты, составляющие научную новизну диссертации и выносимые на защиту, получены автором лично.

Апробация работы. Результаты работы доложены на международных конференциях: 4, 5, 6, 7-я Международные конференции «Актуальные проблемы электронного приборостроения» Новосибирск 1998, 2000, 2002; Саратов 2000 г., «Конверсия науки – международному сотрудничеству», Томск, 1999; «Высоковольтная микроволновая электроника»: MIA-ME'99 Новосибирск, 1999 г.; «Измерения и контроль» (ИКИ-2000), Барнаул, 2000 г.; «Интеллектуальные и природные ресурсы Сибири», Барнаул 2001; Радиационная физика и химия РФХ-12, Томск, 2003; Химия твердого тела и современные микро- и нанотехнологии, Кисловодск, 2008; «Радиационно-термические эффекты и процессы в неорганических материалах 2008 г., 2014 г. Томск; «Исследование, разработка и применение высоких технологий в промышленности». С-Петербург 2010; «Энергосбережение, электромагнитная совместимость и качество в электрических цепях». Пенза, ПДЗ, 2010; материалы и технологии XXI века, Пенза, ПДЗ, 2004 г., 2015 г.

Публикации. Содержание диссертации опубликовано в 12 журналах из Перечня ВАК, в 46 трудах и материалах международных конференций, 3 сборниках научных трудов, в 5 докладах на всероссийских конференциях, 11 тезисах на региональных и международных конференциях, в 5 патентах.

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, заключения, приложения и списка литературы. Объем диссертации – 139 страницы, включая 46 рисунков, 11 таблиц, 1 приложение.

Глава 1. Исследование глубины залегания газа в стальной проволоке

Источники данной работы в состоят в том, что ставилась задача выяснить причину коррозии сварных швов плавательных судов. Особенно актуальным является определение и удаление газов, локализованных в сварочных электродах марки Э-138/50Н, в частности кислорода. Решение этой задачи отвечает на вопрос: на какой стадии изготовления сварочной проволоки модификации марки $С_в$-12ГС кислород попадает в металл. При нарушениях металлургии газ расположен в глубине металла. При нарушении технологии волочения газ расположен возле поверхности.

Анализ литературных источников показал, что существующие способы определения глубины залегания газов являются ориентировочными [7 – 15]. Соответственно остается неопределенным вопрос: сколько времени и при какой температуре проводить отжиг материала для удаления газов?

Проблема удаления газа актуальна также при подготовке материалов для электролампового производства, где необходима очистка и отжиг железной проволоки, служащей в качестве кернов для навивки вольфрамовых нитей накала, а также очистка и отжиг вольфрамовой и молибденовой проволоки.

Существующие технологии удаления газов в термических и водородных печах требуют больших площадей, энергетических затрат и экологически не безопасны.

В последнее время развиваются электрофизические методы обработки материалов потоками ионов и электронов. Вместе с тем пока недостаточно исследованы процессы удаления газов при электрофизической обработке.

С целью уточнения глубины залегания газа в стальном проволочном материале проводились теоретические и экспериментальные исследования.

1.1 Обзор методов определения механизма выделения газа

1.1.1 Определение механизма выделения газа из анализа кривых газовыделения

Традиционно определение механизма выделения газа (поверхностный, приповерхностный, диффузионный) основывается на анализе параллельности теоретической и экспериментальной зависимости потока выделения газа от времени. Механизм выделения газа определяется по параллельности теоретических и экспериментальных кривых.

Механизм выделения газа может быть определен из решения уравнения Фика для нестационарного процесса диффузии [9] путем дифференцирования выражения для количества газа, выделяемого каждой единицей поверхности детали определенной полутолщины «*a*» за время обезгаживания «*t*.»

$$Q_t = 8aCo/\pi^2\,[1-exp(-D\pi^2 t/4a^2)]\ , \qquad (1.1)$$

где Q_t – количество газа, выделившегося с единицы поверхности детали, $м^3Па/м^2$;

Co – начальная концентрация газа внутри материала детали, $м^{-3}$;

D – коэффициент диффузии газа в материале детали, $м^2/с$;

t – время обезгаживания, с.;

Скорость выделения газа будет определяться выражением :

$$g^1 = dQ_t/dt = 2Dco/a \cdot exp\,(-D\pi^2 t/4a^2)\ , \qquad (1.2)$$

где g^1 – удельная скорость выделения газа, $м^3Па/(м^2 с)$

Как видно из этого выражения (1.2), скорость выделения газа определяется не только концентрацией газа в материале, но и коэффициентом диффузии газа *D*. Коэффициент диффузии сильно зависит от температуры и рассчитывается по формуле :

$$D = Do\ exp\ (-Eд/jRT), \qquad (1.3)$$

где *Do* – коэффициент диффузии в нормальных условиях;

Eд – энергия активации диффузии для системы газ– твердое тело, Дж/кмоль;

j – коэфициент, зависящий от характера растворения газа в твердом теле, (равен числу атомов в молекуле газа для систем газ–металл, *j*=1 для систем газ–неметалл). В таблице 1.1 представлены константы диффузии и энергии активации некоторых металлов [8].

Таблица 1.1 – Константы диффузии и энергии активации

Газ	H_2				O_2		CO	
Металлы	Fe	Ni	Cu	Mo	Fe	Ni	Fe	Ni
$D_o \cdot 10^{-7}$, м^2/с	1,5	30	11	0,7	39	1,9	130	5,4
$E_d \cdot 10^{-6}$, Дж/кмоль	14,7	72	153	987	83	679	163	197

Подставляя эти значения в выражения (1.1) и (1.2), строят зависимость удельной скорости выделения газа g^1 от времени t. Далее строятся теоретическая и экспериментальная зависимости потока выделения газа от времени и сравнивается их параллельность.

1.1.2 Определение механизма выделения газа из анализа коэффициентов диффузии

Определить механизм выделившегося газа из материала (в случае чисто диффузионного механизма выделения газа) можно по величине коэффициента диффузии. Для определения коэффициента диффузии необходимо знать зависимость скорости выделения газа g^1 от времени при постоянной температуре. Логарифмируя исходное уравнение Фика (1.1) для диффузии, получим:

$$\ln g^1 = \ln(2CoD/a) - (D\,\pi^2/4a^2)t.$$

Таким образом, зависимость логарифма скорости выделения газа от времени представляет собой прямую линию с начальной ординатой $\ln(2CoD/a)$ и углом наклона, определяемым коэффициентом при t.

$$\mathrm{tg}\,\alpha = D\,\pi^2/4a^2,$$

откуда

$$D = 4a^2 / \pi^2 \operatorname{tg}\alpha$$

На практике для расчета коэффициентов диффузии в области температур от 623 до 1123 К следует пользоваться следующими формулами [99]:

$$D_{H_2} = 9{,}5 \text{ x} \cdot 10^{-4} \exp(-5421/T); \quad (1.4)$$

$$D_{O_2} = 1{,}8\ 9 \text{ x } 10^{-9} \exp(-40770/T);$$

(1.5)

$$D_{CO} = 5{,}4 \cdot 10^{-7} \exp(-11600/T). \quad (1.6)$$

Расчеты, проведенные в процессе исследований, показывают, что коэффициент диффузии из измеряемых образцов стали составляет величину~10^{-5} м^2/с, что является достаточно большой величиной, на 4 порядка превышающей коэффициент диффузии для вольфрама и сталей. Это свидетельствует о необходимости разработки более точных методик определения механизма выделения газа.

1.1.3. Определение механизма выделения газов по анализу десорбционных кривых

При диффузионном механизме выделения газа зависимость ln g^1 от времени представляет собой прямую линию. При глубине выделения газа меньше половины толщины материала детали удельная скорость выделения газа описывается уравнением:

$$g^1 = Co(D/\pi t)^{0,5} \quad (1.7)$$

Логарифмируя это выражение, получаем

$\ln g^1 = \ln(Co \cdot D^{0,5} \cdot \pi^{-0,5}) - 0{,}5 \ln t.$

Построив зависимость удельной скорости выделения газа g^1 от времени t в логарифмическом масштабе, получим прямую линию.

Скорость выделения диффузионного глубинного газа пропорциональна $1/t^{0,5}$, хемисорбированного газа пропорциональна $1/t$, а газа, образующегося при

поверхностной термической диссоциации, – $1/t^2$.

Для идентификации механизма выделения газа необходимо построить в логарифмическом масштабе экспериментально полученную зависимость скорости выделения газа от времени и в этой же системе координат построить вышеуказанные теоретические зависимости ($g^1=k_1/t^{0,5}$, $g^1=k_2/t$, $g^1=k_3/t^2$). Значения констант k_1, k_2, k_3 для теоретических кривых подсчитываются для точки пересечения экспериментальной зависимости $g^1=f(t)$ с осью ординат. Параллельность одной из теоретических прямых, экспериментально полученной, свидетельствует об идентичности механизма выделения газа.

Вывод. В итоге обзора методик определения механизма выделения газа выяснено, что существуют три методики определения механизма выделения газа: первая – по решению уравнения Фика, вторая – по сравнению коэффициентов диффузии известных газов (H_2, CO, O_2 и др), третья – по анализу десорбционных кривых. Из анализа методик следует, что первые две методики наиболее приемлемы для «идеальных» материалов и применимы в определенном диапазоне температур. Использование методик требует длительного времени, специального сверхвысоковакуумного оборудования и высокочувствительной спектрометрической аппаратуры. Однако для ряда систем металл – газ чувствительность методов оказывается низкой. Особенно это касается присутствия кислорода в железе, который не может быть быстро удален из-за большой энергии связи (~75 ккал/моль, что соответствует температуре 1227 K), превышающей энергию связи азотных и углеводородных компонент в этом же металле.

Таким образом, наиболее достоверной можно считать методику определения механизма выделения газа по измерению потока выделения газа при длительном (6 – 8 часов) изотермическом нагреве при 1100 K с анализом параллельности десорбционных кривых.

С целью уточнения механизма выделения кислорода из реальной проволоки для сварочных электродов проводились экспериментальные исследования. Предлагаемый путь определения механизма выделения

кислорода основывается на анализе параллельности хода кривых зависимости потока выделения газа от времени и сравнении экспериментальных и теоретических коэффициентов диффузии.

1.2. Экспериментальный комплекс

Исследование процесса выделения газа проводились на типовой установке вакуумного напыления типа УВН-2М. Экспериментальный комплекс состоит из вакуумной группы с датчиками давления, блока измерения парциальных давлений типа ИПДО-1 (омегатрон) с лампой РМО-4, системы функционального нагрева образцов и поддержания температуры на базе микропроцессора установки СУОЛ-0,25, перестроенной под ПИД-закон поддержания температуры. Между вакуумной камерой и диффузионным насосом помещалась наборная диафрагма, позволяющая изменять эффективную скорость откачки камеры и улучшать откачку омегатрона. На рис.1.1 представлена схема экспериментального комплекса.

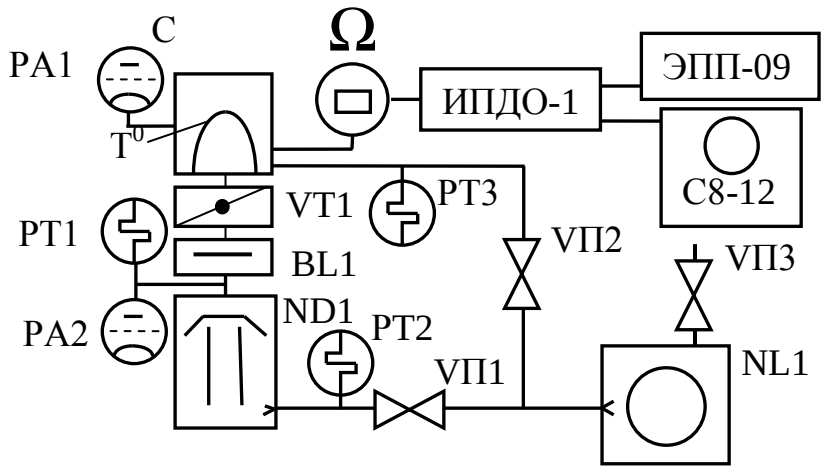


Рисунок 1.1 – Схема экспериментального комплекса для спектрометрических измерений: PA1, PA2, PT1, PT2, PT3 – датчики давления; C – вакуумная камера; VT1, VП1, VП2, VП3 – затворы; BL1 – азотная ловушка; NL1, ND1 – механический и диффузионный насосы, соответственно; Ω – масс-спектрометрическая лампа

В качестве образца исследовался отрезок электродной проволоки диаметром 3 мм, длиной 30 см (испаритель). Температура нагрева проволочного испарителя контролировалась хромель-алюмелевой термопарой, укрепленной на испарителе с помощью специально изготовленного отожженного никелевого зажима. Запись спектра остаточных газов в вакуумной камере проводилась самописцем ЭПП-09. Параллельно проводилась запись интенсивности компонент спектра (кислорода, азота, аргона, воды) с помощью запоминающих осциллографов С8-12 и С8-17 с приставкой для расширения времени развертки до полутора минут. Величина потока газа измерялась автоматически методом двух манометров МТ-6, установленных по обе стороны измерительной диафрагмы.

Оценка погрешности измерения давления проводилась с учетом ОСТ 11.293. 030.87, согласно которому, погрешность датчиков ПМТ-2, ПМИ-2 ~20 %, погрешность измерения спектра газов ~25 % при вероятности индикации 90 %. Предварительно отградуированные приборы всегда имеют нормальный (гауссовский) закон распределения погрешностей. Доверительная вероятность вычисляется с помощью коэффициентов Стьюдента t, равных отношению абсолютной погрешности $б(x)$ к среднеквадратичной $б<x>(t=б(x)/б(<x>)$ [76]. Для лабораторной практики рекомендуется принимать $б(x)=2–3б(<x>)$. Среднеквадратичная погрешность вычислялась по соотношению:

$$б(<x>)=[\sum(X_i-<X>)^2/n(n-1)]^{0,5}, \qquad (1.8)$$

где $<X>$ – среднеарифметическое значение; X_i – текущие значения; n – число измерений. За истинное значение принимается среднеарифметическое значение всех n измерений. Максимальный класс точности применяемых приборов равнялся 1,0. В итоге при доверительном интервале $б(x)=2б(<x>)$ вероятность достоверного отсчета составляет 90 % уже при 6 измерениях.

В случае проведения экспериментов повторение проводилось 10–12 раз. При этом доверительная вероятность составляла более 98 %. При построении графиков абсолютные погрешности прибора (чаще половина цены деления) в

виде доверительных интервалов откладываются по обе стороны от кривой.

1.2.1. Методика обработки спектрограмм

Измеритель парциальных давлений ИПДО-1 (омегатрон) предназначен для качественного определения состава газов. При работе со спектрометром возникает проблема количественного измерения компоненты газа, которая недостаточно решена на экспериментальном уровне. В особенности это касается измерений компонентов исследуемых газов, которые, выделяясь в постоянно откачиваемую вакуумную камеру, не должны потеряться по пути к регистрирующей лампе.

1.2.2. Методика количественной градуировки омегатрона

При использовании омегатрона ИПДО-1 для количественного определения величины потока необходимо рассчитать его реальную чувствительность. За основу расчета чувствительности бралась методика [77]. Чувствительность по роду газа проверяется путем напуска известных газов (аргон, гелий, углекислый газ, азот, вода). Градуировка омегатрона проводится по реперным точкам. Первая реперная точка находится на пике водорода (M=2) в диапазоне резонансной частоты 1,9–2 МГц. Далее рассчитывается постоянная омегатрона «C» по формуле:

$$C = 2 f_{рез} M_2 \qquad (1.9)$$

Второй реперной точкой является резонансная частота аргона, определяемая по формуле:

$$f_{рез}\, Ar = C / 40 = 2 f_{рез}\, M_2 / 40$$

Опорным газом для количественной градуировки служил гелий. В качестве смеси для количественной градуировки использовался атмосферный

воздух, в котором концентрация гелия $\gamma = 5 \cdot 10^{-4}$ % (1/20000). В этом случае чувствительность омегатрона S_γ к концентрации газа определится выражением:

$$S_\gamma = \gamma / \alpha , \qquad (1.10)$$

где $\alpha = \alpha_1 - \alpha_2$ – отсчет в мВ, вызванный проникновением в омегатрон гелия при обдувании вакуумной камеры с концентрацией γ (α_1 – фоновый отсчет при отсутствии обдувания в мВ, α_2 – полный отсчет).

При достижении рабочего вакуума порядка $3 \cdot 10^{-3}$ Па ($2{,}5 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.) достигается фоновый отсчет в 20 делений. В дополнение известной методики градуировки омегатрона [77] для количественной градуировки необходимо знать скорость откачки газов из самого омегатрона. Зная эффективную скорость откачки омегатрона S, можно через уравнение непрерывности потока определить поток газа Q, вызывающий отсчет:

$$Q = PS = U(P_1 - P_2), \qquad (1.11)$$

где U – пропускная способность трубопровода к омегатрону;

P_1, P_2 – давления на концах трубопровода к омегатрону.

Для упрощения принимаем, что трубопровод к омегатрону очень короткий (в эксперименте длина трубопровода равна 10 см) и представляет собой отверстие диаметром d с молекулярным режимом течения газа, для которого можно пренебречь разностью давлений на концах трубопровода ($P_1 = P_2$):

$$U = 9{,}1 \cdot d^2 \text{ л/с}, \qquad (1.12)$$

где d – диаметр отверстия в см.

Подставляя экспериментальные величины d=1 см, получим U~10 л/с.

При эффективной скорости откачки омегатрона равной проводимости отверстия омегатрон будет реагировать на общий поток газа равный:

$$Q = 2{,}5 \cdot 10^{-5} \cdot 10 = 2{,}5 \cdot 10^{-4} \text{ Торр л/с} = 3{,}3 \cdot 10^{-5} \text{ Вт.}$$

При этом парциальный поток газа ($Q_п$), вызывающий отсчет α:

$Q_п = Q \cdot \gamma = 2{,}5 \cdot 10^{-4} \cdot 1/200000 = 2{,}5 \cdot 10^{-4} \cdot 5 \cdot 10^{-6} = 1{,}25 \cdot 10^{-9}$ Торр л/с=

$=1{,}6\cdot10^{-10}$ Вт.

Сравнение полученной величины ($1{,}6\cdot10^{-10}$ Вт) с паспортной ($1{,}2\cdot10^{-7}$ Торр л/с или $1{,}584\cdot10^{-8}$ Вт) показывает, что учет откачки газа из омегатрона позволил повысить чувствительность измерения спектра более чем на два порядка.

1.2.3. Расчет согласования времен индикации потока

В экспериментах исследовался спектр и количество газа, выделившегося в процессе прогрева стальной электродной проволоки. Сигнал компоненты газа принимался на ждущий осциллограф С8-12. Для устойчивой регистрации потока выделившегося газа, необходимо согласование параметров индикации, чтобы выделившийся поток газа не был мгновенно откачан насосной группой. Таким образом, для различения рода газа необходимо, чтобы время откачки выделившейся порции газа было меньше времени ее генерации и меньше времени развертки (t откачки $<$ t газовыд $<$ t развертки). Поток газа Q при откачке вакуумной камеры объемом V определяется соотношением:

$$Q=V\int dP/dt \qquad (1.13)$$

Эта величина может быть определена из графика зависимости изменения давления P от времени откачки. В качестве ориентира для выбора dt может служить время развертки осциллографа. Эксперименты показывают, что в камере объемом 100 литров изменение давления при обезгаживании образца испарителя (dP) отличается в 100 раз.

Время развертки спектрограммы в первом приближении может быть оценено из традиционной формулы для расчета времени откачки объема V с эффективной скоростью откачки этого объема $S_э$ от первоначального давления P_1 до конечного P_2:

$$t=V / S_э \, lnP_1 / P_2 \qquad (1.14)$$

При скорости откачки диффузионного насоса 2000 л/с, эффективная скорость откачки камеры через азотную ловушку шевронного типа составляет 1000 л/с. При перепаде давления на концах трубопровода к омегатрону в 2 раза ($P_1 / P_2 = 2$) получим искомое время развертки осциллографа:

$$t = 100 \cdot 10^{-3} / (10^{-3} \cdot 0{,}63) = 50 \text{ с} \sim 1 \text{ мин.}$$

1.2.4 Метод накопления при анализе механизма выделения газа

Суть данного метода состоит в накоплении сигнала и согласовании скорости откачки газа со скоростью выделения газа. Выделившийся газ не будет мгновенно откачен, а будет накоплен за счет ограниченной откачки. На рис. 1.2 представлена предлагаемая схема реализации метода накопления сигнала. Для уменьшения стационарного фона естественного потока выделения газа проводится прогрев нагревателя «Н», элементов испарителя и подложки «П» до температуры 500–800 К в течение 30 минут.

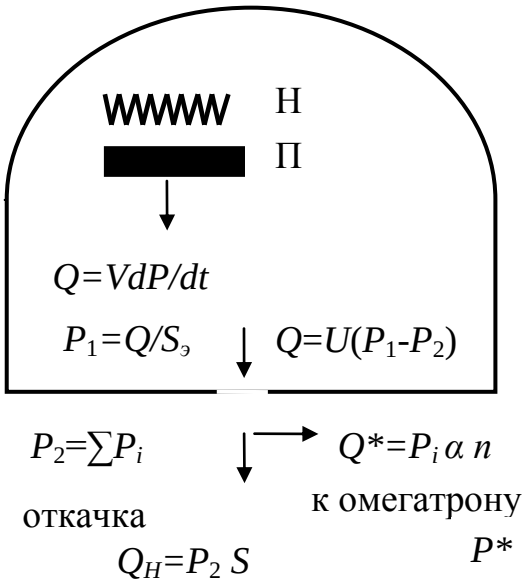


Рисунок 1.2 – Схема реализации метода накопления с распределением потоков газа

Графически поток выделения газа Q определяется через объем камеры V и изменение давления во времени соотношением:

$$Q = V\Delta P / \Delta t$$

Этот поток определяет давление P_1 в вакуумной камере в зависимости от эффективной скорости откачки газа $S_э$:

$$P_1 = Q / S_э$$

Поток газа в насос $Q_н$, пропускаемый диафрагмой на выходе камеры, определятся ее пропускной способностью U и разностью давлений по обе стороны диафрагмы:

$$Q_н = U(P_1 - P_2)$$

Часть этого потока Q^* попадает в омегатрон, который отслеживает поток, пропорциональный пропускной способности коммуникации U^* к омегатрону.

$$Q^* = P_2 S^* = U^* \cdot (P_2 - P^*)$$

(индекс * относится к омегатрону).

При коротком трубопроводе к омегатрону давления на его концах одинаковы (т.е. $P_2 = P^*$). Видно, что поток, регистрируемый омегатроном, пропорционален скорости его откачки S^* и пропускной способности коммуникации U^* к омегатрону.

Таким образом, при установке диафрагмы на входе в высоковакуумный насос в камере реализуется метод накопления выделившегося газа. При диаметре диафрагмы 7,5 см эффективная скорость откачки камеры составит 600 л/с, а время развертки осциллографа для устойчивой регистрации – 80 сек.

1.2.5. Методика расшифровки спектра масс

При включении омегатрона на его лимбе отражаются частоты, подаваемые на спектрометрическую лампу. Сигнал тока ионов, соответствующий частоте развертки, записывается на самописец или на осциллограф с удлиненной разверткой. Регистрируемая масса M и частота развертки f связаны соотношением:

$$M = 15{,}2\ B / f, \qquad (1.15)$$

где B – индукция магнитного поля (для омегатрона B=0,26 Тл); f – частота в МГц. Подставляя данные, находим резонансную частоту для молекулярного кислорода (M=32) f=0,123 МГц. В табл. 1.2 приведены данные для расшифровки спектра масс, взятые для интенсивности пиков равных 1.

Таблица 1.2 – Таблица расшифровки спектра масс

Частота, МГц	Масса иона	Компоненты	Частота, МГц	Масса иона	Компоненты
3,9	1	H^+	0,164	24	C_2^+
1,976	2	H_2	0,158	25	C_2H^+
0,988	4	He^+	0,152	26	C_2H_2
0,329	12	C^+	0,146	27	C_2H_3
0,304	13	CH^+	0,141	28	N_2, CO
0,28	14	N^+	0,136	29	C_2H_5
0,263	15	CH_3	0,131	30	C_2H_6
0,247	16	O^+ ,CH_4	0,123	32	O_2
0,232	17	OH^+	0,1	40	Ar
0,219	18	H_2O	0,089	44	CO_2
0,198	20	Ne^+			

Следует отметить, что для более полной расшифровки следует пользоваться таблицей, прилагаемой к прибору, и учитывать коэффициент вероятности интенсивности пиков.

1.3. Определение механизма выделения газов из электродной проволоки

Под механизмом выделения газа понимается, с какой глубины происходит выделение газа. Различают выделение газа с поверхности материала (поверхностный механизм), с приповерхностных слоев (приповерхностный механизм) и выделение из глубины материала (диффузионный механизм). Знание механизма выделения газа позволяет прогнозировать время и режим

удаления газа и, тем самым, оптимизировать энергетические затраты на отжиг проволоки.

1.3.1. Исследование спектров общего газовыделения из стальной электродной проволоки

С целью количественных измерений выделения газа проводились измерения спектра остаточных газов на «холодной» камере и в режиме нагрева электродной проволоки типа $С_в$-12 ГС. По данным сайта: metallicheckiy-portal.ru/electrodnaa_provoloka состав лигатуры электродной проволоки $С_в$-12 ГС следующий: углерод 0,14 %, кремний 0,6 %, марганец 0,8 – 1 %, хром до 0,2 %, никель 0,3 %, сера 0,025 %, фосфор 0,03 %.

На рисунке 1.3 представлен фрагмент спектра выделения газа из стальной электродной проволоки при температуре прогрева 1000 К.

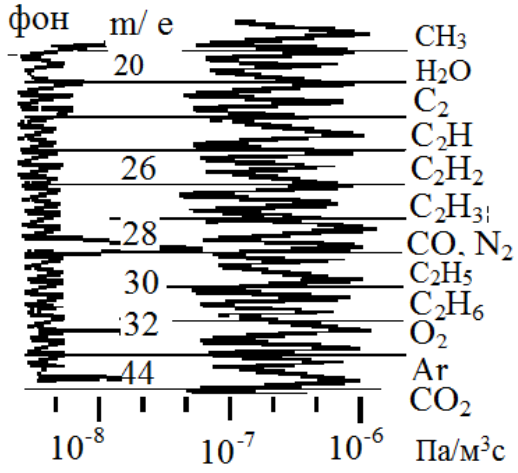


Рисунок 1.3 – Фрагмент спектра выделения газа

Видно, что спектр остаточных газов на «холодной камере» соответствует типичному спектру масляных средств откачки. При прогреве образца электродной стали диаметром 3 мм и длиной 30 см фон выделения газа возрастает в 30 – 100 раз.

1.3.2. Исследование механизма выделения кислорода из стальной электродной проволоки

Известные пути анализа на содержание кислорода заключаются в измерении потока выделившегося газа и анализе наклона кривой зависимости количества выделенного кислорода от времени при изотермическом обезгаживании. Считается, что при диффузионном механизме выделения газа выделившийся поток газа пропорционален $1/t^{0,5}$; при приповерхностном (хемосорбированном),– пропорционален $1/t$; при поверхностном механизме, обусловленном диссоциацией поверхностных соединений, – пропорционален $1/t^2$.

С целью исследования интенсивности процесса выделения газа из электродной проволоки проводился вакуумный прогрев отрезка стальной проволоки длиной 30 см при температуре 1100 К в течение двух часов (4 раза по 30 мин). Периодичность прогрева давала возможность остывать внутренним элементам вакуумной камеры (держателям, карусели, механизму перемещения образцов и пр.). На рисунке 1.4 представлены экспериментальные зависимости потока выделения газа для различных образцов стальных электродных проволок типа $С_в$-12 ГС.

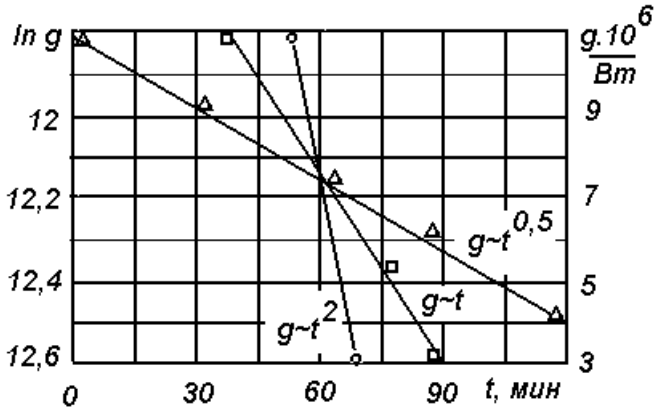


Рисунок 1.4 – Экспериментальные зависимости удельных газовыделений от времени прогрева электродной проволоки

Из рисунка 1.4 видно, что существует область, пересечения всех трех механизмов. Как следует из литературы [77], при кислородном газовыделении

механизмы десорбции оказываются перемешанными. Это связано с тем, что из деталей содержащих углерод, хемосорбированный кислород выделяется значительно медленнее физически адсорбированного и удаляется преимущественно в составе окиси и двуокиси углерода. Поэтому выделяющиеся при обезгаживании деталей газы не всегда полностью характеризуют как количество, так и состав ранее поглощенных газов.

1.3.3. Анализ выделения газа из электродной проволоки в процессе вакуумного отжига

Предварительные исследования показывают, что уровень выделения газа при нагреве относительно высок и в 30–100 раз превышает фоновый без приоритета по температуре и компоненте (см. рис. 1.3)

Величина выделившегося потока ΔQ до и после отжига с учетом скорости откачки объекта S_o и чувствительности омегатрона α определится как:

$$\Delta Q = S_o \ \alpha$$

При эффективной скорости откачки камеры 600 л/с имеем

Q_1=(600 · 10^{-8} · 30)= 18 · 10^{-5} Торр л/с =2,37·10^{-5} Вт;

Q_2=(600 · 10^{-8} · 10)= 6 · 10^{-5} Торр л/с=8·10^{-4} Вт;

Тогда ΔQ=12 · 10^{-5} Торр л/с =1,584·10^{-5} Вт. Удельное газовыделение до и после отжига может быть определено через площадь A соотношением:

$g^1_1 = Q_1/A$=18 · 10^{-5}/20= 9 · 10^{-6} (Торр л/(с · см^2))=1,2·10^{-6} Вт

$g^1_2 = Q_2$/A=6 · 10^{-5}/20= 3 x 10^{-6} (Торр л/с · см^2))= 4·10^{-7} Вт

Результаты обработки рисунка 1.4 можно представить в виде таблицы 1.3

Таблица 1.3 – Отношения удельных потоков газовыделений для различных механизмов десорбции

G_1 / g_2	t_1 / t_2	$t^{0,5}$	t^2
8,8 / 6,5=1,35	60 / 30=2	1,41	4
10 / 4=2,5	4	2	16
10 / 5=2	3	1,73	9

Анализ показывает, что при изменении времени t_1 / t_2 в 2 раза (от 60 до 30 мин), газовыделение G_1 / g_2 изменилось в 1,35 раза (от 8,8 до 6,5). Однако при изменении времени в 4 раза изменение выделения газа происходит в 2,5 раза. Из этого следует, что скорость выделения газа пропорциональна $t^{0,5}$ и что механизм выделения газа – диффузионный.

Однако из анализа коэффициентов диффузии следует, что коэффициенты диффузии газа составляют величины ~10^{-5} м^2/с, что свойственно поверхностному выделению газа. Из этого следует вывод, что газ выделяется из приповерхностных глубин.

Для прояснения неопределенной ситуации с глубиной залегания газа проводились измерения потока выделения кислорода при температуре 1300 K На рисунке 1.5 представлена осциллограмма выделения газа из стальной электродной проволоки по кислородной компоненте в режиме метода накопления (с диафрагмой на входе вакуумной системы).

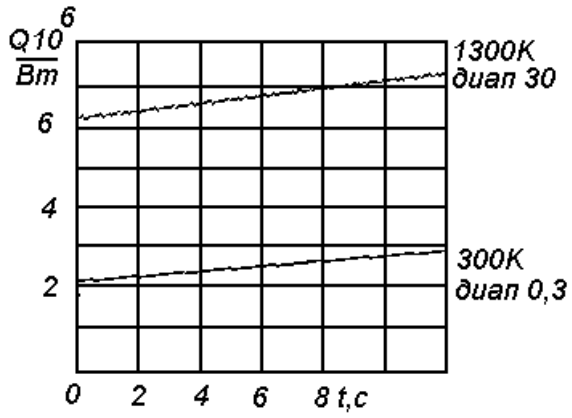


Рисунок 1.5 – Осциллограмма выделения газа электродной проволоки по кислородной компоненте

Как видно из осциллограммы, общий уровень интенсивности сигнала кислородной компоненты остается относительно постоянным в течение большого времени, хотя общий уровень газовыделений вырос в 100 раз и достигает 6 · 10^{-6} Па · м^3/с.

Вывод. Из проведенных исследований следует, что глубина залегания газа в электродной проволоке носит вероятностный характер. Видно, что известные методики определения глубины залегания газов в материале

являются ориентировочными и позволяют только качественно определить глубину залегания газа.

1.3.4. Анализ выделения газа на переменных скоростях нагрева

Неудобство известных методик для определения глубины залегания газа заключается в длительном времени анализа (6–8 ч). Первоначальные измерения малодостоверны, поскольку примерно через 0,5–1 ч система приходит в температурное равновесие. В это время кривые сходятся в одной точке, которая соответствует сразу трем механизмам выделения газа (см. рис. 1.4).

Автором предлагается несколько другой подход. Выделение газа определяется потоком газа с поверхностных и внутренних глубинных слоев.

Теоретический коэффициент диффузии кислорода из глубины материала близок к 10^{-9} м^2/с, а из приповерхностных слоев около 10^{-5} м^2/с. Вклад этих двух потоков зависит от скорости нагрева. Таким образом, если осуществить подъем температуры образца с разной скоростью, то при большой скорости нагрева доля внутренних газов будет меньше и общий поток газов будет меньше. Оценивая интенсивность потока на разных скоростях, можно определить, на какой глубине расположен газ. На рисунке 1.6 представлена схема строения проволоки с разными коэффициентами диффузии.

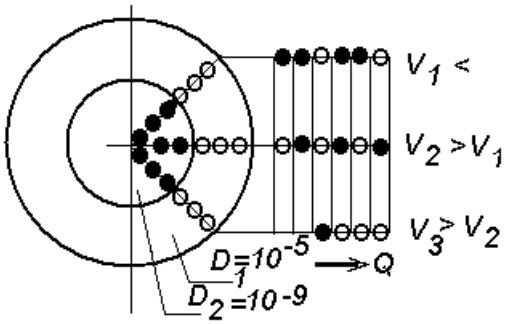


Рисунок 1.6 – Условная схема перераспределения потоков газа при различных скоростях нагрева

На рисунке 1.7 представлены осциллограммы изменения температуры и потока кислорода при различных скоростях нагрева для различных стартовых

токов нагрева.

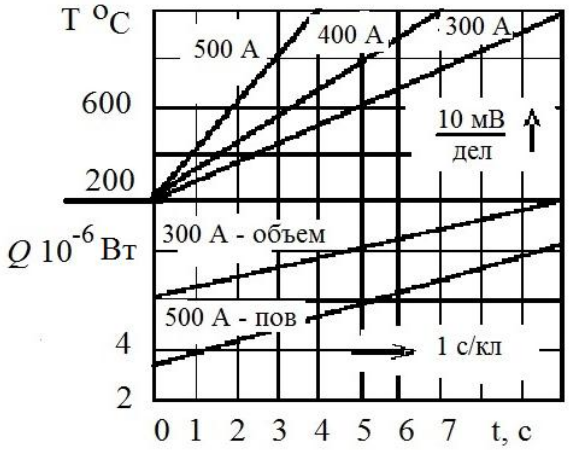


Рисунок 1.7 – Осциллограммы температуры и потока выделения газа во времени

Как видно из рисунка 1.7, при большей скорости нагрева количество выделившегося газа меньше, что свидетельствует о выделении газа из глубины материала.

В итоге можно сформулировать, что при нагреве проволочной электродной стали в условиях пониженного давления общий поток выделившихся газов складывается из «поверхностного» и «глубинного» газа. Относительный вклад газовых потоков с поверхностных и глубинных слоев зависит от скорости нагрева. Оценивая интенсивность суммарного потока на разных скоростях нагрева, можно сделать вывод о глубине расположения газов в исследуемом материале. Если с увеличением скорости нагрева суммарный поток уменьшается, это свидетельствует о смещении максимума распределения концентрации сорбированных газов в глубь материала.

Сформулированное положение дает возможность экспериментально обосновать способ и режимы обработки данного материала с целью его очистки от газовых загрязнений. Информация о глубине залегания газа позволяет оптимизировать энергетические затраты на удаление газа за счет оптимизации режимов нагрева. Предложенный способ защищен патентом 2223481.

Выводы. Таким образом, в ходе проведенной работы проанализированы

известные методики определения глубины залегания газа. Установлено, что они являются приближенными и создают некоторую неопределенность. В ходе исследований предложен метод определения глубины залегания газа, основанный на изменении скорости нагрева. Полученные сведения позволяют более корректно настраивать процесс поточной электрофизической обработки металлических проволочных электротехнических материалов. Более подробное изложение проведенных работ описано в публикациях автора [116, 123, 134–136, 144, 163, 171].

Глава 2. Исследование формирования защитных пленочных покрытий на длинномерных материалах, вводимых из атмосферы в область низкого давления

Рассмотренные ранее особенности выделения газов из длинномерной стальной проволоки положены в технологию поточной ионной очистки и отжига металлических проволочных электротехнических материалов. Актуальным является исследование возможности совместить процессы очистки и отжига с формированием защитного покрытия. В качестве защитных покрытий предпочтение отдается цинку и свинцу. Цинк имеет достаточно прочную пленку, низкую температуру плавления и хорошо держится на стальном материале. Стальные отожженные проволоки с защитным покрытием необходимы для охранных систем, для обвязки пасынков электрических столбов. Известные электролитические методы формирования покрытий не удовлетворяют по качеству (пористые и низкоадгезионные). Традиционные электрофизические методы формирования покрытий реализуются при давлениях около 0,01 Па, требуют громоздкого высоковакуумного оборудования и не приспособлены для поточной обработки. Предпосылкой реализации метода формирования покрытий в условиях пониженного давления 1–10 Па являются предварительные эксперименты автора, заключающиеся в формировании покрытий из цинка, свинца, алюминия при давлении инертного газа 2–5 Па, обеспечиваемом только механическими вакуумными насосами. Нагрев материала проводился электронным лучом из источника электронов на основе высоковольтного тлеющего разряда. В этом случае давление паров материала превышает давление остаточного газа, что обеспечивает массоперенос молекул пара. (Давление пара можно определить по углу разлета пара, используя таблицы газодинамических функций [92]). Однако проблема технической реализации процесса формирования покрытия в проточных

системах в условиях поступления газа и непрерывного ввода длинномерного материала из атмосферы недостаточно изучена.

Из обзора литературы следует, что существует большое количество конструкций испарителей, но реализация этих предложений в условиях поточной обработки затруднена из-за недостаточной изученности распространения паров в условиях, отличных от теории молекулярного истечения, например при ограничении пробега молекул размерами камеры или давлением, размерами подложки или температурой. Недостаточно изучено формирование пленок испаряемого материала в зависимости от места натекания газа в вакуумную камеру [78,79]. Известные решения данной проблемы ограничиваются перемоткой материала внутри герметичной вакуумной камеры, но при этом обрабатываемый материал вновь загрязняется продуктами обработки (например, углеродом при очистке вольфрама от акводага [7]). Возникает необходимость согласования параметров истечения пара с характеристиками устройства ввода/вывода длинномерных проволочных материалов.

Метод решения данной проблемы – исследовать распространение паров материала и натекающего газа в устройстве поточной обработки проволочных материалов с помощью визуализации газа и паров металла [80–84].

2.1. Визуализация потока пара

С целью исследования распространения паров материала и натекающего газа в условиях поточной обработки материалов проводилась визуализация паров металлов и потока газа в газоразрядной плазме. Исследования проводились на типовых вакуумных установках УВН-2М, А 30605, УРМ 387 (Булат), ВУП-4. На рисунке 2.1 представлены схемы визуализации потока паров металлов.

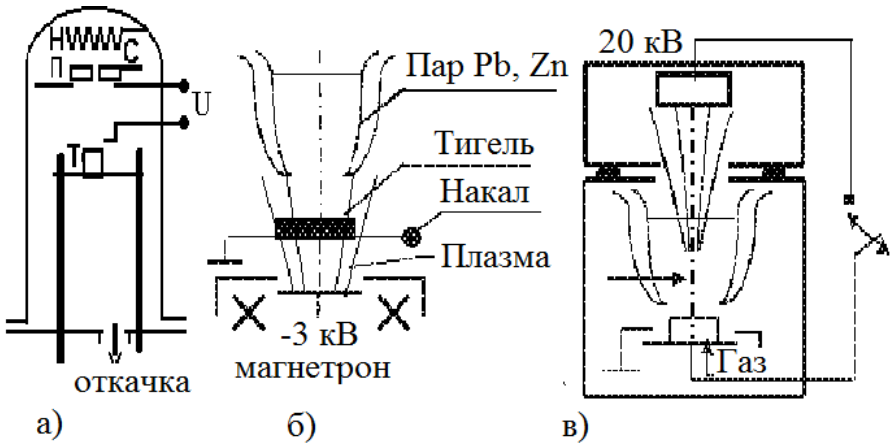


Рисунок 2.1 – Схемы визуализации потока пара: а) – в тлеющем разряде; б) – в потоке плазмы магнетрона; в) – в плазме электронного луча.

Наиболее приемлемой оказалась визуализация потока свинца и цинка в плазме магнетрона, где на фоне оранжевого свечения плазмы паров меди четко просматривается синее свечение паров свинца. Для цинка свечение имеет зеленый цвет, но малую интенсивность. Эти материалы выбирались исходя из перспектив формирования защитных покрытий на стальной проволоке. Однако цинк сильно «загрязняет» вакуумную систему по сравнению со свинцом. Для объяснения результатов привлекались классическая теория Ленгмюра – Кнудсена [85–91], а также теория динамики газовых потоков [92 – 109], в частности Абрамовича Г.Н [92]. На рисунке 2.2 показаны результаты визуализации для истечения паров свинца в камеру с различным давлением в рабочей камере P_k (диаметр отверстия истечения 3 мм).

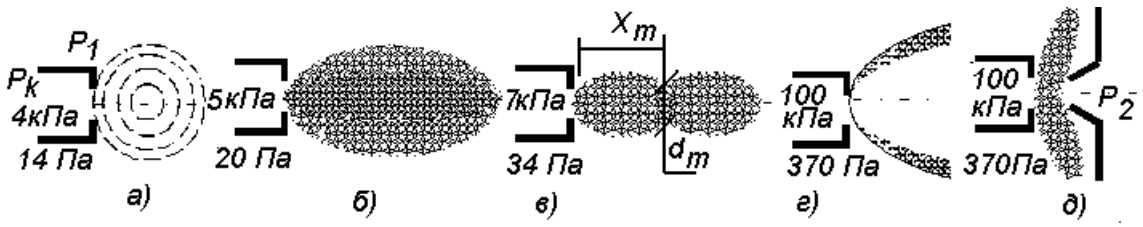


Рисунок 2.2 – Схема истечения паров свинца при различных давлениях в вакуумной камере: *а*)– истечение пара в форме шара, *б*)- истечение в виде факела, *в*) – формирование волновой структуры, *г*) – истечение в виде конуса, *д*) – истечение потока на преграду

Из результатов визуализации следует, что поток пара и газа имеет сложную форму от шара до факела, зависящую от отношения давления на срезе истечения к давлению в вакуумной камере. Продольное и поперечное расширение потока в вакуум способствует формированию волновой формы потока с зонами уплотнения давления. Расстояние до поперечной зоны уплотнения давления описывается выражением [92]:

$$X_m=(0{,}7–1{,}34)d(kP_j / P_k)^{0,5} \quad , \qquad (2.1)$$

где d – характерный размер отверстия истечения; k – показатель адиабаты (для пара k=1,3, для воздуха k=1,4);

P_j, P_k– давление испарения и давление в вакуумной камере. (в первом приближении давление испарения равно 1 Па).

Максимальный поперечный размер потока описывается выражением [96]:

$$d_m = d(kP_j / P_k)^{0,5}. \qquad (2.2)$$

Оценка размеров потоков по соотношениям (2.1) и (2.2) дает удовлетворительное совпадение с результатами визуализации.

Зондирование потока газа трубкой Пито показывает, что за первым циклом расширения (дальше X_m) сохраняется зона относительно постоянного давления. Основной перенос материала происходит на диаметре поперечного потока d_m. Для практических применений в форвакуумном диапазоне рабочих давлений 1–10 Па можно принять, что

$$X_m \approx 10\ d;\ d_m \approx 10\ d,$$

где d – диаметр отверстия истечения потока пара.

Из этого следует вывод о возможности формирования равномерных защитных покрытий в условиях ограниченного пространства в форвакуумном диапазоне давлений 1–10 Па.

При перепаде давления более двух порядков (P_j/P_k>100), поток пара формируется в форму шара, свойственную молекулярному истечению паров по известным моделям Ленгмюра и Кнудсена. Зона перехода от молекулярного

режима к факельному условна и зависит от плотности газа ρ. На рисунке 2.3 представлена диаграмма Неллера [94], которая может служить условным ориентиром перехода от молекулярного режима к факельному.

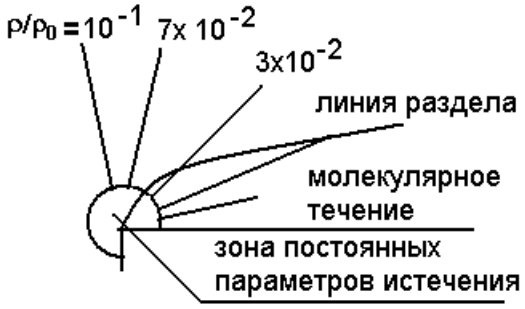


Рисунок 2.3 – Диаграмма Неллера

Вывод. При термическом испарении материала в область пониженного давления оптимальное расстояние между подложкой и точкой испарения зависит от давления, которое определяет форму потока пара и диаграмму направленности испаряемого вещества. Определяются условия, при которых возможна реализация формирования покрытий в форвакуумном диапазоне давлений. Это наличие инертной среды, превышение давления паров над давлением остаточного газа.

2.2. Анализ способов управления формированием толщины пленки

На формирование локальной толщины покрытия влияет множество факторов. Условно их можно разделить на зависящие от параметров: температуры и давления, так называемые параметрические, и, так называемые геометрические, зависящие от взаимного расположения испарителя и подложки, формы среза тигля и его ориентации. Обзор литературы показывает, что пока скудны сведения по формированию пленок в условиях, отличных от молекулярного истечения паров в вакуум. Основное внимание уделяется истечению и взаимодействию газовых потоков с преградами [92–109].

2.2.1. Параметрическое управление потоком пара

Под параметрическим управлением понимается управление потоком пара посредством температуры испарения и давления в рабочей камере. Экспериментальные исследования проводились на установке вакуумного напыления УВН-2М. Параметрическое управление исследовалось при постоянном расстоянии от испарителя до подложки (125 мм) и изменении параметров пара посредством изменения общей температуры на срезе тигля. В качестве испаряемого материала использовался свинец, в качестве подложки – стекло. Измерение локальной толщины пленки проводилось с помощью эллипсометра ЛЭМ-2.

На рисунке 2.4, *а* представлена схема истечения потока по данным визуализации. На рисунке 2.4, *б* представлены линии равной толщины пленки свинца, полученные по просвету подложки лазерным излучением.

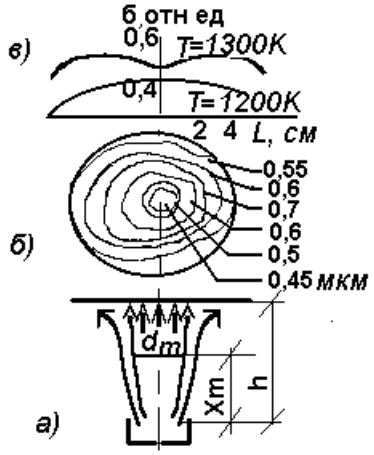


Рисунок 2.4 – Распределение толщины пленки по подложке: P_k=0,1 Па; h=125 мм; d=5мм

На рисунке 2.4, *в* представлено распределение толщины плёнки при изменении температуры испарителя. Отклонение толщины напыления от классического косинусного закона вероятно связано с изменением характера течения и взаимодействия паров испаряемого материала с подложкой.

Неравномерность толщины покрытия объясняется изменением формы

парового потока вследствие изменения отношения давления на срезе испарителя к давлению в вакуумной камере $\left(P_j / P_k\right)$. Изменение температуры нагрева приводит к изменению давления на срезе тигля. Как следствие, меняется форма истекающего потока. Для более четкой стабилизации структуры потока пара заслонка открывалась после установления температуры. (При открывании заслонки температура на срезе тигля уменьшалась на 15 °С). Расстояние до подложки выбиралось минимальным по условиям монтажа в вакуумной камере установки УВН-2М с целью повышения КПД испарения.

Результаты эксперимента при изменении температуры испарения представлены на рисунке 2.5. Температура испарения свинца менялась от 1200 К до 1300 К. Испарение проводилось при давлении 0,1 Па.

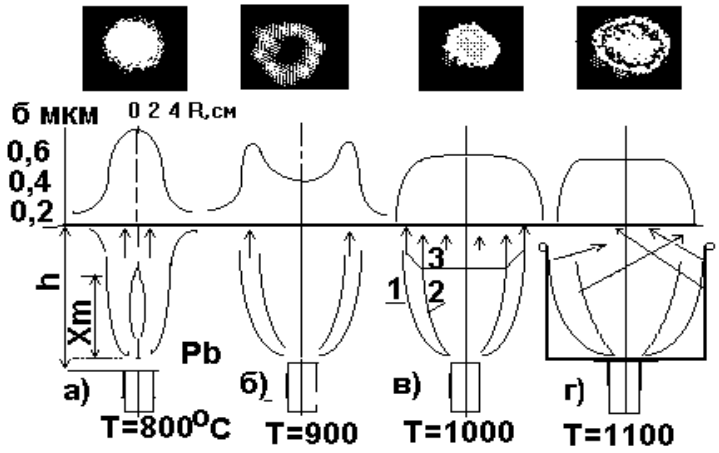


Рисунок 2.5 – Схема формирования потока пара свинца на малом расстоянии до подложки (h=39 мм)

Из рисунка 2.5 видно, что пар формируется в виде висячих 1, 2 и поперечного 3 скачков уплотнения давления. Неравномерность толщины покрытия повторяет профиль поперечного сечения парового потока. Изменяя температуру испарения или ограничивая разлет паров можно улучшить равномерность толщины пленочного покрытия.

2.2.2. Общая схема параметрического управления потоком пара

Из визуализации следует, что расширение потока пара из тигля

происходит циклами. Поперечные и продольные размеры первого цикла расширения (d_m и X_m), при котором наблюдается разброс толщины менее 2 %, подчиняются закономерностям динамики газовых потоков и зависят от отношения давления испарения ($P_j \sim 1$ Па) к давлению в вакуумной камере P_k.

$$X_m = (0{,}7 - 1{,}34)d\left(kP_j / P_k\right)^{0{,}5},$$

$$d_m = d(kP_j / P_k)^{0{,}5}$$

где d – диаметр отверстия истечения пара на тигле; k =1.3 – показатель адиабаты для пара.

На рисунке 2.6 представлена схема, объясняющая изменение локальной толщины пленки свинца по данным лазерных измерений.

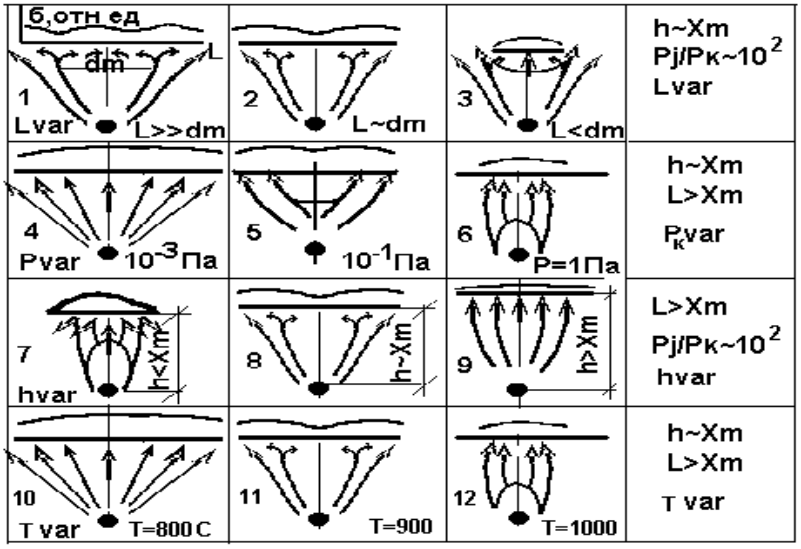


Рисунок 2.6 – Схема истечения и взаимодействия потока пара с подложкой

Влияние размеров подложки. Вследствие наличия держателей, картина обтекания подложки L (1, 2, 3) соответствует модели обтекания бесконечной плоской преграды.

Влияние давления в камере. С приближением давления в камере к давлению испарения (4, 5, 6) модель истечения потока переходит от сферической к струйной, и согласуется с диаграммой Неллера.

Влияние расстояния. По мере удаления от среза испарения (7, 8, 9) форма

потока пара переходит от режима сильного отражения к режиму свободного истечения.

Наибольшая равномерность покрытия наблюдается при большом расстоянии от тигля до подложки ($h>>X_m$=125 мм). При уменьшении расстояния с целью повышения КПД испарения ($h<2X_m$) неравномерность возрастает, а распределение толщины пленки повторяет распределение профиля парового потока. КПД молекулярного источника, оцененное по весу пленки в пространстве испарения к весу пленки на подложке, при этом возрастает от 0,5 до 24 %.

При расстоянии h до подложки, соизмеримом с протяженностью первого цикла X_m ($h\sim X_m$=39 мм), путем параметрического управления источником пара (за счет температуры) достигнут желаемый (равномерный) закон изменения толщины пленки на подложке с отклонением толщины 2 %.

Влияние температуры. Изменение общей температуры испарения (10, 11, 12) эквивалентно изменению отношения давления испарения к давлению в вакуумной камере (P_j/P_k).

2.2.3. Геометрическое управление потоком пара

Если тигель срезан под углом, то расширение пара начинается сначала в том месте, где поток скорее достигает вакуума. В итоге на поток накладывается поперечный градиент давления, вызывающий отклонение потока. Угол испарения пара φ вычисляется из условия предельно возможного поворота потока при истечении потока пара в абсолютный вакуум [92]:

$$\varphi = \pi - \pi / 2[(k+1)/(k-1)]^{0,5} \qquad (2.3)$$

Угол среза тигля определяется как дополнительный к полученному углу. В предельном случае теоретический угол поворота потока составляет 130° 40'. Это значит, что угол среза тигля не превышает 49°.

На рисунке 2.7 представлены распределения толщины пленки свинца при

геометрическом управлении потоком за счет локального среза тигля. Расстояние от подложки до испарителя составляло 125 мм. Давление испарения принималось 1 Па, давление в рабочей камере составляло 0,1 Па.

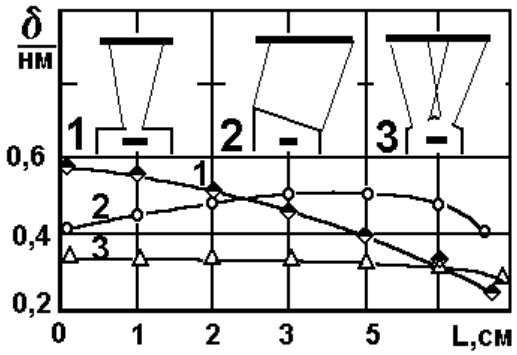


Рисунок 2.7– Распределение толщины пленки свинца по длине подложки

Перфорация плоскости испарения

Одним из путей повышения равномерности толщины пленки при уменьшении расстояния является выполнение перфорации на крышке тигля. Это заменяет одно большое отверстие несколькими маленькими. При этом характерные размеры потоков (X_m, d_m) уменьшаются, что способствует формированию более равномерного интегрального потока пара. При этом снижаются требования к углу при вершине конуса.

На основании экспериментальных исследований для практических применений при диаметре среза тигля 30 мм для получения равномерности на уровне 2 % достаточно закрыть тигель прямой диафрагмой из никелевой фольги толщиной 0,3 мм с 8 отверстиями диаметром по 2 мм. Никелевая фольга стойка к окислению и технологична в изготовлении. В ряде случаев предложено формировать поток пара с помощью перфорированной никелевой насадки с угловой ориентацией плоскости испарения. Перфорация и ориентация позволяют формировать равномерные по толщине покрытия в протяженных вакуумных камерах ограниченного размера, например внутри трубчатых элементов.

2.2.4. Влияние плазмы электронного потока на конденсацию пара

В реальной конструкции устройства для поточной обработки материала зона ионной очистки, зона отжига и формирования покрытия разделены сетками. Применение сеток облегчает получение вакуума, способствует выравниванию электрического поля и повышает стабильность работы системы. Однако, пока неясно, как влияет плазма на формирование конденсата. Исследованные особенности геометрического и параметрического управления проявляются в необходимости большой предварительной работы по подбору режимов и взаимного расположения элементов системы. Использование параметрических методов управления ограничено запаздыванием изменения параметров вследствие собственной емкости системы. Например, процесс формирования пленки на типовой установке УВН-2М длится 5–10 секунд, а изменение температуры испарителя происходит за 2–3 минуты. Далее рассматривается влияние наличия электронного потока на формирование защитного покрытия.

Моделирование процесса взаимодействия электронного пучка и пара

Предполагается, что взаимодействие электрона с частицей пара происходит по механизму неупругих столкновений с передачей энергии от малой частицы (электрон) к большой. Ограничимся рассмотрением так называемого лобового столкновения, когда движение каждой из частиц происходит только вдоль оси *x* (рис. 2.8). Для этого случая законы сохранения энергии и импульса запишутся в виде:

$$mV^2/2 = mV'^2/2 + MV'^2/2 + \Delta E_{вн} \qquad (2.4)$$

$$mV = mV' + MV', \qquad (2.5)$$

где $\Delta E_{вн}$ – изменение внутренней энергии частицы;

M, m – масса молекулы пара и масса частицы малой массы (электрона);

V , V^1– первоначальная и конечная скорость

Выражая V' и подставляя его в верхнее уравнение, получаем для $\Delta E_{вн}$

$$\Delta E_{вн} = mV^2/2 - mV'^2/2 - (m^2/M)V - V')^2/2. \qquad (2.6)$$

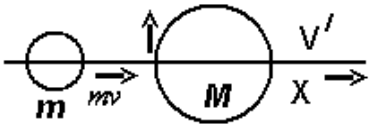


Рисунок 2.8 – Схема взаимодействия электрона с молекулой пара

Доля передачи энергии запишется функцией [10]:

$$f = \frac{4m}{(M+m)^2}\cos^2\varphi \qquad (2.7)$$

Например, при столкновении электрона с атомом аргона угол отклонения электрона может достигать $\pi/2$.

Экспериментальное исследование влияния плазмы электронного потока на конденсацию пара

На рис. 2.9 представлена схема экспериментальных исследований по влиянию плазмы электронного пучка на формирование пленки свинца.

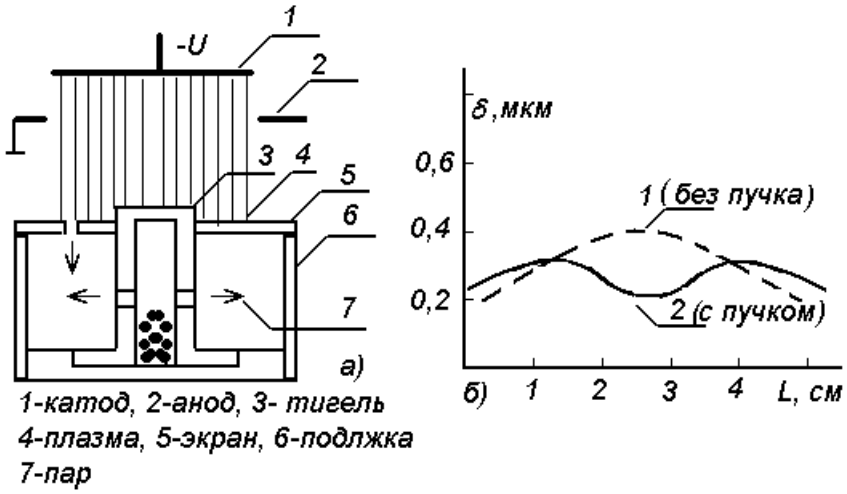


Рисунок 2.9 – Схема эксперимента по исследованию влияния плазмы электронного пучка на формирование пленки: *а*) – схема формирования пленки свинца; *б*) – распределение толщины конденсата по длине подложки

Исследования проводились на электронно-лучевой установке А 30605 (ПУР5-50). Установка состоит из газоразрядного источника электронов и вакуумной камеры. В вакуумной камере помещался закрытый стальной тигель, нагреваемый электронным пучком. Тигель наполнялся свинцом. По обе стороны тигля выполнены отверстия диаметром по 1 мм для выхода пара. На расстояниях 20–50 мм от тигля помещались подложки.

Поток из электронного источника разделялся экранами и диафрагмами на две части. Основная часть использовалась для нагрева тигля и получения пара. Вторая часть электронного пучка пропускалась через диафрагму. При обеспечении в камере давления 5 Па и подаче на источник напряжения ($-U$=10 кВ) в системе возбуждается высоковольтный тлеющий разряд током до 20 мА. Ионы из плазмы разряда устремляются на холодный алюминиевый катод, из которого выбивают электроны. Электронный пучок направляется в сторону тигля. Измерение толщины пленок проводилось по просвету лазерного излучения.

На рисунке 2.9, *б* представлены распределения толщины пленки при пересечении потока пара электронным пучком. Пучок электронов частично экранирует поток пара, но способствует получению более мелкой фракции конденсата. В процессе исследований обнаружено, что при напряжениях более 15 кВ возможно формирование углеводородов на пленке, что объясняется полимеризацией паров масел в условиях масляной откачки. Установлено, что на экранирование потока пара в основном влияет наличие плазмы пучка, а не параметры электронного пучка. В отсутствие плазмы на подложке формируется поле конденсата в виде «кучево-дождевых облаков». На рисунке 2.10 приведен след конденсата пленки с микроскопа МИМ-7.

Воздействие плазмы на поток пара приводит к формированию мелкой фракции. Поле конденсации напоминает вид «пасмурного неба» с равномерной толщиной.

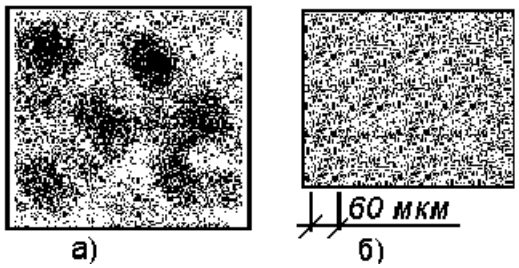


Рисунок 2.10 – След конденсата цинка: а) – без пучка, б) с пучком (h=39 мм)

Изменение картины конденсации объясняется тем, что по мере удаления от источника в потоке пара уменьшается температура. По таблицам газодинамических функций [92] можно определить, насколько уменьшится температура пара при испарении. При испарении легкоплавких материалов (цинк, свинец) пар охлаждается и формируется в конгломераты (типа снежного комочка). Плазма электронного пучка нагревает конгломераты, которые распадаются на мелкую фракцию.

2.2.5. Формирование пленочных покрытий при повышенных давлениях

Известны системы квази стационарного формирования пленок в вакуумных камерах при давлениях около 0,01 Па. Это обеспечивает достаточный пробег молекул до подложки и минимизирует побочные реакции паров металлов с остаточным газом. Организация поточной обработки при таком малом давлении в вакуумной камере экономически не целесообразна из-за громоздкости оборудования и большой мощности, необходимой для обеспечения вакуума, при котором может работать генератор паров металла. Однако если обеспечить давление паров больше, чем давление окружающей среды, то это обеспечит пробег молекул под действием градиента давления. Для уменьшения нежелательных реакций испарение материала можно проводить в инертной среде. Например, цинк, свинец, алюминий обладают большим давлением паров при небольшой температуре, которую легко обеспечить

электронным лучом, генерируемым газоразрядным источником электронов в области форвакуумных давлений 1–10 Па.

В случае термического испарения молекула обладает тепловой энергией *W*:

$$W = 3/2\ kT,$$

где k – постоянная Больцмана.

При достижении отношения давления

$P_1 / P_2 = [2/(k+1)]^{k/(k-1)}$, где k– показатель адиабаты, дальнейшее уменьшение давления способствует ускорению потока в область сверхзвуковых скоростей. Для воздуха (k= 1,4) это отношение равно 0,528.

Если давление пара превышает давление окружающей среды, то молекула приобретает дополнительную скорость под действием градиента давления. В первом приближении эта скорость может быть определена по таблицам [92].

Экспериментальные исследования показали возможность термического испарения алюминия электронным лучом с помощью источника электронов на основе высоковольтного тлеющего разряда при давлениях 1–10 Па. Для предотвращения окисления в систему напускался инертный газ: гелий. Расчетное давление паров алюминия (оцененное по форме факела и таблицам [92]) составило 260 Па. С увеличением давления рассеяние паров на газе возрастает, отсутствует теневой эффект, что позволяет формировать покрытия на элементах сложной формы, например, внутри колб ламп накаливания при расположении материала испарителя вне колбы. Адгезия пленок, оцениваемая по истиранию, показала качество, удовлетворяющее заказчика.

Выводы. В результате взаимодействия остаточного газа с паром изменяется диаграмма направленности и это приводит к смещению области равномерных покрытий в сторону источника. Наличие плазмы повышает равномерность толщины покрытия. Это позволяет реализовать качественные покрытия в условиях ограниченных размеров.

В итоге можно сформулировать защищаемое положение.

При термическом испарении металлического материала в область пониженного давления оптимальное расстояние между подложкой и точкой испарения зависит от давления, которое определяет форму потока пара и диаграмму направленности испаряемого вещества. В результате взаимодействия остаточного газа с паром изменяется диаграмма направленности и это приводит к смещению области равномерных покрытий в сторону источника пара. Необходимым условием формирования пленочных покрытий с высокой равномерностью и адгезией является нагрев испаряемого вещества до температуры, при которой давление паров испаряемого материала превышает давление остаточного газа. Это позволяет реализовать качественные покрытия в условиях ограниченных размеров при повышенных давлениях остаточного газа.

2.3. Анализ газофазных реакций при формировании пленок

Суть проблемы. Важный параметр любых пленочных покрытий – уровень неконтролируемого легирования (загрязнения), который происходит от реакций взаимодействия остаточных «фоновых» газов с потоком испаряемого материала (газофазные реакции) [8 – 14]. Исследование причин появления фоновых потоков позволяет обеспечить технологию изготовления, обеспечивающую надежность получения высококачественных покрытий на электротехнических материалах.

Например, высококачественные проволочные электротехнические материалы для высокотемпературных испарителей получают методом порошковой металлургии с добавлением легирующих добавок или волочением с последующей ковкой. В итоге, в проволочных материалах на различной глубине, оказывается запрессован или несвязан рафинированием газ. Это требует предварительной очистки и удаления газов из проволочных материалов.

Предварительные исследования показывают, что при одном и том же давлении, покрытия, полученные при напуске и откачке газа, отличаются от

покрытий, полученных в вакуумных камерах без напуска газа. Встает задача определения направления газофазной реакции при напуске и одновременной откачке газа, что необходимо для поточной обработки длинномерного материала.

Направление газофазной реакции (оксидирования, карбидирования или нитридирования) при формировании пленочного защитного покрытия можно оценить из вакуумметрических измерений по количеству поглощенного газа Q в процессе испарения:

$$Q=V\Delta P/\Delta t\ , \qquad (2.8)$$

где V – объем камеры; $\Delta P/\Delta t$ – изменение давления во времени, оцениваемое из вакуумметрических измерений.

В таблице 2.1 приведены некоторые данные по количеству газа, поглощаемого в процессе формирования некоторых соединений [14].

Таблица 2.1 – Количество поглощаемых газов (мл/с с 1 см^2)

Металл	Окисел (MeO)	Гидрид (MeH)	Нитрид (MeN)
Титан	388,2	388,0	194,0
Церий	132,0	199,0	66,0

2.3.1. Фазовая диаграмма и изобарный потенциал

Качественное представление о составе защитного пленочного покрытия может дать фазовая диаграмма (рис. 2.11), и диаграмма изобарного потенциала (рис. 2.12). На титане количество поглощенного газа наиболее ярко отражается на составе полученной пленки и этот материал используется для сравнения. По оси ординат диаграммы откладывается температура или энергия, а по оси абсцисс процент компоненты остаточного газа. Неудобства пользования фазовой диаграммой заключаются в сложности использования в реальном процессе.

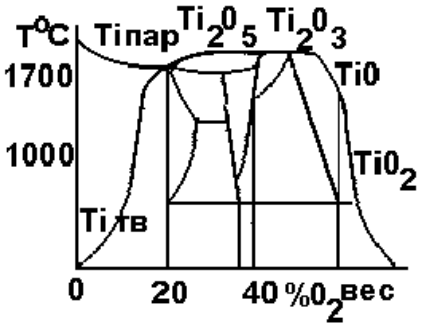


Рисунок 2.11 – Фазовая диаграмма для системы титан – кислород [14]

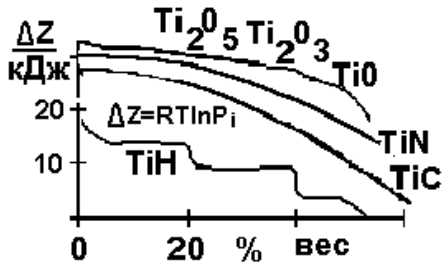


Рисунок 2.12 – Диаграмма изобарного потенциала [14]

Диаграмма изобарного потенциала (рис. 2.12) представляет собой более простой график, в котором по оси абсцисс откладывается процент компоненты остаточного газа, а по оси ординат изобарный потенциал ΔZ, определяемый выражением:

$$\Delta Z = -RT \ln P_i \qquad (2.9)$$

где R – универсальная газовая постоянная; T и P_i – соответственно температура и парциальное давление паров.

2.3.2 Моделирование формирования защитного покрытия на электротехническом материале при обмене газа

Известно [11], что за температуру испарения принята температура, при которой давление паров испаряемого материала близко к 1 Па. В большинстве случаев для предотвращения нежелательных газофазных реакций формирование пленочных покрытий на различных материалах проводится при давлениях 0,1–0,01 Па и менее. В результате на поток пара действует перепад давления в 2 – 3 порядка и более. Это приводит к формированию потока пара в виде молекулярного потока с функциональным изменением параметров. Количество газа в плёнке можно оценить из изменения давления в процессе испарения и по уменьшению диаграммы изобарного потенциала. С учетом газодинамических функций [92] изобарный потенциал выразится следующим образом:

$$\Delta Z = f(R,T,P_i)=\mathrm{f}(R, \tau(\lambda), \pi(\lambda)), \qquad (2.10)$$

где $\tau(\lambda), \pi(\lambda)$ – табулированные газодинамические функции температуры и распределения полного давления ($\pi(\lambda)= \tau(\lambda)^{k(k-1)}$) [92].

В таблице 2.2 представлены значения некоторых функций.

Таблица 2.2 - Параметры потока пара и газа при формировании пленок

P_y/Pk	1	1,1	1,89	7,69	37,0	200	300	555
$\tau(\lambda)$	1	0,9	0,83	0,56	0,39	0,22	0,2	0,17
$\pi(\lambda)$	1	0,9	0,83	0,5	0,3	0,2	0,18	0, 16
d_m/d	1	1,0	1,00	3,00	5,00	10,0	11,0	11,5
λ	0	0,5	1	1,62	1,9	2,15	2,10	2,23

$$\tau(\lambda)= [1- \lambda^2(k\text{-}1)/(k+1)];\ \pi(\lambda)= [1- \lambda^2(k\text{-}1)/(k+1)]^{k/(k-1)};$$

где λ – коэффициент скорости потока; k – показатель адиабаты газа.

В итоге:

$$\Delta Z = -R\tau(\lambda)\times\tau(\lambda)^{k(k-1)} \approx -R\tau^2(\lambda) \qquad (2.11)$$

То есть изменение (уменьшение) изобарного потенциала пропорционально квадрату функции изменения температуры.

На рис. 2.13 представлена расчетная диаграмма изобарного потенциала при напылении титана и свинца на пьезоэлектрический материал (ниобат лития), а также ее изменение при изменении расхода газа до 30 см^{3}атм/час.

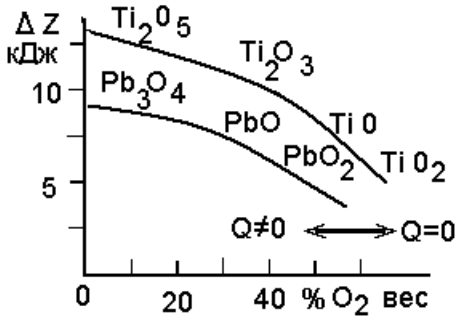


Рисунок 2.13 – Тенденция смещения диаграммы изобарного потенциала при изменении расхода газа

Используя численные значения функции температуры $\tau(\lambda)$, можно видеть следующее: при неподвижном потоке $\lambda\to0$, $\tau^2=1$ изобарный потенциал ΔZ не

изменяется. При звуковой направленной скорости потока $\lambda \to 1$, $\tau^2=0,64$, $\Delta Z=0,64$; при $\lambda \to 2,5$, $\tau^2 \to 0$, $\Delta Z \to 0$.

Вывод. Видно, что традиционное пользование диаграммой возможно только в случае отсутствия напуска газа в устройство обработки материала. В случае проточных систем при обмене газа следует учитывать смещение диаграммы. Величина изобарного потенциала и процент поглощенного газа при повышении скорости потока уменьшаются. Это говорит о том, что в движущемся потоке энергия реакции уменьшается, соответственно уменьшается и количество поглощенного газа вследствие локального уменьшения температуры газа. Этим объясняется тот экспериментальный факт, что, при одном и том же давлении в системах с обменом газа, и без обмена газа скорость реакции формирования соединений рабочего газа с парами металла уменьшается.

Экспериментальное определение направления газофазной реакции при формировании пленочных покрытий

Протекание газофазной реакции в первом приближении связано условием Гиббса – произведением давления, концентрации и температуры. Для соответствия этому условию в наших экспериментах бралось произведение давления, концентрации и температуры. Более удобной оказалась методика [11] определения направления газофазной реакции по изменению давления P в вакуумной камере объемом V в течение времени.

$$Q=V\Delta P / \Delta t$$

Анализ воспроизводимости состава пленочного покрытия в стационарных условиях анализировался по коэффициенту преломления, а также по диаграмме фазных состояний при формировании пленок титана на ниобате лития.

На взгляд автора, более точно и более оперативно в экспериментальных условиях направление газофазной реакции можно оценить по изменению потока на входе форвакуумного насоса. Направление реакции можно оценивать

по разности потоков в начале и в конце процесса напыления покрытия:

$$\Delta Q=(P_1S_1 - P_2S_2), \qquad (2.12)$$

где P, S – давление и скорость откачки форвакуумного насоса. Например, при напылении цинка давление на входе насоса 2НВР5ДМ составляет 0,1 мм рт (10 Па). При этом давлении скорость насоса составляет 3 л/с. Поток Q_1=0,1 · 3= 0,3 Торр л/с = $4 \cdot 10^{-2}$ Вт. После окончания процесса напыления цинка, давление на входе насоса составляет 0,05 мм рт. ст. при скорости насоса 2 л/с. Поток Q_2= 0,05 · 2=0,1 Торр л/с =$1,3 \cdot 10^{-2}$ Вт. В итоге ΔQ=0,3 - 0,1=0,2 Торр л/с= =$2,6 \cdot 10^{-2}$ Вт.

В условиях эксперимента величина потока газа измеряется автоматически методом двух манометров МТ-6, установленных по обе стороны измерительной диафрагмы.

Тогда поток определится соотношением:

$$Q = U(P_1 - P_2)$$

где U – пропускная способность диафрагмы, $P_{1,\ 2}$ – давления по обе стороны диафрагмы.

Выводы по главе

Вывод 1. В ходе экспериментальных исследований показана возможность формирования защитных пленочных покрытий в условиях форвакуумного диапазона давлений. Установлено, что поток пара в форвакуумном диапазоне давления формируется в виде волновой структуры. Показано, что в условиях форвакуума наблюдается сильное рассеяние на газе паров испаряемого материала. Применение перфорации тигля, угловая ориентация плоскости испарения позволяют формировать пленки на малых расстояниях до подложки. Необходимым условием формирования пленки является обеспечение температуры пара, при котором его давление превышает давление остаточного газа.

В итоге можно сформулировать научное положение:

При нанесении пленочных покрытий термическим испарением в вакуумной камере в диапазоне форвакуумных давлений необходимым условием получения тонкопленочных покрытий с высокой равномерностью и адгезией является нагрев испаряемого вещества до температуры, при которой давление паров испаряемого металла превышает давление остаточного газа. В этих условиях в результате изменения механизма массопереноса от молекулярного (при низких давлениях) к рассеянию на газе, область пространства однородности паров смещается в сторону источника. В результате равномерные по толщине пленочные покрытия формируются в условиях ограниченных размеров рабочих камер вакуумных установок при повышенных давлениях остаточного газа.

Вывод 2. При формировании пленок в режиме натекания газа имеет место смещение диаграммы фазных состояний и изобарного потенциала пропорционально квадрату локального значения функции температуры.

Учет этого обстоятельства позволяет повысить воспроизводимость состава покрытий на длинномерных электротехнических материалах, вводимых с атмосферы в зону пониженного давления.

В итоге можно сформулировать научное положение:

При формировании пленочных покрытий термическим испарением металлов в проточных системах с напуском и откачкой газа, происходит снижение концентрации соединений элементов испаряемого материала с компонентами рабочего газа по сравнению с непроточными системами. Это связано с тем, что поступающий в камеру газ понижает температуру паров материала, что приводит к снижению скорости реакции паров испаряемого материала с компонентами рабочего газа.

Вывод 3. Электронный поток, проходя через пар, приводит к частичному экранированию конденсата пара на подложке и улучшает равномерность покрытий.

Полученные закономерности являются новыми в технологии формирования воспроизводимых покрытий. Выявленные закономерности

расширяют возможности электрофизической обработки длинномерных электротехнических материалов при пониженных давлениях.

Результаты этих положений изложены в публикациях автора [110, 111, 118 – 120, 129, 137, 147 – 149, 155 – 156, 159 – 161, 164, 167, 170, 172, 173, 175, 176, 180]. Системы с отклонением потока газа посредством среза и разряда защищены патентами 2204222, 2191490.

Несмотря на рассмотренные в главе 2 способы обработки длинномерных материалов с их вводом из атмосферы (очистка, отжиг, формирование защитного покрытия), расширение сферы применения электрофизической обработки длинномерных материалов ставит проблему уменьшения потребляемой мощности на обеспечение перепада давления между атмосферой и областью газоразрядной плазмы. Известные решения возможны при мощности вакуумных насосов 5–10 кВт на 1 мм^2 площади отверстия. Это связано с недостаточной изученностью особенностей конструирования устройств для электрофизической обработки в условиях натекания газа.

Последующая глава посвящена исследованию возможности уменьшения потребляемой мощности вакуумными насосами при сохранении рабочих параметров.

Глава 3. Исследование условий уменьшения потребляемой мощности для ввода длинномерных материалов из атмосферы в вакуум и вывода из вакуума в атмосферу

3.1 Суть проблемы

Из обзора литературы следует, что существует многообразие систем для вывода сфокусированных электронных пучков из вакуума в атмосферу. В первом приближении они представляют собой камеры с промежуточной откачкой газа, в которых выполнены пролетные отверстия для вывода пучка. На рисунке 3.1 представлена схема устройства для электрофизической обработки проволочных электротехнических материалов с камерой промежуточной откачки.

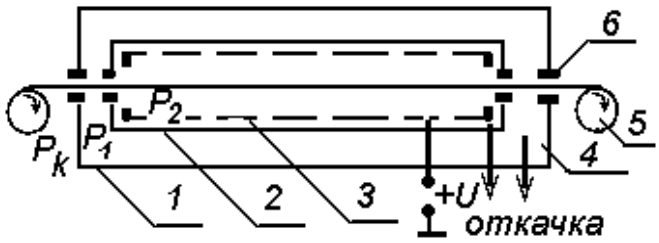


Рисунок 3.1 – Схема устройства для обработки проволочных материалов: *1*, *2* – цилиндры, *3* – сетка, *4* – камера промежуточной откачки, *5* – приемный барабан, 6 – элементы вывода

Устройство состоит из внешнего 1 и внутреннего 2 цилиндров, между которыми откачивается газ. Во внутреннем цилиндре располагается газоразрядная плазменная камера. При откачке газа между цилиндрами и обеспечении в газоразрядной камере давления 5–10 Па, на сетку подается положительный потенциал напряжением 600 В – 5кВ. В объеме внутреннего цилиндра возникает тлеющий разряд. Ионы из плазмы разряда бомбардируют проволоку и проводят ее отжиг и ионную очистку.

Выводы и постановка задачи исследования

Из анализа литературных источников для вывода электронных пучков из

вакуума в газ, следует, что мощность откачных средств составляет 5–10 кВт на 1 мм^2 площади отверстия. При этом делается ставка на различные газодинамические эффекты, уменьшающие поступление газа в источник электронов. Расчеты по соотношениям вакуумной техники дают ориентировочное соответствие диаметра выводного отверстия и необходимой скорости откачки газа.

Однако реальное устройство ввода/вывода проволоки представляет собой отверстие с вибрирующей проволокой. Это создает нестационарное течение газа, и рассчитывать на проявление газодинамических эффектов не приходится. При вводе и выводе проволоки часто наблюдается явление, когда газ пролетает мимо камеры промежуточной откачки, почти не откачиваясь, недогружая насос промежуточной откачки и перегружая насос газоразрядной камеры. Это явление требует изучения с целью минимизации мощности, затрачиваемой на откачку газа, которая почти на порядок превышает мощность на ионную обработку.

Таким образом, достижение одной из целей данной работы, заключающейся в повышении эффективности электрофизической обработки проволочных материалов при пониженном давлении, требует углубления знаний о процессах, сопровождающих ввод и вывод проволоки из устройства.

Достижение указанной цели требует решения нескольких **задач.**

Первая задача – это обеспечение перепада давления между атмосферой и камерой обработки при минимальных расстояниях между ступенями откачки.

Вторая задача – выбор генераторов плазмы, способных работать при относительно высоком давлении. В качестве возможных путей решения поставленных задач представляется перспективным использование генераторов плазмы на основе вакуумно-дугового и высоковольтного тлеющего разряда, работающих при давлениях 1–10 Па и более.

Третья задача – согласование устройства вывода и генератора плазмы и обеспечение режимов, достаточных для обеспечения качественной продукции.

3.2. Анализ течения газа в устройстве ввода/вывода проволоки

3.2.1. Визуализация течения потока газа в устройстве для обработки проволоки

С целью оценки размеров потока газа и выбора формы элементов, при которой достигается максимальный перепад давления, проводилась визуализация картины течения газа в низковольтном тлеющем разряде (600 В, 500 мА) на реальной модели устройства для обработки проволочных материалов. Использовались отверстия диаметром 1–6 мм. На рисунке 3.2 представлены некоторые схемы визуализации. В качестве имитатора проволочного материала в ряде случаев использовался керамический стержень. Питание разряда осуществлялось от установки УРМ 387 «Булат».

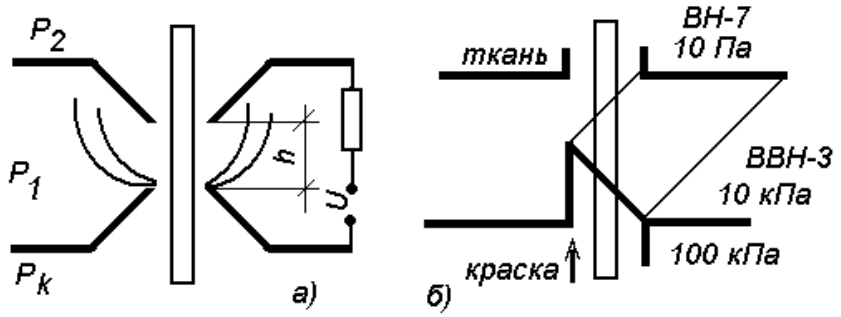


Рисунок 3.2 – Схемы визуализации потока газа: *а*) – в тлеющем разряде, *б*) – по следу на отбельной ткани

На рисунке 3.3 приведены данные визуализации потока газа в тлеющем разряде. При больших перепадах между давлением в камере P_k и давлением между элементами (P_k/P_1=200–500) свечение газа представляет собой диффузный шарообразный ореол, что свидетельствует о сферическом истечении газа из отверстия (рис. 3.3 а).

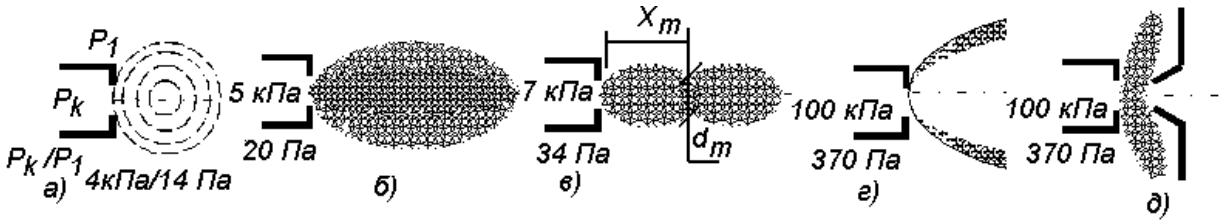


Рисунок 3.3 – Визуализация потока газа в тлеющем разряде

С увеличением давления в камере ореол вытягивается в факел (рис. 3.3 *б*). Дальнейшее увеличение давления сопровождается формированием в факеле Х-образного темного сгустка зоны уплотнения давления с возрастающими просветами на оси (рис. 3.3, *в*). Таким образом формируются две бочкообразные структуры потока, что свидетельствует о двух циклах расширения. По мере роста давления в камере течение во второй «бочке» все более расходится от оси, и вторая бочка исчезает (рис. 3.3, *г*). Расстояния до зоны уплотнения давления X_m определяются по формуле [92]:

$$X_m=(0{,}7–1{,}34)d(kP_j/P_1)^{0,5} \quad , \qquad (3.1)$$

где d – характерный размер отверстия истечения; k – показатель адиабаты (для пара k=1,3; для воздуха k=1,4);

P_j , P_1– давление на срезе отверстия истечения и давление в вакуумной камере (для воздуха P_j=0,528 P_k).

Максимальный поперечный размер потока описывается выражением [96]:

$$d_m = d(kP_j / P_1)^{0,5} . \qquad (3.2)$$

Взаимодействующий с преградой поток образует перед выводным элементом зону уплотнения давления, что повышает давление в камере обработки материала. На рисунке 3.4 представлена схема течения газа в устройстве ввода/вывода проволоки при осесимметричном (рис. 3.4, *а*) и неосе симметричном входе проволоки (рис. 3.4, *б*).

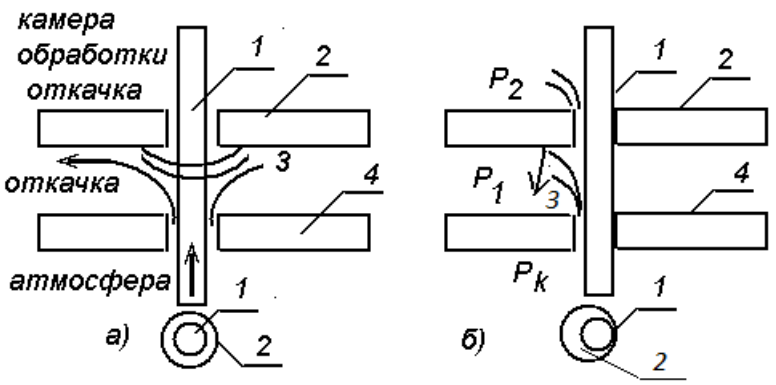


Рисунок 3.4 – Схема течения газа в устройство ввода/вывода: *1*– проволока, *2*, *4* – выводные элементы, *3* – зона уплотнения давления

Газ, истекая через отверстие в вакуум, не сразу заполняет все пространство, а расширяется с углом, пропорциональным перепаду давления (P_k/P_1). Вследствие механического поперечного движения проволоки меняется локальная площадь отверстия истечения и распределение давления по потоку газа. Это ведет к изменению локального давления вдоль потока газа и на входе в камеру обработки, а также к пульсациям давления в камере обработки.

3.2.2. Влияние параметров устройства ввода/вывода на давление в камере обработки

В ряде случаев при исследовании устройства наблюдалось, что газ пролетает мимо камеры промежуточной откачки, почти не откачиваясь. Особенно это проявлялось при сближении выводных элементов с целью уменьшения металлоемкости и повышения технологичности сборки. На рисунке 3.5 представлено распределение давлений и расхода поступающего газа от расстояния. Для упрощения зазор между проволокой и элементом устанавливался эквивалентным диаметру отверстия 1 мм. Установлено, что существует оптимальное расстояние *h*, соответствующее максимальному перепаду давления для каждой пары выводных элементов (рисунок 3.5). Стрелки указывают направление осей координат.

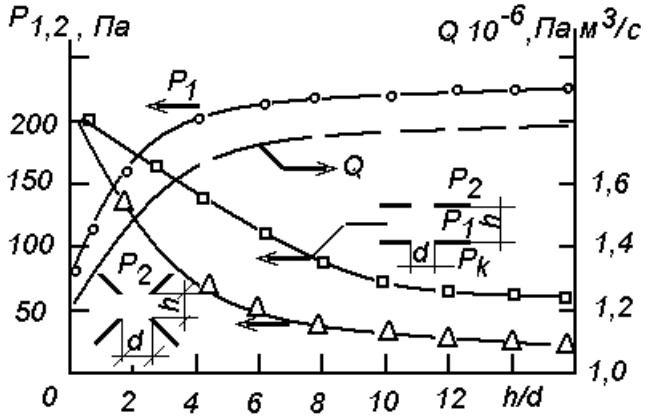


Рисунок 3.5 – Распределение давлений и расхода газа в устройство ввода/вывода

При увеличении расстояния между элементами величина давления P_1 в первой ступени откачки (как и величина расхода газа Q, поступающего в выводное устройство) достигает постоянной величины. При этом давление в плазменной камере становится минимальным. Без учета расстояния соответствие давления газа P, его расхода Q и скорости откачки S описывается известным уравнением вакуумной техники:

$$Q = P\,S\,. \qquad (3.3)$$

При уменьшении расстояния между элементами, начиная с $h < 4d$ для плоских элементов и $h < 2d$ для острых, давление в плазменной камере нельзя уменьшить увеличением эффективной скорости промежуточной откачки газа. Это объясняется направленностью струи и перехватом основной ее части отверстием элемента второй ступени откачки. При этом падает эффективная скорость откачки газа в промежуточной камере (между элементами). В этом случае давление в плазменной камере приближается к давлению в промежуточной камере.

В ходе экспериментов установлено, что изменение расхода газа в насос, откачивающий газ между выводными элементами в диапазоне изменения h от 0

до X_m подчиняется выражению:

$$Q = P\,S\,(h / X_m), \qquad (3.4)$$

где $X_m = 0{,}7d\sqrt{kP_j} / P_1$; P_j– давление на срезе отверстия истечения. (для воздуха $P_j = 0{,}528\,P_k$)

Прямые измерения расходов газа по ступеням устройства для вывода проволоки показывают, что количество газа, попадающее в плазменную камеру в 80–100 раз меньше количества газа, откачиваемого между выводными элементами. В ряде случаев при увеличении расстояния проявляется эффект независимости изменения давления в плазменной камере от скорости откачки между элементами, что объясняется эжектирующим эффектом вокруг выводных элементов. При расстоянии между элементами h=1,5 X_m скорость откачки газа может быть снижена в 2–3 раза. Однако при изменении параметров газа, условия проявления такого режима ограничены, что связано с границами проявления эжектирующих эффектов.

3.2.3. Зависимость давления в плазменной камере от формы выводных элементов

Замечено, что форма элементов первой ступени устройства для вывода влияет на условия расширения потока и эффективность откачки газа. Плоские элементы более технологичны, но при плоских элементах расстояние, соответствующее максимальному перепаду давления, больше. Обобщение работ по взаимодействию газа с преградой условно сводится к обтеканию преград следующих типов: острая, плоская ограниченных размеров, плоская бесконечных размеров, вогнутая. При обтекании острого тела перед ним образуется криволинейный фронт зоны уплотнения давления. По мере увеличения угла тела уровень давления на преграде возрастает, достигая максимальной величины в случае вогнутости.

Для экспериментов по определению оптимальной формы элементов, использовались элементы первой ступени откачки в виде воронок с внутренними углами раствора 10, 20, 40, 60, 80, 100, 120, 140, 160°; плоскости (180°), а также выступающие конусы с углами при вершине 70, 90, 100, 120, 140, 160°. Так как минимальное возмущение потока возникает при острой форме элементов, то элемент второй ступени откачки представлял собой конус высотой 20 мм и углом при вершине 25 градусов. На рис. 3.6, *а)* представлена зависимость давления в плазменной камере для различных форм элементов. На рис. 3.6, *б)*, представлена тенденция зависимости давления в плазменной камере для различной формы элемента первой ступени откачки. При малых углах раствора воронки поток газа мало расширяется. В этих условиях основная часть газа устремляется в плазменную камеру, несмотря на достаточную локальную пропускную способность пространства между элементами.

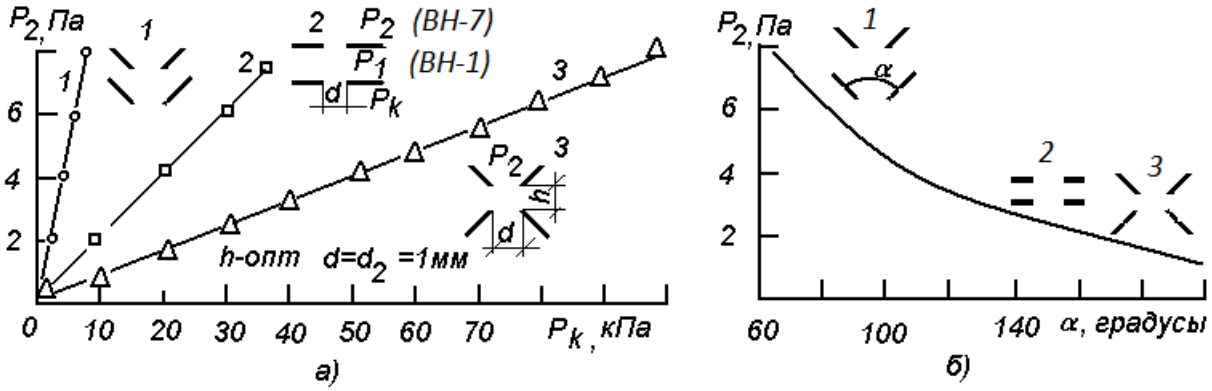


Рисунок 3.6. *а)* – зависимость давления в плазменной камере для различных форм элементов: *1* – воронки, *2*– плоскости, *3*– конусы; *б)* – тенденция зависимости давления в плазменной камере от угла элемента первой ступени

Характер зависимости давления в плазменной камере от формы элемента первой ступени объясняется тем, что, часть потока расширяется в направлении обратном первоначальному. В пределе при бесконечном перепаде давления угол отклонения от первоначального направления составляет 220° 27`. Это значит, что угол конуса элемента первой ступени откачки не следует выполнять меньше чем 360° - 220°27`=139°33` (α~ 140°). Оптимальная высота конуса элемента

первой ступени откачки относительно его апертуры (определенная экспериментально) составляет 3–4 диаметра отверстия. Для каждой пары выводных элементов определенной формы существует свое оптимальное расстояние, при котором давление в плазменной камере минимально.

На входе элемента плазменной камеры (вторая ступень откачки) реализуется относительно высокое давление из-за напора потока. На боковой поверхности этого же элемента относительно низкое давление. Выполнение дренажного отверстия *d** в боковой поверхности элемента способствует оттоку газа, попавшего в элемент (рисунок 3.7).

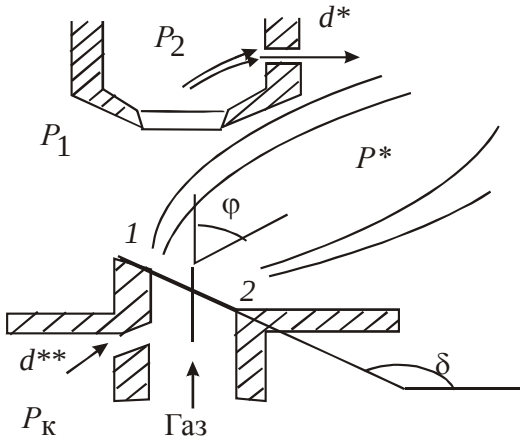


Рисунок 3.7 – Схема элемента с дренажным отверстием *d**

Для острых элементов в виде конусов, направленных вершинами друг к другу, давление в плазменной камере уменьшается в 1,5–2 раза. Кроме того, можно сократить расстояние между элементами от 10 до 5 диаметров входного отверстия *d*.

3.2.4. Устройства вывода с отклонением газового потока

До настоящего времени известны осесимметричные выводные элементы. Неудобства работы с такими элементами состоит в том, что расстояние, соответствующее максимальному перепаду давления велико и достигает 10–11

диаметров отверстия для вывода. Дальнейшее повышение эффективности выводного устройства основано на возможности отклонения потока газа. Схему выводного устройства с дренажным отверстием и отклонением потока за счет среза элемента под углом к оси вывода смотрите на рис.3.7. На рис. 3.8 представлена зависимость давления в плазменной камере от давления на входе в устройство вывода проволоки (перепадная характеристика).

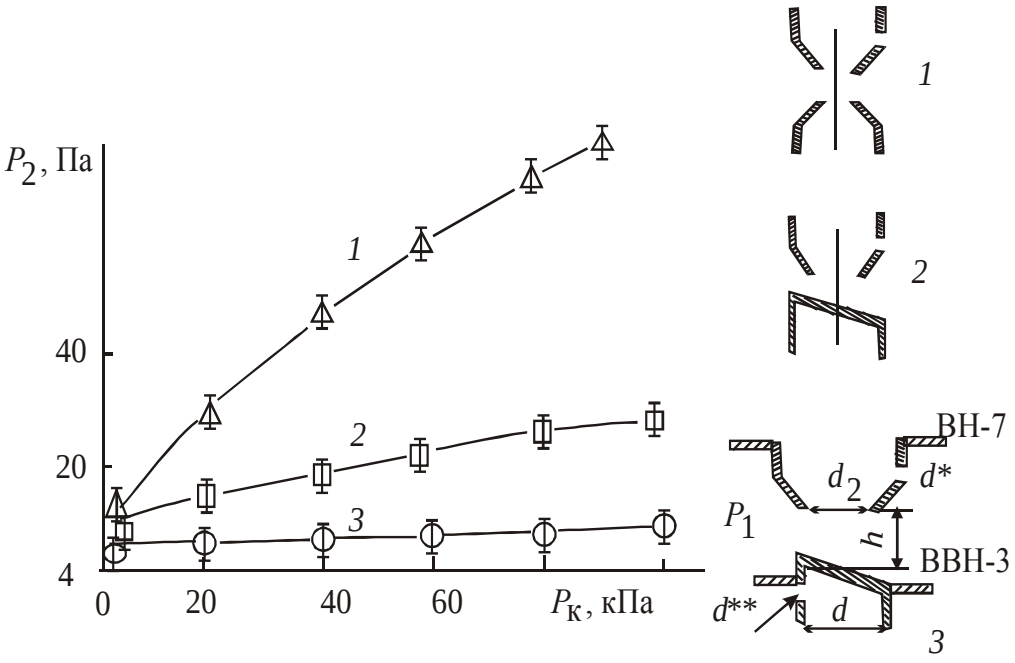


Рисунок 3.8 – Перепадная характеристика устройства вывода с отклонением потока: *1* – острый элемент; *2* – элемент со срезом; *3* – элемент со срезом и подачей газа. $d = d_2$= 6 мм, 10 отв d*=0,6 мм, d**=1,5 мм

Газ, пройдя канал в элементе, начинает расширяться в вакуум, создаваемый между элементами. Если элемент срезан под углом к оси отверстия для вывода, то расширение газа начинается сначала в том месте, где поток скорее достигает вакуума (см. рис. 3.7, точка 2). В этой точке поток расширяется и ускоряется, его давление уменьшается. В итоге на поток газа, устремляющийся в направлении элемента второй ступени, накладывается поперечный градиент давления, и газ отклоняется в сторону среза. В итоге струя

не попадает в отверстие элемента второй ступени откачки. В отверстие элемента второй ступени попадает газ со статическим давлением P_1, которое в 3–5 раз меньше напорного давления. В результате форма элемента второй ступени оказывается в статическом давлении и влияние формы на перепад давления не проявляется.

Угол среза элемента φ определяется из условия расширения потока. Смещение точки *1* относительно точки *2* определяется условием, когда первая прямая, по которой распространяется возмущение в потоке газа (так называемая характеристика) будет проходить через эти точки. Этому условию отвечает случай предельно возможного поворота потока от первоначального направления на угол δ при истечении газа в абсолютный вакуум (для воздуха δ=130° 27′).

Значения углов поворота потока приводятся обычно в таблицах газодинамических функций в зависимости от перепада давления в потоке газа [92]:

$$\delta=[((k+1)/(k-1))^{0,5}-1]\ \pi/2. \qquad (3.5)$$

Угол среза элемента φ определяется как дополнительный относительно направления оси элемента:

$$\varphi=\ \pi-[((k+1)/(k-1))^{0,5}-1]\ \pi/2. \qquad (3.6)$$

В частности для воздуха для любых режимов работы угол среза φ=49° 33′ (близок к 50°).

Применение среза позволяет увеличить площадь отверстий для вывода в 5–6 раз по сравнению с осесимметричными элементами и уменьшить расстояние между элементами до двух–трех диаметров выводных отверстий:

$$h=(2–3)d. \qquad (3.7)$$

3.2.5. Устройство вывода с дополнительной подачей газа

Усиление отклонения потока газа между элементами реализуется подачей

дополнительного газа на струю, втекающую через канал вывода проволоки (см. рис. 3.7 и 3.8). Анализ показывает, что отклонение вектора скорости потока зависит от взаимодействия струи основного и дополнительного газа, подаваемого через дополнительные отверстия *d***.

Отклонение втекающего в устройство потока возможно при соизмеримости импульсов взаимодействующих струй, определяемых произведением плотности газа на молекулярный вес и на скорость (ρmV). При одинаковых давлениях газов необходимо, чтобы диаметр дополнительных отверстий *d*** был соизмерим с диаметром отверстия для вывода проволоки. Напуск дополнительного газа почти не влияет на увеличение давления в насосах, однако, давление в плазменной камере существенно уменьшается (почти на половину порядка). Наоборот, закрывание дополнительного отверстия (*d***) приводит к уменьшению давления в первой ступени откачки и возрастанию напорного давления перед элементом второй ступени, что делает невозможным работу плазменной камеры. Использование отклонения струи за счет среза элемента, а также дополнительного напуска газа в выводной элемент приводит к независимости давления в плазменной камере от давления на входе устройства. Это выгодно отличает перепадные характеристики устройств со срезом от устройств с острыми элементами. Расстояние между элементами со срезом сокращается до двух – трех размеров отверстия для вывода. Кроме того, при использовании срезов эффективность загрузки насосов возрастает, (газ не пролетает мимо ступеней откачки). Применение дополнительного напуска газа в элементах со срезом позволяет при прежних вакуумных насосах увеличить диаметр выводных отверстий (от 4,2 до 6 мм при откачке устройства насосами ВВН-3 и ВН-7).

Отклоненный поток имеет относительно большое напорное давление. Оно близко к атмосферному. Например, при атмосферном давлении 760 мм рт. ст., несмотря на промежуточную откачку, напорное давление составляет 746 мм рт. ст. Этот газ может быть сброшен из устройства по направлению отклонения небольшим насосом вентиляторного типа (в

экспериментах – пылесосом). Отклонение и сброс газа – это принципиально новое решение для систем с выводом.

В итоге следует вывод о возможности повышения эффективности устройства для ввода/вывода длинномерных электротехнических материалов, вводимых в вакуум из атмосферы.

3.2.6. Предельные возможности повышения перепада давления за счет усложнения формы элементов

На основании проведенных исследований следует вывод о связи оптимальной формы элементов с перепадом давления. На рис 3.9 представлена обобщенная зависимость оптимального расстояния от перепада давления на первой ступени откачки.

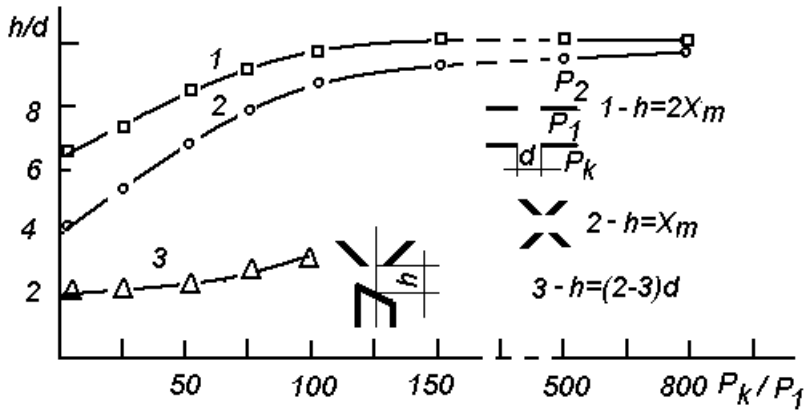


Рисунок 3.9 – Зависимость оптимального расстояния между элементами от перепада давления на первой ступени откачки

При повышении перепада давления на первой ступени откачки более двух порядков наступает так называемый принцип независимости параметров обтекания от формы тела (режим гиперзвукового обтекания) и оптимальное расстояние стабилизируется на уровне 9 – 11 диаметров отверстия истечения. При срезе оптимальное расстояние составляет два – три диаметра отверстия истечения.

В результате оптимизации формы элементов установлено, что

возможности увеличения перепада давления за счет формы элементов не безграничны, а обусловлены предельными возможностями изменения плотности газа. Теоретически предельное изменение плотности газа R подчиняется выражению:

$$R = (k+1)/(k-1), \qquad (3.8)$$

где k – показатель адиабаты газа, (для воздуха при k=1,4; R_{max}= 6).

3.3. Электрофизические способы создания перепада давления

3.3.1. Предельные возможности создания перепада давления с помощью газодинамических эффектов

Возможности повышения перепада давления с помощью газодинамических эффектов не безграничны. Это объясняется следующим:

1) применение газодинамических эффектов при давлениях менее 10 Па становится проблематичным ввиду разреженности газа. Существует конечный предельно возможный коэффициент изменения плотности газа: $R=(k+1)/(k-1)$ (для воздуха R=6). Вследствие этого реализация газодинамических эффектов даже на сложной форме имеет границы. Форма выводных элементов оптимальна при конкретном режиме работы;

2) с уменьшением давления уменьшается производительность откачных средств по потоку газа, падает эффективность откачки газа между элементами. Подвод энергии на откачку газа ограничен массогабаритными параметрами откачного оборудования и пропускной способностью вакуумных коммуникаций.

В данном разделе рассматриваются закономерности влияния плазмы тлеющего и дугового разрядов, организованных между элементами выводного устройства на создаваемый перепад давления.

В конечном итоге потери энергии в разряде сводятся к тепловым, что объясняется передачей импульса путем многократного столкновения заряженных частиц с молекулами газа. При анализе тепловых процессов в газе

применяются уравнения сохранения импульса, выраженные через приведенную газодинамическую функцию изменения импульса газа $Z(\lambda)$ [92]. В таблице 3.1 приведены ее значения. Для газа, прогреваемого разрядом между элементами, уравнение сохранения импульса можно записать в виде [92]:

$$I = [(k+1)/2k]QFZ(\lambda), \qquad (3.9)$$

где I – импульс молекул газа; k – показатель адиабаты; Q – расход газа; F – площадь потока газа.

Независимо от механизма подвода тепла, изменение температуры газа происходит пропорционально изменению функции импульса газа от начального значения $Z(\lambda_1)$ до конечного $Z(\lambda_2)$ [92]:

$$Z(\lambda_2)=Z(\lambda_1)\,(T_x/T_г)^{0,5}, \qquad (3.10)$$

где $T_г$, T_x – температура холодного и горячего газа.

В зависимости от температуры меняется и давление газа в потоке. В виду конечности скорости потока ($\lambda \to 2{,}5$) и предельного значения ее функции импульса $Z(\lambda) \to 3$ существует конечный критический подогрев движущегося газового потока, не превышающий выражения:

$$(T_г/T_x)_{max}=Z^2(\lambda_2)/Z^2(\lambda_1) \qquad (3.11)$$

В таблице 3.1 приведены некоторые параметры потока.

Таблица 3.1 – Параметры потока газа

P_j/P_k	1	1,10	1,89	7,69	37,0	166	200	250	300	555	∞
λ	0	0,50	1,00	1,62	1,90	2,14	2,15	2,17	2,19	2,23	2,5
$Z(\lambda)$	∞	4	2	2,2	2,3	2,4	2,5	2,6	2,7	2,9	3
$T_г/T_x$	∞		1	1,15	1,3	1,5	1,7	1,9	2	2,03	2,04

Известно, что изменение расхода газа при его прогреве определяется выражением [92]:

$$Q_x/Q_г = [(2\,T_г/T_x)-1]^{0,5} \qquad (3.12)$$

Решение уравнений сохранения импульса (3.11) и (3.12) в случае воздуха дает теоретически возможное предельное изменение температуры газа в 2,04 раза и расхода в 1,75 раза.

3.3.2. Исследование влияния разряда на расход газа в устройство ввода/вывода

На рис. 3.10, *а* представлена зависимость расхода газа в устройство вывода от тока разряда. На рис 3.10, *б* представлены экспериментальные зависимости изменения расхода газа в устройство вывода и расчетное изменение температуры.

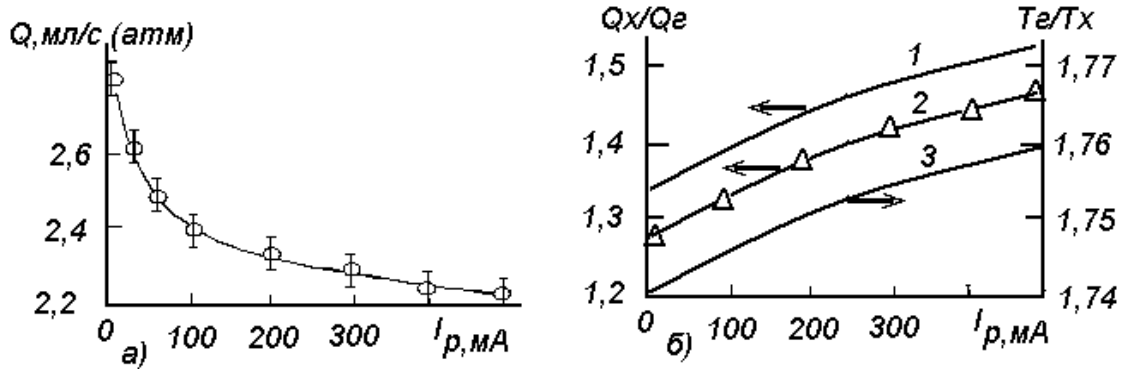


Рисунок 3.10. *а*) зависимость расхода газа от тока разряда; *б*) зависимость изменения расхода газа и температуры от тока разряда: *1, 3* – расчет, *2* – эксперимент ($d=d_2$=1 мм; S=19 л/с).

Экспериментальное изменение расхода газа дает величину, близкую к расчетной, при сравнении расхода газа с разрядом и без разряда:

$$Q_г/Q_x=P_k(I_p\neq 0)/P_k(I_p=0) = 20/13{,}1=1{,}33.$$

Например, в условиях эксперимента по визуализации потока для P_k/P_1=281 из таблиц газодинамических функций [92] находим λ=2,15, тогда $T_г/T_x$=1,4; соответственно $Q_г/Q_x$=1,34.

То есть, разряд оказывает запорное действие на газ и расход газа уменьшается на 30–34 %.

3.3.3. Стационарный дуговой разряд между элементами

Привлекательность дугового разряда заключается в том, что он обеспечивается при малых напряжениях в широком диапазоне давлений (20 – 80 В). Критерием перехода к дуговому разряду служит формирование катодного пятна и изменение вольтамперной характеристики разряда. При проведении экспериментов диффузный дуговой разряд обеспечивался с вольфрамового электрода, вводимого в камеру промежуточной откачки газа. Режим катодного пятна устанавливался таким, чтобы не происходило распыления электрода. Вокруг электрода помещалась заземленная молибденовая сетка для устранения распространения разряда в объеме промежуточной камеры.

В результате исследований установлено, что локальный дуговой разряд приводит к отклонению потока газа от направления ввода проволоки. Отклонение потока подтверждает оплавление полимерной сетки, размещенной на вводном элементе рабочей камеры и уменьшение давления в рабочей камере. Однако эффективность дугового разряда ограничена током дуги. С увеличением тока дуги более 5 А повышение перепада давления почти не наблюдается. Это объясняется тем, что с ростом тока возрастает доля потерь на нагрев электродов (20–25 %), на излучение (20 %), на сверхвысокочастотные плазменные и акустические колебания (18 – 25 %). При работе на больших диаметрах (6 – 10 мм) при атмосферном давлении наблюдается неустойчивость горения, колебания давления и температуры, которые могут приводить к погасанию дуги.

3.3.4 Откачивающее действие разряда

Обнаружено, что при организации тлеющего разряда между элементами (600 В, до 600 мА) перепад давления возрастает. После стартового вакуума перепад давления может поддерживаться самим разрядом. С ростом тока

разряда эффект возрастает, достигая максимальной величины. Поток газа, откачиваемый разрядом из плазменной камеры объемом V, может быть определен из анализа изменения давления dp во времени по соотношению вакуумной техники:

$$Q = Vdp/dt. \qquad (3.13)$$

Включение разряда эквивалентно дополнительному насосу. В эксперименте эквивалентная производительность составила 5 Торр · л/с при давлении в плазменной камере 5 Па.

Однако прекращение разряда приводит к увеличению давления в плазменной камере почти на порядок. Увеличение давления связано с охлаждением газа и, как следствие, с изменением формы потока газа и его фокусировкой в отверстие элемента второй ступени устройства для вывода проволоки. Время изменения давления складывается из времени перестройки структуры и времени изменения давления в объеме плазменной камеры за счет изменения натекания. Для экспериментальных условий допустимое время паузы составляет 10–20 с. При этом давление в плазменной камере возрастает от 30 до 80 Па.

Для более устойчивой работы устройства между выводными элементами и плазменной камерой введена электрическая связь. При прекращении разряда (в случае электрического пробоя в системе) давление в плазменной камере повышается. Плазма является источником широкого спектра высокочастотных колебаний. Высокочастотный импульс из плазменной камеры подается через емкость на вспомогательный электрод, который обеспечивает автоматическое зажигание разряда. Данное решение защищено патентом 2191490.

3.4. Устройства ввода/вывода с виртуальными элементами

Одним из путей повышения эффективности устройства для вывода проволок является возбуждение с помощью разряда зон изменения параметров потока, эквивалентных изменениям давления за счет взаимодействия газа с

элементами. Такими воздействиями могут быть зоны локального перепада температуры, области дугового или тлеющего разряда или просто тела, помещенные в поток газа. Это позволяет при относительном постоянстве конструкции системы широко изменять ее параметры. На рис. 3.11 представлена принципиальная схема формирования виртуального элемента за счет диафрагмы в потоке газа и за счет разряда. Применение механического виртуального элемента в виде диафрагмы с пролетным отверстием перспективно при относительно высоких давлениях в откачиваемой камере (более 10 Па), что позволяет менять форму потока газа для реализации газодинамических эффектов. Наклон диафрагмы способствует отклонению потока от оси отверстий, но ощутимый эффект проявляется при углах более 45°.

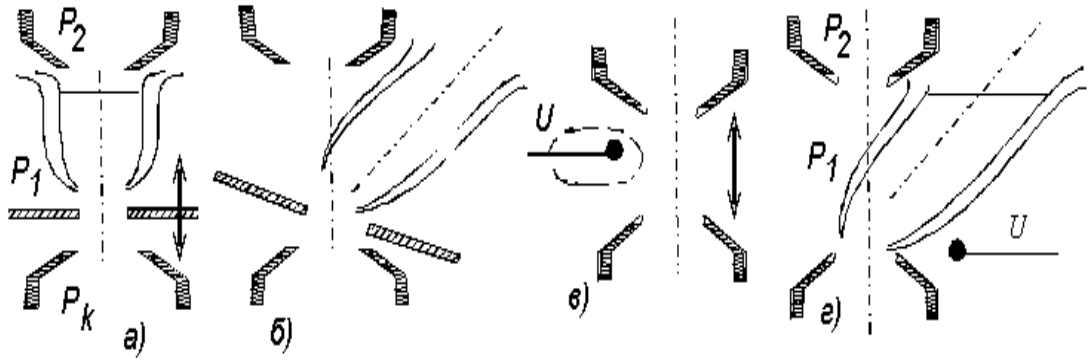


Рисунок 3.11 – Схема устройств для вывода проволоки с формированием виртуальных элементов: *а*), *б*)– механические виртуальные элементы; *в*), *г*) – элементы с электрическим разрядом

Использование разрядов более перспективно при давлениях менее 10 Па. Основным механизмом удаления газа при разряде в выводном устройстве можно считать термобароэффект, при котором разность температур вызывает разность давлений. Зажигание разряда изменяет параметры потока. (Поток становится шире, напорное давление в нем уменьшается). Разряд, зажигаясь в зоне оптимальных условий его горения, формирует у отверстий вывода область с изменяющимися параметрами. Тлеющий разряд (600 В, 600 мА) позволяет некоторое время (5 мин) поддерживать вакуум на уровне 10 – 80 Па без откачки плазменной камеры при выводе проволоки в атмосферу через отверстие

диаметром 0,8 мм при откачке газа между элементами насосом ВН-1.

Одними из особенностей эксплуатации газоразрядных систем являются большие тепловые потери и необходимость стартового вакуума.

3.5. Выводы по электрофизическим способам повышения эффективности выводных устройств

Несмотря на перспективность, возможности электрофизических явлений для улучшения параметров систем с выводом проволок имеют конечные возможности. С уменьшением давления приоритет в создании перепада давления переходит от систем с усложнением формы к системам на основе газового разряда. Ранее было показано, что теоретический предел изменения расхода газа от действия разряда на газ не может превышать 1,75 для воздуха.

Разряд в выводном устройстве – это неизвестный до сих пор новый путь развития систем с вводом/выводом проволок. Системы с разрядом на срезе элемента первой ступени откачки или с разрядом у боковых отверстий элемента второй ступени являются весьма перспективными. Подобные системы применимы для различных типов выводных устройств. Сам разряд может быть реализован в широком диапазоне давлений. Из экспериментальных и теоретических исследований видно, что электрофизические явления позволяют существенно снизить мощность откачных средств на поддержание вакуума в плазменной камере, однако его влияние имеет границы.

В итоге можно сформулировать защищаемое положение.

В проточной вакуумной системе, содержащей последовательно расположенные камеру для промежуточной откачки газа и рабочую камеру, зажигание локального дугового или тлеющего разряда в камере промежуточной откачки газа приводит к изменению вектора направленности потока газа из-за его нагрева. Это приводит к уменьшению интенсивности поступающего в рабочую камеру газового потока и позволяет снизить мощность, необходимую для откачки газа из рабочей камеры.

Выводы по главе. В процессе исследований необходимая мощность откачных средств для ввода проволоки в область низкого давления сокращена с 10 до 0,5 кВт на мм^2 площади выводного отверстия, что на порядок превышает известные решения. Это достигнуто как усложнением формы выводных элементов, так и с помощью разряда, зажигаемого в промежуточной камере. В отличие от известных решений реализовано отклонение потока газа, позволяющее более эффективно удалять натекающий газ.

Проведенные результаты более подробно рассмотрены в работах [112 – 115, 117, 132 – 133, 140 – 143, 153, 157 –158, 162, 168 – 169]

Глава 4. Конструирование устройств для электрофизической обработки электротехнических материалов

4.1. Рекомендации по расчету и согласованию устройств для поточной обработки электротехнических материалов

4.1.1. Расчет потребляемой мощности

Расчет необходимой вводимой мощности проводится по оценке баланса потребляемой теплоты Q, и теплоты, необходимой для нагрева электрическим током.

$$Q = Cm\Delta T\ ; \qquad (4.1)$$

$$Q = UI\Delta t; \qquad (4.2)$$

где C – удельная теплоемкость; m – масса материала; T – температура, Δt – время нахождения в устройстве. Для стали C = 0,15 кал /г град.

Экспериментальное устройство для обработки проволоки имеет длину 1 метр. При протяжке стальной проволоки диаметром 5 мм со скоростью 10 м/с и ее нагреве до 1000° С придется нагреть 0,6 кг металла за 1 секунду и потратить на это около 10^4 Кал =4х10^4 Дж = 40 кВт/с.=144000 кВт/час, что нереально. При диаметре проволоки 3 мм вес нагреваемой проволоки уменьшается до 60 г. При уменьшении температуры до 500°С затраты мощности составят 2 кВт/с. (6 тысяч киловатт за час). Однако, на скорости 0,1 м/с (10 см/с) уровень затрачиваемой мощности составляет 0,02 кВт/с =36 кВт/ч. На рисунке 4.1 приведены данные необходимых затрат энергии.

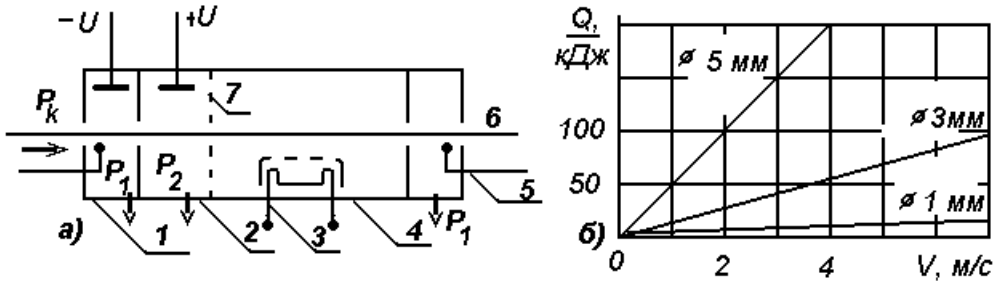


Рисунок 4.1. *а*) – принципиальная схема устройства: *1*– камера промежуточной откачки, *2,4* – рабочая камера, *3* – испаритель цинка, *5*– электрод, *6* – проволока

б) – зависимость затрат энергии от скорости протяжки проволоки

4.1.2. Согласование по необходимой производительности откачных средств

Под согласованием понимается определение соответствия между диаметром выводных отверстий и производительностью вакуумных насосов, необходимых для работы системы. Такое соответствие определяется расчетом устройства. Целесообразно проводить согласование на давлении 10 Па и более. С одной стороны на этом давлении еще проявляются газодинамические эффекты и возможна откачка газа механическими вакуумными насосами, с другой стороны – при этом давлении еще возможна генерация высоко энергетической формы разряда в левой ветви кривой Пашена.

Литературный обзор показывает, что существует несколько методик расчета систем для обеспечения перепада давления через отверстия. Это: расчет по соотношениям вакуумной техники; методика Д.С. Кэлбфела (патент США 3585349), учитывающая откачку порции газа; методика А.Н. Шапиро, основанная на анализе проводимостей; диаграмма Б.В. Шумахера; методика ВЭИ РАН по номограммам. Результат предлагаемых методик – определение необходимой производительности откачных средств. Экспериментальная проверка известных методик расчета показывает, что в реальных условиях необходимая производительность откачного оборудования больше чем расчетная. Это связано с тем, что предлагаемые методики не учитывают взаимное расположение и форму выводных элементов Особенно это проявляется при увеличении размеров отверстий или при сближении выводных элементов.

Далее предлагается методика расчета устройства для ввода/вывода проволок с учетом взаимного расположения и формы выводных элементов.

4.1.3. Расчет устройства для ввода/вывода проволок

Принятые допущения. Для упрощения расчетов принимаем, что выводные элементы имеют малую длину и представляют собой отверстия. Принимаем,

что площадь сечения проволоки меньше или соизмерима с площадью выводного отверстия. Газ поступает в устройство с двух сторон. Можно принять, что газ поступает с одной стороны, но через одно отверстие без проволоки.

Расчет устройства для вывода проводится в два этапа.

На первом этапе, используя соотношения вакуумной техники [77], задаются размером выводных отверстий d и d_2, или их площадью F для определения их пропускной способности U_1 и U_2.

Первоначально задаются желаемые давления в промежуточной камере P_1 и P_2. Ориентировочно поток газа в насосы можно определить исходя из пропускной способности отверстий в выводных элементах. Исходя из среднего давления P за диафрагмой и перед ней, а также диаметра отверстий, определяется режим течения газа, а по нему рассчитывается пропускная способность U отверстия длиной L. На рис. 4.2 представлена схема устройства для вывода с распределением давлений и потоков газа в нем.

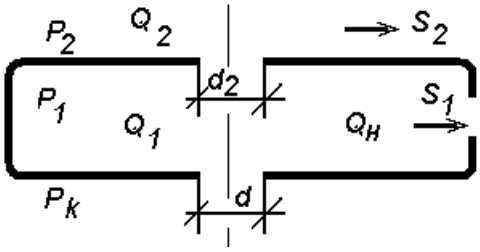


Рисунок 4.2 – Схема распределения потоков газа в устройстве для вывода

В табл. 4.1 приведены режимы течения газа и соответствующие им выражения для пропускной способности отверстий на вязкостном ($U_в$), молекулярно - вязкостном ($U_{мв}$) и молекулярном ($U_м$) режимах [77].

Таблица 4.1 – Режимы течения газа

Режим	Pd (Па·м)	Расчетная формула
Вязкостный	>1,33	$U_в=1{,}36 \cdot 10^3 P d^4/L$
Молекулярный	<0,05	$U_м=121\, d^3/L$
Молекулярно-вязкостный	0,05–1,33	$U_{мв}=U_в+0{,}8\, U_м$

В частности, для воздуха при вязкостном режиме течения газа при числе Кнудсена Kn<10^{-2}:

$$U = 200F\,. \tag{4.3}$$

При молекулярном режиме течения газа при числе Кнудсена Kn>0,33

$$U = 116F\,. \tag{4.4}$$

Поток газа Q в систему со стороны атмосферы:

$$Q = U_1\left(P_k - P_1\right). \tag{4.5}$$

Поток газа на входе в плазменную камеру:

$$Q_2 = U_2\left(P_1 - P_2\right). \tag{4.6}$$

Производительность вакуумного насоса между диафрагмами S_1 определится соотношением:

$$S_1 = \left(Q - Q_2\right)/P_1\,. \tag{4.7}$$

Производительность вакуумного насоса, откачивающего газ из плазменной камеры, можно записать как:

$$S_2 = Q_2/P_2\,. \tag{4.8}$$

Второй этап расчета предполагает анализ параметров газового потока с целью повышения эффективности откачки без повышения производительности откачных средств. Оценка структуры потока позволяет избежать режима фокусировки газового потока в отверстие элемента рабочей камеры, при котором малое отверстие для вывода может работать хуже, чем большое.

По отношению давлений на элементе 1 (P_k/P_1) определяется изменение диаметра потока d_m/d. В таблице 4.2 приведены некоторые параметры потока.

Таблица 4.2 – Некоторые параметры потока в устройстве для вывода

P_k/P_1	1	1,10	1,89	7,69	37,0	166	200	250	300	555
λ	0	0,50	1,00	1,62	1,90	2,14	2,15	2,17	2,19	2,23
d_m/d	1	1,00	1,00	3,00	5,00	8,00	10,0	10,50	11,0	11,5

Для инженерных расчетов на рис. 4.3 представлены экспериментальные зависимости оптимального расстояния между элементами, при котором перепад давления максимален для геометрически острых, плоских и срезанных под углом элементов.

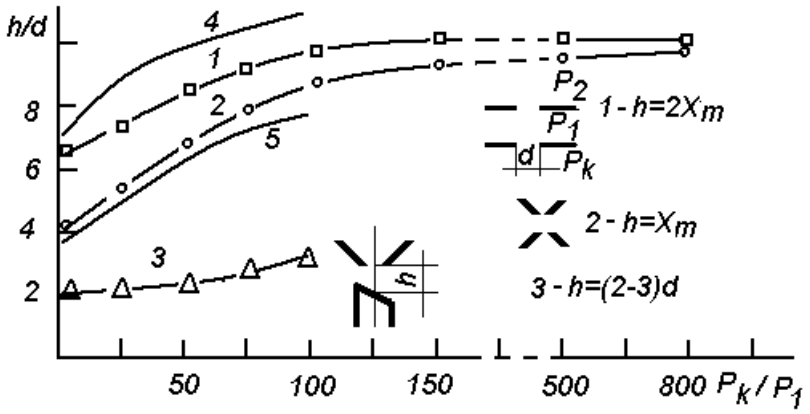


Рисунок 4.3 – Зависимость оптимального расстояния между элементами от перепада давления на первой ступени откачки устройства для вывода: *1* – плоские элементы; *2* – острые; *3* – элементы со срезом. Расчет: *4* – $h=2\,X_m$; *5* – $h = X_m$

Начальные участки кривых хорошо совпадают с известными соотношениями $h = X_m$ для острых и $h = 2X_m$ для плоских элементов.

где

$$X_m = (0{,}7 - 1{,}34)d\sqrt{kP_j / P_1}$$

Стабилизация и даже некоторое уменьшение оптимального расстояния с повышением перепада давления связано с тем, что при перепаде давления более двух порядков выполняется принцип независимости обтекания от формы тела. В этом случае при $h/d>10$ расчет системы откачки может вестись по соотношениям вакуумной техники. Для устройств со срезом элементов оптимальное расстояние составляет два–три диаметра отверстия истечения (т.е. отверстия *d*). Использование рекомендаций по настройке позволяет снизить мощность откачных средств от 5 до 0,5 кВт/мм^2 площади отверстия.

4.1.4. Согласование передаточных характеристик устройства для вывода с работой вакуумных насосов

При обработке проволоки система откачки газа может работать или очень хорошо, или очень плохо. В процессе исследования установлено, что работа механических насосов, откачивающих рабочую камеру и промежуточную камеру, должна быть согласована по времени открытия камер насосов. Особенно это касается ввода проволок большого диаметра или рулонных материалов, для которых необходима большая площадь выводных отверстий. Необходимость согласования объясняется закономерностями работы механических вакуумных насосов. Например, при числе оборотов привода насоса ВН-7 равном 720 об/мин, частота открывания плунжеров камер составляет 10 Гц. Важно, чтобы порция газа, пролетев промежуточную камеру, попала на момент открывающейся плунжерной камеры насоса, откачивающего рабочую камеру. В это время мгновенная импульсная скорость откачки насоса на один – два порядка больше стационарной, указанной в паспорте.

На практике согласование может быть достигнуто кратковременным выключением одного из насосов при регистрации осциллографом тока с газоразрядного датчика давления. Эффект согласованной резонансной откачки позволяет на порядок повысить отношение атмосферного давления к давлению в рабочей камере (от 10^3 до 10^4) при работе системы с механическими вакуумными насосами ВН 7.

4.1.5. Согласование вольтамперной характеристики устройства

Как известно, вольтамперная характеристика газоразрядного устройства сильно зависит от давления газа. Особенность вольтамперной характеристики в том, что рост тока связан с уменьшением напряжения U на разрядном промежутке. При прохождении газа через выводное устройство на входе в рабочую камеру может происходить локализация разряда, рост тока, что ведет к

необходимости увеличить скорость откачки. Это связано с тем, что на определенном расстоянии может выполняться закон Пашена для зажигания разряда ($U_з=f(pd)$). При напуске газа удаленно от входа и выхода проволоки вольтамперная характеристика соответствует более высоким значениям давления газа. Разница вольтамперных характеристик от места напуска газа объясняется направленностью газового потока.

Одним из путей снижения рабочего тока и сохранения высокого напряжения является напуск легких газов непосредственно в рабочую камеру. Кроме того, снижается тепловая нагрузка на корпус устройства. Для плавности регулировки тока напуск газа может проводиться в пространство между элементами.

Часто выгоднее напускать в устройство легкие газы, например гелий, чем наращивать мощность откачных средств. В этом случае вольтамперная характеристика выполняется при давлении, на порядок более высоком, чем на воздухе.

4.1.6. Защита системы с выводом длинномерных электротехнических материалов от электрических пробоев

В ряде случаев из-за кратковременного прекращения плазмы в генераторе частиц вследствие короткого замыкания ускоряющего промежутка проводимый процесс может остановиться. Это накладывает ограничения на технологические возможности применения газоразрядных устройств из-за возможных пробоев в катодно-анодном пространстве. При пробое плазма временно не генерируется. За это время форма потока мгновенно перестраивается согласно ее новой температуре, что ведет к резкому повышению давления в рабочей камере и невозможности быстро зажечь разряд из-за необходимости затрат времени на откачку газа. На рис. 4.4 представлены зависимости тока от давления при работе на воздухе и на гелии.

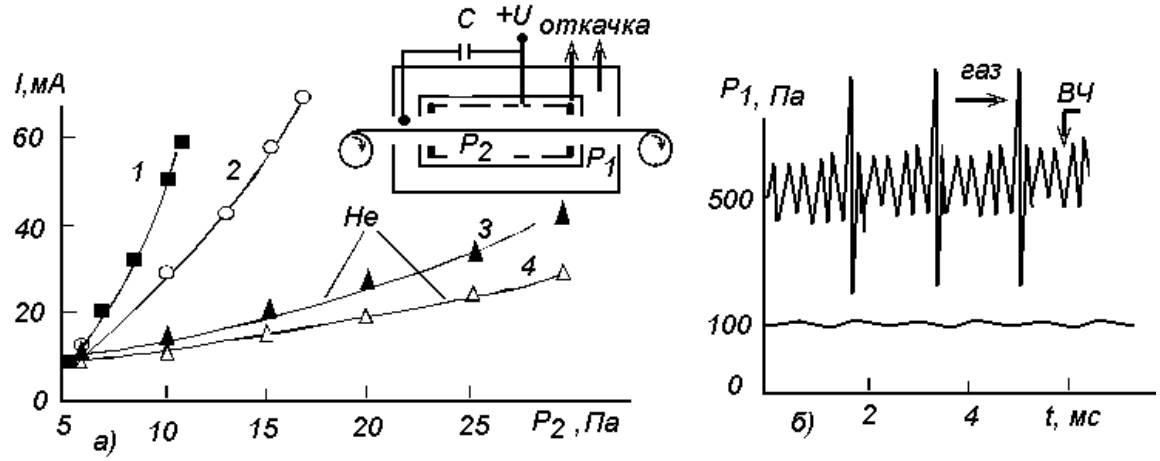


Рисунок 4.4. *а*) зависимость тока от давления *U*= 8 кВ; *б*) осциллограмма давления в рабочей камере: *1, 3* – поступление газа с проволокой; *2, 4* – напуск газа непосредственно в рабочую камеру

При пробое мощность разряда тратится не на формирование плазмы, а на свечение, тепловые процессы, высокочастотные колебания. Через введенную гальваническую развязку (конденсатор *C*, рис. 4а, петлю связи, трансформатор или дроссель) высокочастотное напряжение передается на возбуждение разряда между элементами. Это сохраняет температуру и геометрические параметры потока, что предотвращает повышение давления в системе. Данное предложение защищено патентом 2191489 и оправдало себя на практике.

4.2. Схемы устройств для поточной обработки проволок

4.2.1. Устройство для обработки проволочных материалов

Применительно для очистки вольфрамовых нитей и спиралей от загрязнений (акводага) разработано устройство для ионной обработки проволочных материалов. Применяемые в настоящее время способы очистки вольфрама в щелочных ваннах со стимуляцией ультразвуком имеют низкую производительность и посредственные характеристики. На рис. 4.5 представлена схема устройства для очистки вольфрамовых нитей.

Устройство состоит из цилиндрического корпуса *I*, имеющего патрубок

для откачки и штуцер для подачи газа, двух автономно откачиваемых камер *2*, со вставками с соосными отверстиями для пропускания проволоки *3* диаметром по 1 мм, газоразрядной камеры, образованной внешним цилиндром *4* и внутренним сеточным цилиндром *5*. Коаксиальные цилиндры *4* и *5* играют роль общего полого анода для двух встречно направленных кольцевых электронных источников, разрядные системы которых образованы кольцевым катодом *7* и анодным отверстием *6*.

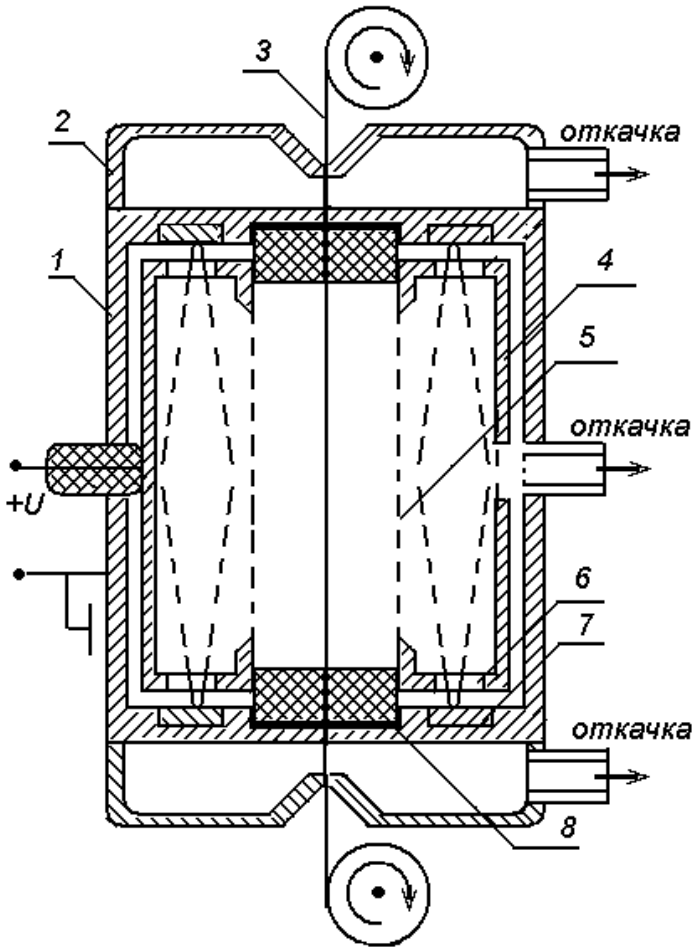


Рисунок 4.5 – Схема устройства для ионной очистки вольфрамовых нитей: *1* – корпус; *2* –камера промежуточной откачки; *3* – проволока; *4, 5* – цилиндры; *6* – анод; *7*– катод; *8* – держатели

Для предотвращения краевых эффектов служат керамические держатели *8*. Цилиндры *4* и *5* подключены к положительному полюсу источника питания. Корпус *1* вместе с катодными вставками *7* камерами *2* и проходящей проволокой подсоединены к заземленному отрицательному полюсу источника

питания. Устройство для ввода проволок в вакуум представляет собой две камеры *2*, которые подсоединены к автономным насосам НВЗ-20. Расстояние между выводными элементами составляет 10 мм. При откачке и одновременном напуске газа (воздуха, азота, гелия) в устройстве устанавливается рабочее давление соответственно 7, 10 и 50 Па. При подаче на цилиндры *4* и *5* положительного потенциала (2 – 5 кВ), между катодами *7* через отверстия *6* зажигается высоковольтный тлеющий разряд с общим током 20–100 мА. Встречно направленные трубчатые электронные пучки производят объемную ионизацию газа в пространстве между цилиндрами *4* и *5*. Условия горения разряда в различных участках кольцевых зазоров являются идентичными, соответственно плотность тока электронных трубчатых пучков и интенсивность ионизации между цилиндрами *4* и *5* однородна.

Ионы из плазмы, проникая через ячейки сетчатого цилиндра *5*, захватываются радиально направленным электрическим полем; ускоряются в нем и бомбардируют поверхность расположенной там проволоки. Поскольку диаметр проволоки намного меньше диаметра сетчатого электрода, то плотность потока ионов, бомбардирующих проволоку, оказывается намного выше плотности ионного тока на сетчатом электроде. В результате воздействия интенсивного ионного потока на поверхность проволоки она отжигается и быстро очищается.

Перемещение вольфрамовой проволоки производится посредством вращения падающей и приемной катушек, находящихся за пределами устройства под атмосферным давлением со скоростью 1–5 м/с. Для предотвращения окисления вольфрамовой проволоки на воздухе вывод проволоки проводился в трубку с азотом или гелием. Степень очистки проверяется по следу на влажной отбельной ткани и по внешнему виду проволоки в микроскопе. Количество углерода на поверхности, определенное с помощью растрового сканирующего микроскопа HITACI TM 3000, составило 14 %, что совпадает с количеством углерода на кристаллах ниобата лития, прошедших специальную технологию очистки перед нанесением оптических

пленок в вакууме. При хранении на воздухе количество углерода на поверхности увеличивается с течением времени до 16-18 %. Степень отжига оценивается по хрупкости путем завязывания узелков. Температура нити оценивается по пирометру.

Для пропускания узелков, иногда встречающихся на проволоке, диаметр отверстий увеличивался до 1 мм, что несколько ухудшает перепад давления. Вибрация проволоки приводит к неустановившемуся перестраиваемому течению газа. Заправка проволоки в устройство осуществляется с помощью специальной спицы.

В устройстве в условиях высоковольтного тлеющего разряда, ионы осуществляют ионизацию газа и создают вблизи обрабатываемой поверхности слой плазмы. Это позволяет вести обработку не только металлических, но и диэлектрических материалов, поскольку плазма снимает с поверхности диэлектрика любой избыток заряда, обычно накапливающегося на диэлектрике и создающего тормозящее электрическое поле. Это существенно расширяет технологические возможности устройства.

4.2.2. Устройство с камерой ионной очистки и камерой плазменного нагревателя

Часто возникает необходимость приоритетной ионной очистки материала или приоритетного отжига.

На рисунке 4.6 представлена принципиальная схема устройства для электронно-ионной обработки стальных проволок.

Устройство состоит из цилиндрического водоохлаждаемого корпуса 1, через ось которого протягивается обрабатываемая проволока 2 диаметром 1 мм. С торцов корпуса расположены камеры промежуточной откачки 3 для понижения давления во время протяжки проволоки из атмосферы. В корпусе расположен генератор плазмы 4, образованный анодом 5 и проволокой 2, а также три электроразрядных нагревателя 6. Все устройство питается от

промышленной сети 380 В. В цепь генератора плазмы включены 3 диода типа Д-226. Технически конструкция выполнена из открывающихся половин типа «ракушки».

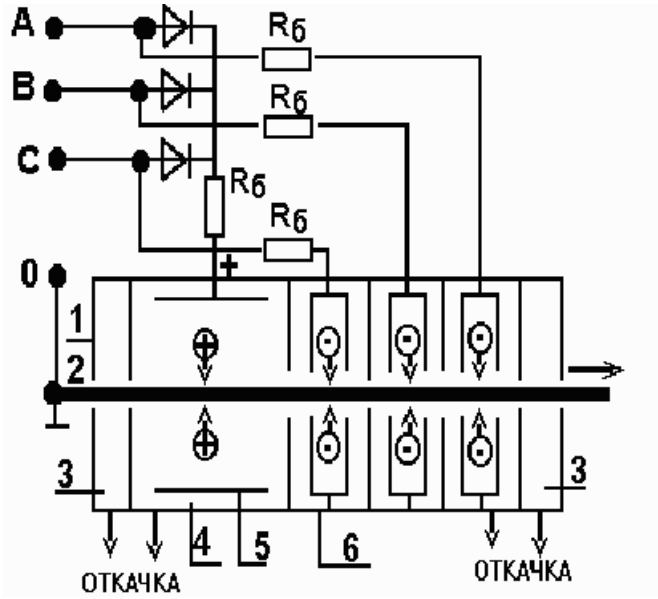


Рисунок 4.6 – Схема устройства для обработки проволоки: 1– корпус, 2– проволока, 3– камера промежуточной откачки, 4– генератор плазмы, 5– анод, 6 – нагреватели

Устройство работает следующим образом. При откачке промежуточных камер 3 и корпуса 1 двумя насосами НВПР-16 в блоке нагревателей и генераторе плазмы 4 устанавливается давление соответственно 100 и 10 Па. Затем включается механизм перемотки проволоки и на устройство подается напряжение 380 В.

В блоке нагревателей зажигается ограниченный балластными сопротивлениями R_6 диффузный дуговой разряд током до 5 А на каждый нагреватель. В генераторе плазмы зажигается тлеющий разряд током 0,1–1 А. Проволока поступает в генератор плазмы. Ионы из плазмы разряда бомбардируют поверхность расположенной на оси устройства проволоки, способствуя ее поверхностной очистке. Затем проволока поступает в блок

нагревателей 3, где производится ее нагрев до температуры ~700 ^{0}C. Проволока движется со скоростью 1–10 см/с. На характер обработки проволоки влияют напряжение и токи в цепях нагревателей и генератора плазмы, а также скорость протяжки проволоки. Токи в цепях блоков нагревателя и блока очистки регулируются балластными сопротивлениями или дополнительным напуском газа.

Экспресс анализ качества обезгаживания проводился по обнаружению пузырьков под микроскопом МБС-10 на свежей горячей (70°C) проволоке, покрытой тонким слоем дибутилфталата. Дальнейший анализ качества проводился в установке вакуумного напыления УВН-2М прогревом проволоки до температуры 1300 K с последующим масс - спектрометрическим количественным измерением кислородной компоненты.

Лабораторные испытания показали приемлемость устройства для использования в заводских условиях. Обеспечение рабочего давления только форвакуумными механическими насосами и использование напряжений до 1000 В делают устройства для обработки проволоки привлекательными для ряда технических применений. Технологический процесс легко автоматизировать, используя регулятор давления с обратной связью по току разряда. Наличие раздельных устройств для нагрева и очистки облегчает настройку устройства при приоритетной обработке центральных или поверхностных зон проволоки.

4.2.3. Устройство для очистки толстых проволок в импульсном дуговом разряде

Для ряда применений (испарители, керны для навивки спиралей, электроды и т.п.) требуется стальная проволока диаметром 1–3 мм. Для обработки проволочных испарителей диаметром 2 мм разработано устройство, представленное на рис. 4.7.

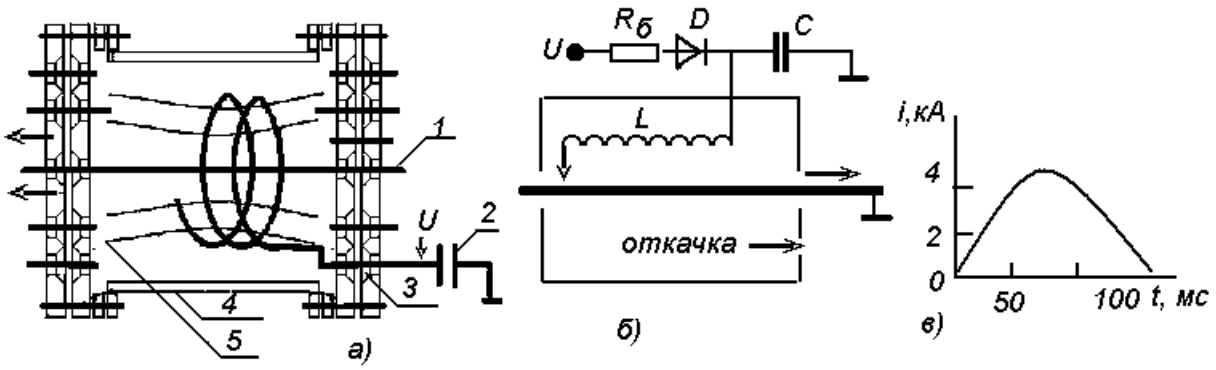


Рисунок 4.7. *а*), *б*) – Схема устройства для обработки проволочных испарителей: *1*– проволока, *2* – емкость, *3* – токоввод, *4* – корпус, *5* – линии магнитного поля; *в*) – осциллограмма тока в цепи соленоида

Устройство состоит из камеры, через которую пропускается обрабатываемая проволока. Вокруг проволоки намотан соленоид из медной шины 4х6 мм. Один конец соленоида подсоединен к конденсатору (600 мкф, 5 кВ), а другой расположен вблизи обрабатываемой проволоки. В лабораторных условиях рабочая камера откачивается насосом НВПР-16 до давления 10 кПа. В промышленных условиях давление 10–20 кПа обеспечивалось одним водокольцевым вакуумным насосом ВВН-3 мощностью 3 кВт без применения фильтров для удаления «шелухи» из ржавчины и окалины. Уплотнения вводов не требуется, так как отверстия диаметром до 6 мм не влияют на характеристики насоса.

Конденсатор *С* емкостью 600 мкФ заряжается током, ограниченным балластными сопротивлениями $R_б$. После нарастания напряжения возникает пробой на разрядном промежутке, образованном концом витка магнитного поля и обрабатываемой проволокой. Конденсатор *С* разряжается через витки магнитного поля на проволоку с током 5 кА длительностью 200 мс. На проволоке формируется катодное пятно, которое вращается вокруг проволоки под действием силы Лоренца в продольном магнитном поле. Взаимодействие собственного магнитного поля дуги с магнитным полем соленоида увлекает дугу в область максимального магнитного поля. В катодном пятне происходит

поверхностная очистка материала вследствие эрозии. По мере пробега дуги число витков соленоида уменьшается вследствие перекрытия промежутка дуговым разрядом. За это время конденсатор разряжается и дуга прекращается. Проволока движется со скоростью ~0,1 м/с. На характер обработки проволоки влияют напряжение и токи в цепях, а также скорость протяжки проволоки. Токи в цепях блока очистки регулируются балластными сопротивлениями и дополнительным напуском газа. Разработан трехфазный вариант конструкции подобного устройства.

Устройство для очистки и отжига «столбовой» проволоки

Результаты испытания устройств для обработки толстых проволок послужили исходным материалом для построения системы для поточного отжига стальной проволоки, применяемой для обвязки столбов в электрических сетях. На рис. 4.8 представлена принципиальная схема устройства для поточной обработки стальной «столбовой» проволоки.

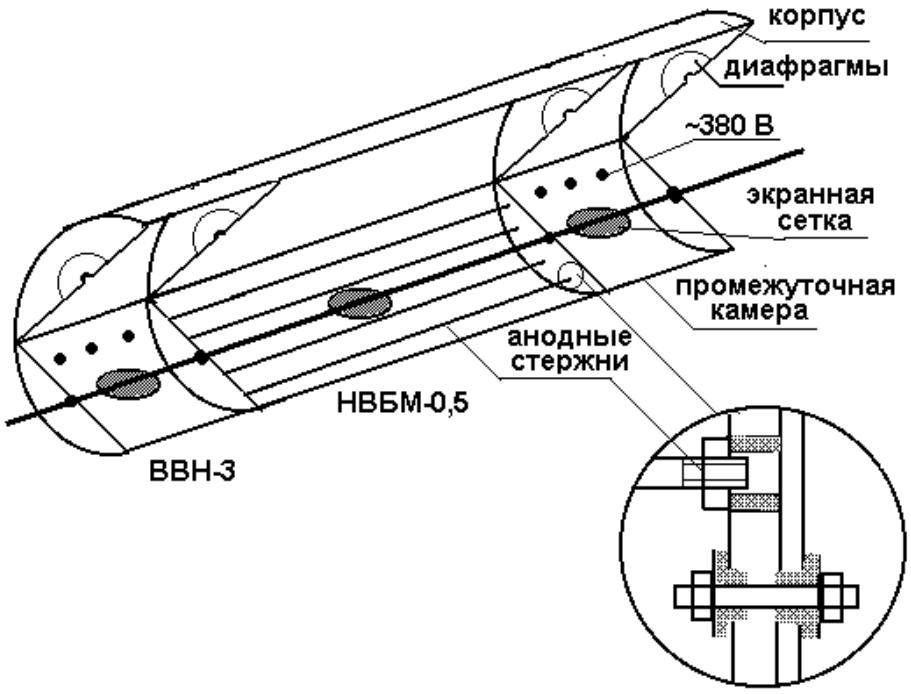


Рисунок 4.8 – Конструкция устройства для обработки «столбовой» проволоки

Устройство состоит из цилиндрического корпуса типа открывающейся «ракушки», через ось которого протягивается обрабатываемая проволока диаметром 6 мм. Конструкция устройства выполняется из стальной трубы длиной 1 метр и диаметром 200 мм, разрезанной вдоль по диаметру. Нижняя часть трубы крепится на столе установки. К нижней части устройства подводятся вакуумные трубопроводы, электрическая часть, водопроводная система.

К съемной части устройства (верхней крышке) подводится только трубка водяного охлаждения. Стенки камер, перпендикулярные проволоке, снабжены дополнительными разрезными диафрагмами с отверстиями диаметром 6 мм для протяжки проволоки из атмосферы. Проволока является заземленным катодом. Уплотнение между камерами обеспечивается лабиринтным входом диафрагм друг в друга по типу входящих друг в друга гребенок. Это обеспечивает слабое натекание газа через неплотности и обеспечивает разделение давлений в камерах. Уплотнение периметра не требуется, поскольку неплотности на уровне 0,2–0,3 мм не сказываются на предельном давлении насоса ВВН-3, который обеспечивает в промежуточной камере откачки (со стороны атмосферы) давление 20 кПа. В рабочей камере на расстоянии 20 мм от стенки корпуса через изоляторы пропущены стальные стержни диаметром 10 мм, выполняющие роль анода в виде беличьего колеса. Рабочая камера откачивается до более низкого давления (10 Па) бустерным насосом НВБМ-0,5. При давлении 10 Па в рабочей камере зажигается высоковольтный тлеющий разряд и реализуются условия ионной очистки проволоки. Таким образом, в устройстве реализован электродуговой нагрев и ионная очистка. Все устройство подключается к сети напряжением 380 В. В цепь каждой из фаз включен диод типа Д-250 и ограничитель тока по 5 ампер на фазу. Устройство применяется для получения мягкой «столбовой» проволоки.

Вакуумные насосы ВВН-3 и НВБМ-0,5 выбраны с большим запасом по производительности. Это позволяет работать устройству при значительных негерметичностях и проводить дозаправку проволокой без остановки

вакуумных насосов. Вакуумные трубопроводы закрыты сетками, что выравнивает электрическое поле в зоне отверстий вакуумных трубопроводов и исключает попадание посторонних предметов в вакуумную систему.

4.2.5. Устройство для отжига проволочных испарителей с магнитным полем и плазменным контактом

Идея улучшения базовой конструкции заключается в создании продольного магнитного поля, не позволяющего локализоваться дуге, а также в формировании плазменного контакта для токового прогрева проволоки.

На рис. 4.9 представлена модификация устройства для поверхностного отжига низколегированной проволоки диаметром 3 мм на форвакууме.

Для повышения производительности в устройстве формируется плазменный контакт, между электродом 2 и проволокой. Витки 1, намотанные вокруг проволоки, создают продольное магнитное поле, не позволяющее локализоваться дуге. Блок нагрева подсоединен к промышленной сети 380 В и имеет вращающееся магнитное поле 3 для уменьшения потерь тепла на корпус и активации процесса нагрева проволоки.

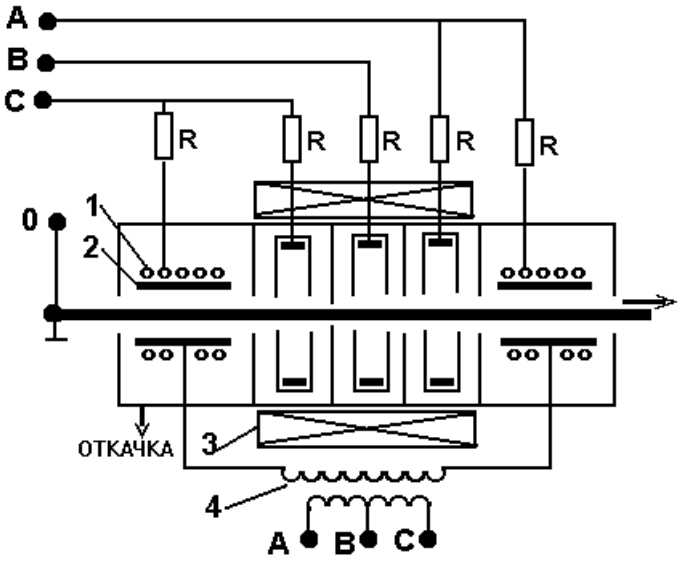


Рисунок 4.9 – Схема устройства для отжига проволочных испарителей: 1 – витки продольного магнитного поля, 2 – электрод, 3 – вращающее магнитное поле, 4 – силовой трансформатор

Для проникновения магнитного поля корпус выполнен из нержавеющей стали. Дополнительная мощность нагрева вводится через силовой трансформатор 4 и плазменный контакт. Откачка устройства проводится насосом ВВН-3 до давления 20 кПа. Скорость протяжки проволоки диаметром 3 мм, нагретой до 600° С достигает 25 см/с. Мощность нагрева составляет 15 кВт.

4.2.6 Устройство для поточного отжига электродной проволоки между разнесенными плазменными контактами

При подготовке молибдена для применения в качестве токовводов или кернов ламп накаливания возникает необходимость его очистки от бисульфита молибдена. В настоящее время для этих целей используются установки электрохимической очистки или газовые горелки, прогревающие молибденовую проволоку до красного каления. Недостатки известной технологии заключаются в поглощении газов приповерхностными слоями металла, особенно водорода, наличие поверхностных напряжений. На рисунке 4.10 представлена принципиальная схема устройства для поточного отжига стальных или молибденовых проволок диаметром до 3 мм. Устройство состоит из двух разнесенных в пространстве камер, между которыми предусмотрено пространство для окислительного или восстановительного отжига.

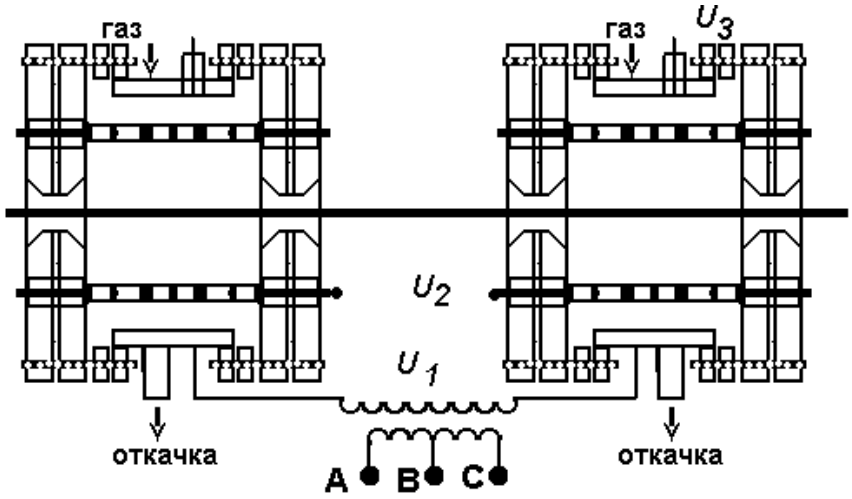


Рисунок 4.10 – Схема устройства для обработки электродной проволоки

Плазменный контакт на проволоку обеспечивается напряжением (U_1=90 В, 150 А). Отжиг проволок проводится электрическим током (U_2=160 В, 500 А), пропускаемым между устройствами. Запуск дуги проводится поджигающим импульсом (U_3=18 кВ, 50 мкА). Подача газа в устройство и его откачка водокольцевым насосом ВВН-3 до давления 20 кПа позволяют реализовать режим плазменного сильноточного контакта большой площади. Уплотнение элементов и электрическая изоляция выполнены из асбеста. Подача газа по касательной к устройству снижает тепловую нагрузку на корпус. Расчетная скорость протяжки составляет 0,1 м/с при температуре проволоки 700°С. Общая мощность установки составляет 20 кВт. Достоинства конструкции в том, что система имеет запас по откачке отверстий, открытых на атмосферу, откачивается одним водокольцевым насосом и не требует дорогостоящих плунжерных вакуумных насосов.

4.3 Схемы устройств для формирования пленок

4.3.1 Устройство для поточного алюминирования фторопластовых и полиэтиленовых пленок

В ряде применений возникает необходимость нанесения алюминиевых пленок на рулонные материалы. Литературный обзор предлагает нанесение пленок при перемотке в вакууме. Недостаток известных способов в необходимости пополнения лодочки с испаряемым материалом в процессе формирования пленки. Однако манипуляции с вводом алюминиевых проволок через вакуумные уплотнения создают нестабильный вакуум в зоне испарения, что сказывается на качестве пленок. Возникают отклонения толщины, локальные почернения по истечению 7 суток и др.

Предлагается формировать пленки при давлениях паров, превышающих давление остаточного газа. Идея состоит в том, чтобы электронным пучком обеспечить давление паров алюминия выше, чем давление остаточного газа. Для предотвращения окисления в рабочую камеру напускается инертный газ.

Лучшим инертным газом для высоковольтного тлеющего разряда служит гелий, поскольку ввиду большого потенциала ионизации молекул рабочее давление источника электронов доходит до 80 Па. На рисунке 4.11 представлена схема устройства для формирования алюминиевой пленки на рулонном фторопласте для конденсаторов.

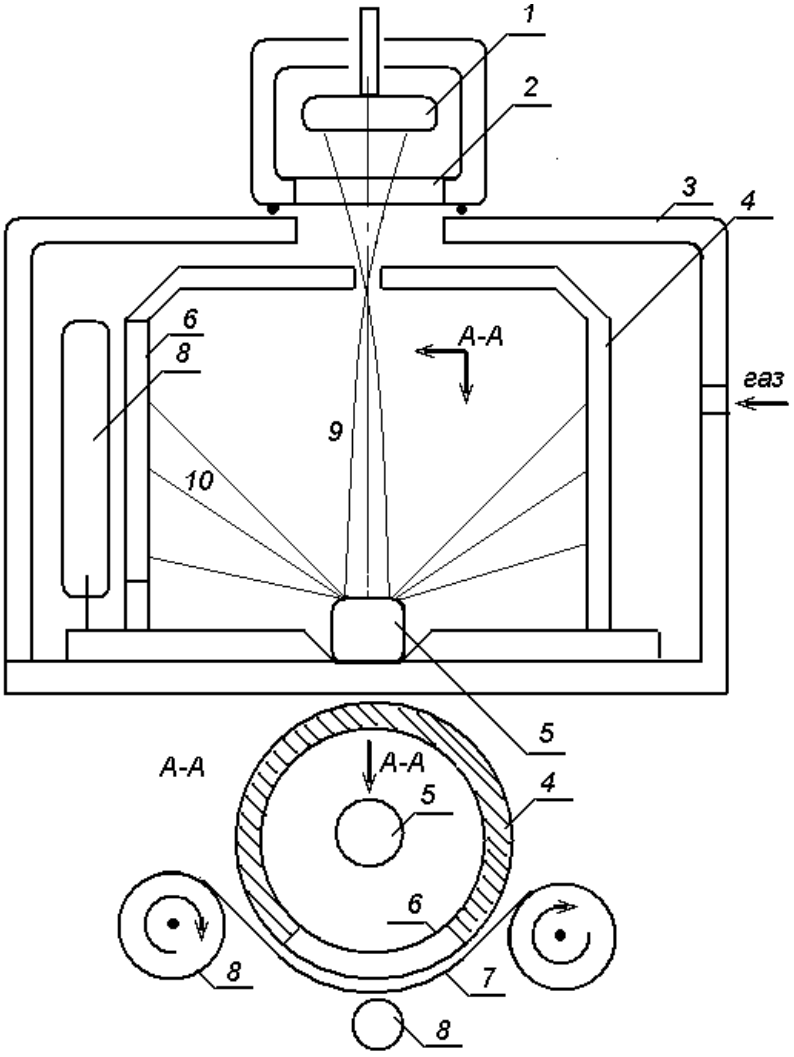


Рисунок 4.11 – Схема устройства для поточного алюминирования фторопластовой пленки: *1*– катод, *2* – анод, *3* – вакуумная камера, *4* – полый конус, *5* – испаряемы материал, *6* – окно, *7* – пленка, *8* – барабаны, *9* – электронный луч, *10*– поток пара

Источник электронов состоит из холодного алюминиевого катода *1* и анода *2* и установлен на вакуумной камере *3*. Внутри вакуумной камеры расположен усеченный полый конус *4* с испаряемым материалом *5*. В конусе

выполнено окно *6*, вдоль которого протягивается пленка *7* посредством барабанов *8*. При обеспечении в камере давления 10–80 Па и подаче на катод отрицательного потенциала (15 кВ) в системе возбуждается высоковольтный тлеющий разряд. Ионы из плазмы разряда устремляются на катод, из которого под действием ионно-электронной эмиссии выбивают электроны. Электронный пучок *9* током до 15 мА, направляется на навеску алюминия *5* и испаряет ее. Поток пара *10* распространяется внутри конуса и через окно *6* формируется на пленке. Отклоняющая и магнитная система (на схеме не указаны) позволяют менять режим испарения. Расчетное давление паров, оцененное по углу разлета паров, составило 260 Па. Преобладание скорости молекул выше тепловой позволяет обеспечивать хорошую адгезию, оцениваемую по истиранию резиной. Особенностью является диффузное рассеяние паров на газе, что позволяет проводить формирование паров в труднодоступных местах, например внутри колб ламп накаливания без вставки испарителя с навеской в объем колбы. Получены покрытия толщиной 1 мкм на пленке шириной 20 см применительно к изготовлению импульсных конденсаторов.

Электронный источник рассчитан на работу в непрерывном режиме с максимально разрядным током до 50 мА при ускоряющем напряжении до 30 кВ. Специального охлаждения катодного узла не требуется. Температура катодного узла, оцениваемая термопарой, допускается до 350 °С. При такой температуре катода существенно повышается стабильность работы источника, снижается возможность возникновения пробоев в разрядной системе, поскольку органические загрязнения на катоде, обычно способствующие возникновению пробоев, при температуре более 200 °С разлагаются и откачиваются из объема источника. Разработанное устройство превосходит известные установки для подобных целей по массогабаритным параметрам. Адгезия алюминиевой пленки составила около 5 кг/см^2.

4.3.2. Устройство для поточного алюминирования проволочных материалов

На рисунке 4.12 представлена схема устройства, предназначенного для поточного алюминирования проволочных материалов. Устройство состоит из типовой вакуумной установки типа А30605 с приставкой для ввода и вывода проволочного материала. Источник электронов на основе высоковольтного тлеющего разряда крепится на вакуумную камеру. Источник электронов состоит из катода *1* и анода *2*. В камере *3* установлен полый конус *4* с отверстиями для электронного пучка и для пропускания проволоки. К смотровому окну вакуумной камеры крепится промежуточная камера *5* для обеспечения перепада давления. Диаметр отверстий для пропускания проволоки составляет 1 мм. Оси электронного пучка и испаряемого материала смещены относительно оси проволоки. При откачке устройства двумя отдельными насосами НВПР-16 в рабочей камере устанавливается давление 5 Па.

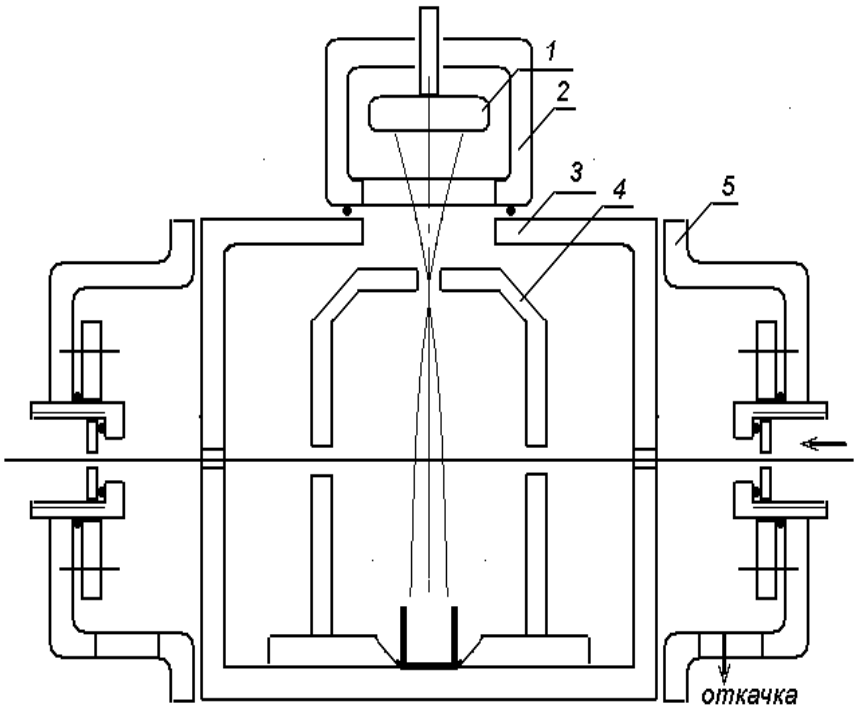


Рисунок 4.12 – Схема устройства для алюминирования проволочных материалов: *1*– катод, *2* – анод, *3* – рабочая камера, *4* – полый конус, *5* – промежуточная камера

При подаче на катод высокого напряжения 5–8 кВ в системе возбуждается высоковольтный тлеющий разряд током 40 мА. Ионы из плазмы разряда устремляются на холодный алюминиевый катод, из которого выбивают электроны. Электронный луч фокусируется на тигель и нагревает его. Происходит испарение алюминия. Расчетное давление паров алюминия составляет 260 Па. Пары алюминия оседают на проволоке. Скорость протяжки составляет 1 см/сек. Время экспозиции в камере составляет 5–10 сек. Толщина пленки, измеренная по свидетелю, прикрепленному к проволоке, составляет 1 мкм. Адгезия пленки проверялась по истиранию с помощью резины.

4.3.3. Адаптация типовых вакуумных установок под поточную обработку проволочных материалов

В ряде случаев при ионной очистке, отжиге или при формировании покрытия на проволоках диаметром до 1 мм нет необходимости монтировать специальные установки для электрофизической обработки материалов. Для этих целей достаточно доукомплектовать типовые вакуумные установки приставками, играющими роль камер промежуточной откачки газа. В качестве термического испарителя может применяться источник электронов на основе высоковольтного тлеющего разряда, который работает при давлениях 1–10 Па и не требует накаленного катода.

На рисунке 4.13 представлена схема устройства для электроннолучевого напыления алюминиевых пленок, а также схема подключения промежуточных камер для создания перепада давления при обработке длинномерных электротехнических материалов.

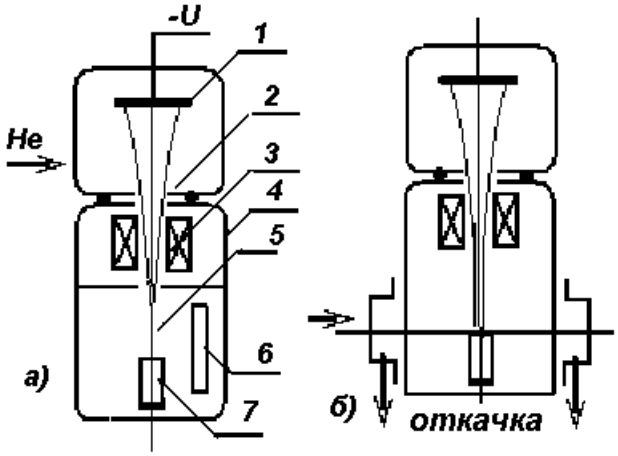


Рисунок 4.13. – *а*) – Схема устройства для формирования пленок: 1 – катод; 2 – анод; 3 – магнитная линза; 4 – корпус; 5 – электронный луч; 6 – подложка; 7 – испаряемый материал; *б*) схема подключения камер промежуточной откачки.

4.3.4. Устройство для цинкования длинномерных материалов

Известны технологии цинкования длинномерных материалов в электролитических ваннах. Недостатки известных технологий заключаются в рыхлости покрытий, необходимости тщательной подготовки поверхности, недостаточной стойкости во влажных средах. Известны вакуумные установки для цинкования мебельной фурнитуры в вакууме, но они неприменимы для поточной обработки длинномерных материалов. Установлено, что формирование пленок цинка имеет свои особенности. Первое из них то, что цинк имеет высокое давление насыщенных паров. Второе, что при испарении цинка происходит переохлаждение его паров и начинается конденсация в пролетном пространстве от испарителя до подложки. Это требует прогрева паров в разряде или в специальной конструкции испарителя. На рисунке 4.14 представлена схема оборудования в рабочей камере, применяемая для цинкования стальной проволоки диаметром 0,8 мм.

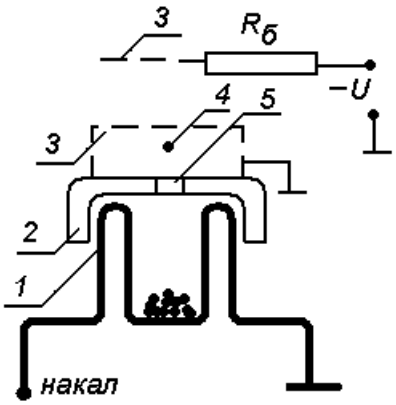


Рисунок 4.14 – Схема оборудования для цинкования: а) *1*– железный испаритель, *2* – керамическая крышка, *3* – сетка, *4* – проволока, *5* – эффузионная ячейка;

При обеспечении давления 5–10 Па в камере между сетками зажигается нормальный тлеющий разряд (500 В, 30 мА). Затем подается накал (11 В, 60 А) на испаритель. Процесс испарения проводится при температуре испарителя около 500°С . Наличие керамической крышки обеспечивает большое локальное давление паров и создает эффект испарения с закрытой лодочки. Наличие отверстия в крышке создает эффект эффузионной ячейки, с относительно контролируемыми параметрами истечения. Сетка, ближняя к проволоке, играет роль электрического экрана. Другая сетка находится под потенциалом 500 В и обеспечивает горение нормального тлеющего разряда током 75 –150 мА. Это способствует формированию более однородной фракции паров цинка. При давлении более 15 Па (рабочий газ – воздух) нарастает окисление цинка. При давлении менее 5 Па формируется плотная металлическая пленка с высокой адгезией, но с тенденцией проявления теневого эффекта. Поперечный размер потока пара цинка на уровне первой сетки составляет 30 мм. Учет поперечных размеров потока позволяет реализовать протяженный испаритель с несколькими ячейками испарения вдоль линии протяжки проволоки.

4.3.5 Устройства для переработки полимеров и формирования полимерных покрытий

В последнее время возникла задача отделения пластмассы от медных коллекторов скоростных электродвигателей. Эта задача может быть решена электронно-лучевым распылением полимера. На рис. 4.15 представлена схема распылительного устройства, реализующего электронно-лучевое распыление капролона, оргстекла, а также распыление фторопласта, добавляемого в вакуумные насосы в качестве уплотнительной смазки.

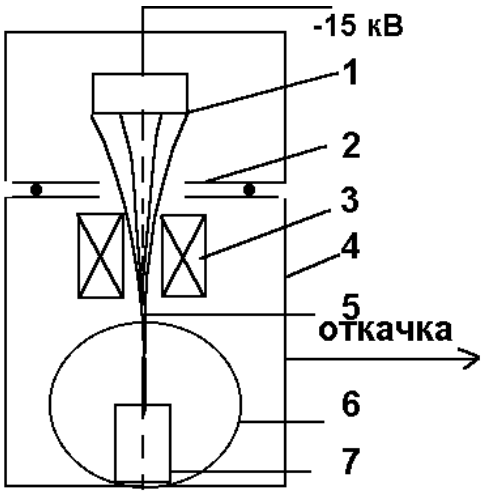


Рисунок 4.15 – Схема источника для распыления фторопласта: 1 – катод, 2 – анод, 3 – магнитная линза, 4 – рабочая камера, 5 – электронный луч, 6 – коллектор, 7 – фторопласт

Газоразрядный электронный источник электронов состоит из холодного алюминиевого катода 1 и анода 2. При обеспечении в источнике форвакуума на уровне 5–80 Па вакуумным насосом НВПР-16 и подаче отрицательного потенциала (до 15 кВ), в нем возникает высоковольтный тлеющий разряд. Ионы из плазмы разряда устремляются на холодный алюминиевый катод 1, из которого под действием ионной бомбардировки выбиваются электроны. Электронный пучок 5 током 20–100 мА фокусируется магнитной линзой 3 в камеру 4 на материал 7. При распылении полимеров (фторопласт, капролон,

оргстекло) покрытие формируется на поверхности автономно откачиваемого коллектора 6, в виде трубы диаметром 120 мм.

При давлении в рабочей камере на уровне 50 Па и ускоряющем напряжении 15 кВ скорость распыления фторопласта составляет 0,2 г/с. В случае разложения фторопласта в плазме основными компонентами являются фтористый водород, метан, этилен и фтороуглеродные радикалы. Снижению газовой нагрузки на откачные средства способствует квазиимпульный режим работы источника с частотой следования импульсов напряжения 0,1 Гц, а также промежуточная откачка коллектора автономным насосом НВПР-16. Унос массы по весу, без учета потерь по вакуумным коммуникациям, составляет около 5 %. Размер зерна фторопласта, оцененный по микроскопическим анализам, составляет 3–10 мкм. Процесс получения порошка может быть совмещен с процессом напыления покрытия непосредственно в вакуумной камере. Закрепление полимерного покрытия может быть осуществлено при атмосферном давлении по традиционным технологиям. Адгезия покрытий на горельефах без применения связующих биндеров после термического прогрева при температуре 550 К составила на стекле – 3 кг/см^2, на оцинкованной стали – 5 кг/см^2.

Порошок фторопласта может использоваться в качестве добавки для уменьшения трения в вакуумных насосах, а также в качестве 5 %-й инертной добавки к пластмассе для повышения диэлектрической прочности электротехнических материалов. Аналогичные задачи необходимо решать для переработки отходов фторопласта, оргстекла, капролона в порошок или формирования полимерных покрытий на элементах сложной формы или при производстве антиискрового инструмента.

Выводы по главе

В процессе конструирования решена задача – разработка более совершенных устройств для обработки длинномерных и широкоапертурных электротехнических материалов.

Новым в конструкциях устройств для отжига и очистки проволочных материалов является реализация плазменного контакта. В отличие от известных токовых контактов, плазменный контакт не изменяет свойства металла в месте контакта.

Новыми являются предложения по избавлению от пробоев для повышения стабильности работы устройств.

Впервые в расчетах устройств ввода и вывода проволок является учет структуры газового потока, формирование разряда в камере промежуточной откачки газа, согласование пролетных скоростей газа с частотой открывания плунжерных камер вакуумных насосов. Все это позволило снизить мощность необходимых вакуумных насосов от 10 до 0,5 кВт/мм^2 площади отверстия.

Новым в устройствах для формирования пленок является взгляд на модель истечения парового потока. Это позволило проводить формирование пленок при относительно малых расстояниях и высоких давлениях инертного газа, что важно для напыления дорогих материалов.

В таблицах 4.3 – 4.4 приведены некоторые применения разработанных устройств.

Таблица 4.3 – Некоторые применения разработанных устройств для очистки и отжига проволочных материалов.

Устройство	Применение
1	2
1.Устройство для поточной ионной обработки и отжига вольфрамовых проволок. 7 кВ, 50 мА, отверстия по 1 мм, откачка 2 насоса ВН-1	Ионная обработка и отжиг вольфрамовых и молибденовых проволок
2. Трехфазное устройство для ионной очистки и отжига проволок. 380 В, 15 кВт, отверстия 1 мм, 2 насоса НВПР-16	Раздельная ионная очистка и отжиг стальных проволок
3. Устройство для очистки толстых проволок в импульсном дуговом разряде. 5 кВ, 5 кА, 200мкс, диаметр проволоки 2 мм, рабочее давление 10 кПа. Насос НВПР-16	Очистка толстых проволок в импульсном дуговом разряде

Окончание таблицы 4.3

1	2
4. Устройство для очистки и отжига «столбовой» проволоки диаметром 6 мм. 380 В, 15 кВт, насосы: ВВН-3, НВБМ-2,5	Отжиг и очистка «столбовой» проволоки диаметром 6 мм
5. Устройство для отжига проволочных испарителей с магнитным полем и плазменным контактом. Один насос ВВН-3, проволока 3 мм, мощность 15 кВт	Устройство для отжига проволочных испарителей с магнитным полем и плазменным контактом
6. Устройство для поточного отжига электродной проволоки между разнесенными плазменными контактами	Отжиг проволоки между разнесенными плазменными контактами

Таблица 4.4 – Некоторые применения устройств для формирования пленок и основной принцип реализации

1. Поточное алюминирование фторопластовой и алюминиевой пленки	Давление паров алюминия больше давления окружающего инертного газа
2. Ячейка для формирования пленок с нарастающей толщиной посредством перфорации и углового среза тигля	Формирование оптических волноводов с линейно возрастающей толщиной.
3. Испаритель для легирования пленок редкими элементами: Ce, Ag, Au с повышенным КПД	Испаряемый пар меньше оседает на элементах, подверженных нагреву электронным пучком
4. Устройства для переработки полимеров и формирования полимерных покрытий	Электронно-лучевое испарение материалов

Более подробно разработанные устройства приведены в [121– 122, 124–128, 130, 131, 138,139, 145–146, 150–152, 165,166, 174, 177–179, 181–186]

5. Заключение. Основные результаты работы

Основным итогом диссертационной работы является решение важной научной проблемы, заключающейся в решении задачи поточной электрофизической обработки длинномерных материалов. Особенность работы заключается в ее прикладной направленности, позволяющей использовать полученные теоретические наработки и экспериментальные результаты для решения прикладных вопросов создания электротехнического оборудования.

К началу данной работы расширились области применения электротехнических материалов и обострились проблемы подготовки длинномерных электротехнических проволочных материалов к последующим технологическим операциям. Существующие химические и термические методы поточной обработки материалов оставляют на изделиях следы прошедших технологических операций. С расширением функциональных свойств электротехнических изделий повысились требования к качеству производительности и себестоимости изделий.

Актуальность темы заключается в необходимости исследования факторов, влияющих на процессы поточной обработки электротехнических материалов с целью снижения энергоемкости, повышения производительности и качества обработки электротехнических материалов.

Целью данной работы являлось исследование условий для реализации электрофизических методов обработки длинномерных электротехнических материалов с помощью ионов, электронов и плазмы, генерируемых в проточной вакуумной системе при давлениях 1–10 Па. Исследовалась возможность ионной очистки, отжига и формирования защитных покрытий в проточных системах с поступлением и откачкой газа. В качестве обрабатываемых материалов использовались проволочная сталь для изготовления сварочных электродов и охранных систем, вольфрамовая и молибденовая проволока для тел накала.

Для достижения поставленной цели решалось несколько задач. Основные из них: выявление глубины расположения газа в металле;

установление особенностей формирования защитных пленок в ограниченном пространстве в условиях натекания газа; исследование условий минимизации мощности для обеспечения рабочего давления при вводе материалов из атмосферы; разработка рекомендаций по расчету и конструированию систем для обработки материалов.

Основные результаты работы заключаются в следующем:

1. При решении задачи по выявлению глубины залегания газов в металлическом проволочном материале установлено следующее.

При нагреве электротехнического материала при форвакуумном давлении (1–10 Па) суммарное выделение газа формируется потоками газа с поверхностных и внутренних слоев. Относительный вклад этих двух потоков зависит от скорости нагрева. Оценивая интенсивность суммарного потока при разных скоростях нагрева, можно определить на какой глубине преимущественно располагается газ. Если с увеличением скорости нагрева суммарный поток уменьшается, то это свидетельствует о смещении максимума распределения концентрации сорбированных газов в глубь материала.

Получение информации о глубине залегания газа сокращается от 6–8 часов до нескольких минут и может использоваться для оптимизации режимов нагрева и минимизации энергетических затрат на удаление газов из материала. Полученные сведения позволяют более корректно настраивать процесс поточной обработки проволочных материалов, в частности время пребывания проволоки в камере обработки.

В итоге решения первой задачи предложена новая методика для определения глубины залегания газа в материале, показано ее преимущество и пути реализации.

2. При решении задачи формирования пленок в проточной вакуумной системе в условиях ограниченного пространства установлено следующее.

При нанесении пленочных покрытий термическим испарением в вакуумной камере в форвакуумном диапазоне давлений, необходимым условием получения покрытий с высокой равномерностью и адгезией является

нагрев испаряемого вещества до температуры, при которой давление паров испаряемого металла превышает давление остаточного газа. В этих условиях в результате изменения механизма массопереноса от молекулярного (при низких давлениях) к рассеянию на газе область пространств однородности паров смещается в сторону источника. В результате равномерные по толщине пленочные покрытия формируются в условиях ограниченных размеров рабочих камер вакуумных установок при повышенных давлениях остаточного газа.

В ходе исследований показано, что при термическом испарении материала в вакуум при изменении давления в диапазоне 1–10 Па происходит изменение формы потока пара. Установлены соотношения, позволяющие определить минимальное расстояние от испарителя до подложки при формировании равномерных по толщине пленок в условиях ограниченного пространства в проточных вакуумных системах.

Повышение равномерности формирования пленки достигается выполнением перфорации на срезе тигля, изменением угла среза тигля, а также за счет изменения температуры испарения и давления инертного газа. Предложены геометрические и параметрические способы управления распределением толщины пленки по подложке.

3. Установлено, что при формировании пленочных покрытий термическим испарением металлов в проточных системах с напуском и откачкой газа, происходит снижение концентрации соединений элементов испаряемого материала с компонентами рабочего газа по сравнению с непроточными системами. Это связано с тем, что поступающий в камеру газ понижает температуру паров материала, что приводит к снижению скорости реакции паров испаряемого материала с компонентами рабочего газа. При изменении потока газа можно изменять состав пленки от металлической до промежуточных соединений металлов с компонентами рабочего газа.

4. При решении задачи минимизации мощности откачки для обеспечения вакуума при вводе материалов из атмосферы установлено следующее.

В проточной вакуумной системе с промежуточной откачкой газа зажигание дугового или тлеющего разряда в объеме промежуточной откачки приводит к повышению температуры газа. Это сопровождается изменением вектора направленности потока газа и уменьшением градиента давления на границах отверстия, соединяющего промежуточную и рабочую камеры. Как следствие уменьшается интенсивность поступающего в рабочую камеру газового потока, что позволяет снизить потребляемую мощность на откачку газа из рабочей камеры

Выявлены перспективные формы выводных элементов в виде встречных конусов с локальным срезом, позволяющие уменьшить мощность необходимых откачных средств за счет отклонения потока газа.

Предложены рекомендации по расчету устройств для ввода материалов в вакуум, связывающие взаимное расположение и форму элементов, при которых достигается максимальный перепад давления.

Согласованием систем по условиям откачки показано, что выгоднее напускать в устройство легкие газы, чем наращивать мощность откачных средств. В этом случае вольтамперная характеристика выполняется при давлении, на порядок более высоком, чем на воздухе.

Впервые показаны возможности создания перепада давления с помощью локального электрического разряда при уменьшении давления, когда влияние формы элементов ослабевает. В итоге работы мощность необходимых откачных средств снижена с 10 до 0,5 кВт на 1 мм^2 площади отверстия.

5. При решении задачи конструирования устройств для поточной очистки, отжига, формирования защитных покрытий исследованы закономерности согласования режимов натекания газа, испарения материала, условий горения разряда.

Разработаны устройства для поточной очистки и отжига проволочных

материалов, применяемых в электротехнике.

При конструировании устройств учтены вопросы технологичности, такие как заправка образцов, условия сборки и профилактики, использование недефицитных материалов.

Разработаны устройства для травления материалов в сканируемой по поверхности металлосодержащей плазме в парах обрабатываемого материала. Решены задачи снятия поверхностного заряда и изменения поверхностного состава покрытия. Установленные закономерности имеют прикладное применение для построения устройств различного назначения.

Сравнение разработанных и известных систем приведено в табл. 5.1.

Таблица 5.1 – Разработанные и известные системы

1. Сравнение систем для поточной обработки материалов	
Традиционные	Предлагаемые
1	2
Отжиг – термический цех	Отжиг в разряде
Очистка – механическая, химическая	Ионная очистка
Выяснение механизма выделения газа за 6–8 часов	Выяснение механизма выделения газа за несколько минут
2. Сравнение систем для формирования пленок	
Традиционные	Предлагаемые
Модель течения пара – шар	Модель течения шар–конус. Угол конуса зависит от давления в камере, при уменьшении давления сферическое истечение
Расстояние до подложки $h \approx 200\ d$	Расстояние сокращено до $h \approx 10d$
Изменение толщины по закону косинуса	Косинус, линейное, периодическое изменение толщины
Равномерность ~2% за счет механического перемещения	Равномерность <2 % за счет отклонения

Окончание таблицы 5.1

1	2
Перекрывание пара заслонкой	Частичное экранирование пара электронным лучом
Наклон подложки для управления толщиной	Отклонение потока пара, патент 2191490
КПД напыления ≈ 1,5 %	КПД ≈ 30 – 50 %
Напыление при постоянном давлении в камере	Напыление с напуском газа и учетом смещения диаграммы фазных состояний
Травление ионами газа и металла	Совмещение травления и отжига
Определение глубины залегания газов при длительном обезгаживании испарителей	Определение глубины залегания газов на осциллографе при переменных скоростях нагрева (патент 2223481)
3. Сравнение систем для ввода/вывода	
Традиционные	Предлагаемые
Расчет: больше отверстие – больше насос	Расчет: больше отверстие – меньше насос
Откачка 5–10 кВт/мм^2 отверстия	0,5 кВт/ мм^2
Усложнение формы элементов	Форма со срезом элементов
Уменьшение эффективности откачки при малом давлении	Увеличение скорости откачки электрофизическими явлениями

Разработанные предложения опубликованы в работах [111, 115,116, 123, 125,134–137]. Разработанные устройства защищены патентами [140–144].

Основные результаты комплекса исследований и разработок можно кратко сформулировать следующим образом.

Показано изменение формы потока пара при испарении материалов [109–112]. Установлены закономерности изменения локальной толщины покрытия, установлены закономерности, приводящие к изменению состава покрытия в режиме обмена газа, обнаружены эффекты влияния потока электронов на формирование пленочных покрытий, предложены рекомендации по расчету устройств для электрофизической обработки длинномерных

электротехнических материалов.

Установленные закономерности имеют прикладное применение для построения устройств различного назначения [113–131, 145–147]. Показана роль газофазных реакций в процессе формирования пленочных покрытий. Разработаны устройства для ионной очистки и формирования защитных покрытий при электрофизической обработке электротехнических материалов [132–150].

В итоге работы появился новый класс устройств – устройства для поточной электрофизической обработки проволочных и рулонных материалов, работающие на напряжениях до 1000 В, с параметрами поддержания вакуума, на порядок превосходящими известные мировые аналоги, с возможностью отжига, очистки или функционального формирования толщины пленки в ограниченном пространстве. Разработаны опытные образцы устройств для поточной электрофизической обработки материалов для нужд электротехники и радиотехники.

В работах, выполненных в соавторстве, личный вклад автора состоит в разработке и испытаниях конструкций для формирования пленок и травления материалов. При проведении экспериментов и обсуждении результатов принимали участие: профессор С.В. Смирнов, доцент А.С. Шангин, с.н.с. ИФПМ Шибаев Ю.А, зав. лаб. перспективных технологий Череповецкого металлургического комбината Дампилон В.Г., начальник СКБТМ НИИПП – Хан А.В. Автор выражает благодарность своим учителям д.т.н. Носкову Д.А., д.ф.-м.н. Шандарову С.М., главному технологу СКБТМ ФГУП НИИПП Канаеву В.Г., сотрудникам института физики полупроводников СОРАН, сотрудникам кафедры Электронных приборов Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники, где выполнялась работа.

Список литературы

1. Пат. 2074905 Российская Федерация, МПК C23C14/35. Способ ионно-плазменной обработки длинномерных изделий /И.Н Зорин, А.П., Кротов, К.Б.Матвеев, М.М Поляков; заявитель и патентообладатель Зорин И.Н., Кротов А.П., Матвеев К.Б. Поляков М.М. – № 93025815/02; заявл. 29.04.1993; опубл 10.03.97 (магнитные линии вдоль изделия).
2. Пат. 2114211 Российская Федерация, МПК C23C14/38. Способ обработки поверхности длинномерных отверстий металлических изделий в тлеющем разряде /Е.Н. Муранов; заявитель и патентообладатель Сибирский химический комбинат. – № 96120834/02; заявл. 22.10.1996; опубл. 27.06.1998 (длинная труба с разрядом).
3. А.с. №755863 СССР, кл C21D9/52. Способ обработки стальной проволоки / Н.Г. Бойденко, А.Н. Шпак, П.П. Стройкин, Ю.Я. Эстерзон; заявитель Филиал Всесоюзного научно-исследовательского и проектно-конструкторского института металлургического машиностроения им. А.И. Целикова, г. Славянск. – №4914967/02; заявл. 22.02.91; опубл. 07.10.92, Бюл №37 (токовые ролики + ванна для цинкования).
4. А.с. 1724706 А1 СССР, МКИ5 С 21 D 9/52. Устройство для термообработки длинномерных изделий / Г.Н. Нургаткина., Т.А Степанова, С.К Попов, А.Д. Ключников; №4777192/02; заявл. 05.01.90; опубл. 07.04.92, Бюл.№13 (длинная печь).
5. Пат. 2110607 Российская Федерация, кл C23C14/46, C23C14/58. Способ обработки поверхности / В.А. Горнова, А.Н. Сорокин, С.А. Собко; заявитель и патентообладатель: Российский федеральный ядерный центр - Всероссийский научно- исследовательский институт технической физики; Министерство Российской Федерации по атомной энергии. – № 96116201/02; заявл. 08.08.1996; опубл. 10.05.1998. (швейные нити в вакуумной камере).

6. Пат. 2114211 Российская Федерация. МПК С23С14/38. Способ обработки поверхности длинномерных отверстий металлических изделий в тлеющем разряде / Е.Н. Муранов, А.К. Годовиков, И.А. Филин; заявитель и патентообладатель: Сибирский химический комбинат. – № 96120834/02 заявл. 22.10.1996; опубл. 27.06.1998.
7. Абияка, А.Н. Поточная ионная обработка вольфрамовых проволок / А.Н. Абияка, Л.Н. Орликов, Е.В. Чикин // Светотехника.– 1988.– № 5.– С. 23.
8. Черепнин, Н.В. Основы очистки, обезгаживания и откачки в вакуумной технике /Н.В. Черепнин.– М.: Советское радио, 1967.– 185 с.
9. Очистка деталей электронных приборов: сб. под ред. Б.Д. Луфт, А.Л. Шустиной. Пер с англ. – М.: Энергоиздат, 1964. – 312 с.
10. Данилина, Т.И. Процессы микро- и нанотехнологий / Т.И. Данилина, К.И. Смирнова, В.А. Илюшин, А.А. Величко. – Томск: – Томск. гос. ун-т систем упр. и радиоэлектроники, 2005.– 316 с.
11. Розанов, Л.Н. Вакуумная техника. / Л.Н. Розанов – М.: Высшая школа, 1990. – 320 с
12. Дулитл, Г.Д. Объемные и поверхностные эффекты при обезгаживании металлов / Г.Д. Дулитл, Б.З. Зингер, П.Ф. Фаради // Мат 2 Межд. симпоз. «Остаточные газы в электронных лампах»: сб. под ред. Г.Д. Глебова. –М.: Энергия, 1967.– С. 135.
13. Ishikawa Yuichi // J. Vac. Soc. Jap, 1991.– Т. 34. – №3.– P. 283-285 (Выделение газов поверхностью нержавеющей стали при высокой температуре и высоком давлении).
14. Глебов, Г.Д. Поглощение газов активными металлами./Г.Д. Глебов. – М.: энергоатомиздат, 1966. – 150 с.
15. Шевяко, Н. А. Влияние режимов термообработки на микроструктуру малоактивируемой ферритно-мартенситной стали ЭК-181 / Н. А. Шевяко, Ю.И. Литовченко, А.Н. Тюменцев и др. // Изв. вузов. Физика.– 2013. – Т. 56. – №5. – С. 51-54.
16. Пат. США 5122389 МКИ С 23 С 14/30. Vacuum evaporation method and

apparatus / Vasunaga Tadashi; заявл. 28.02.91; опубл. 16.06.92.

17. Заявка 57-152465, Япония. МКИ С 23 С 13/02. Изготовление тонких пленок в вакууме / Simacato Josio. – № 56-37252; заявл. 17.03.81. опубл. 20.09.82.
18. Заявка № 59-135425 Япония, МКИ С 23 С 14/24. Устройство для термовакуумного напыления / Goto Jasuki; заявл. 29.06.84; опубл. 24.01.86.
19. А.с 1810393 СССР, МКИ5 С 23 С14/26. Испаритель для вакуумных установок / Н. В. Василенко, Е. Н. Ивашов, С. М. Оринчев, Ю. С. Родионов, С. В. Степанчиков; заявл. 25.03.91; опубл. 23.04.93. Бюл. № 15.
20. Waldrop J.R., Simple evaporator for refractory metal thin film deposition in ultrahigh vacuum / J.R.Waldrop, R.W. Grant // J. Vac. Sci. and Technol. A, 1983. –No.3.– P.1553-1554
21. А.с. 966117 СССР, МКл^3 С23 С 13/08. Устройство для нанесения покрытий на порошок / И.Ф. Фришберг, Г.М. Коршунов, В.П. Пастухов и др.– №3259829/18-21; заявл. 10.03.81; опубл 15.10.82; Бюл.№38.
22. А.с. 950795 СССР, МКл^3 С23 С 13/08. Испаритель для нанесения покрытий в вакууме / Л.Ю. Вольфсон, Л.Б. Розенфельд–№2864872/18-21; заявл. 04.01.80; опубл. 15.08.82; Бюл. № 30.
23. А.с. 855073 СССР, МКл^3 С23 С 13/08. Устройство для нанесения анизотропных пленок в вакууме / Г.М. Родичев, А.Е. Бузмаков– №2626957/18-21 с присоединением заявки №2733919/18-21; заявл. 08.06.78; опубл. 15.08.81; Бюл.№30.
24. А.с. 796247 СССР, МКл^3 С23 С 13/08. Устройство для нанесения покрытий / В.В. Ворошнин, Р.Р. Стыркш, М.П. Рудин и др.– №2712959/18-21; заявл. 09.01.79; опубл. 15.01.81; Бюл. №2.
25. А.с. 1114707 СССР, МКл^3 С23 С 13/12. Устройство для испарения материалов в вакууме /И.А. Ашманис, А.С. Бай, А.Г. Заберин. – №3479054/18-21; заявл. 29.07.82; опубл. 23.09.84; Бюл.35.
26. А.с. 1051134 СССР, МКл^3 С23 С 13/12. Устройство для испарения материала / Э.В. Ядин , Т.А. Силис, А.Г. Заберин– №3465609/18-21; заявл. 06.07.82; опубл. 30.10.83; Бюл.№40.

27. А.с. 1046344 СССР, МКл^3 С23 С 13/12. Устройство для нанесения покрытий / В.В. Стацура, В.К. Гупалов, А.Е. Михеев– №3315312/18-21; заявл.08.07.81; опубл. 07.10.83; Бюл.№37.
28. А.с. 910837 СССР, М кл^3 С 23 С 13/10. Устройство для термического испарения материала в вакууме /А.А. Бабад-Запрянин, Е.В. Борисов, М.И. Лагуткин – № 2453483/18-21; заявл.08.02.77; опубл. 10.03.82; Бюл.№9.
29. А.с. 863716 СССР, М. Кл^3 С23 С 13/00. Устройство для нанесения покрытий /В.А. Тучин, Ю.Н. Хлопов, В.И. Захаров, А.И. Гуров, А.И. Морозов –№2807440/18-21; заявл.08.08.79; опубл. 15.09.81; Бюл. №34.
30. А.с. 796244 СССР, М. Кл^3 С23 С 13/00. Устройство для получения покрытий / Н.Ф. Дмитрук, С.П. Яковлев, В.Е. Каменцев, В.П. Снесаревский, В.И. Левинчкий, А.Е. Алексанов – №2178673/18-21; заявл. 03.10.75; опубл. 15.01.81; Бюл.№2.
31. А.с. 1093012 СССР, МКл^3 С23 С 13/08. Устройство для нанесения покрытий в вакууме / А.В. Аношкин, Е.Н. Петров– №3382125/18-21; заявл. 14.01.82; опубл 15.04.85; Бюл. №14.
32. А.с. 1106849 СССР, М кл^3 С23 С 11/02; С 23 13/10. Устройство для нанесения плёнок на длинномерные изделия /В.Г. Орлов, М.М. Митропольский, А.Н. Макаров, А.В.Петров– №3586916/22-02; заявл. 29.04.83; опубл. 07.08.84; Бюл.29.
33. А.с. 1092208 СССР, М кл^3 С23 С 11/02. Устройство для нанесения покрытий из паровой (газовой) фазы/ Е.А. Ляндаев, Л.М. Сафонов, Л.А. Нестерова–№3423768/22-02; заявл.16.04.82; опубл. 15.05.84; Бюл.18.
34. А.с 787490 СССР, М. Кл^3 С23 С 11/02. Способ осаждения вольфрамовых покрытий / Ю.М. Королёв, В.Ф. Соловьев, В.И. Столяров, А.В. Рячагов– № 2316101/22-02; заявл. 09.01.76; опубл. 15.12.80; Бюл. 46
35. А.с 1122751 СССР, М кл^3 С23 С 13/00. Способ изготовления многослойных интерференционных систем /В.Г. Верещагин, А.Д. Замковец– №2914210/18-21; заявл. 11.04.80; опубл. 07.11.84; Бюл. №41.
36. А.с. 1052563 СССР, М кл^3 С23 С 13/00. Устройство для получения

многослойных покрытий / В.С. Копань, В.М. Повьякель; заявл. 27.12.79; опубл. 07.11.83; Бюл. №41.

37. А.с. 910842 СССР, М. Кл^3 С23 С 13/12. Испаритель / Т.Н. Мартынова, В.П. Корчков, В.Е. Гранкин, Н.С. Гудкова– №2860412/18-21; заявл. 29.12.79; опубл. 07.03.82; Бюл. №9.
38. А.с. 889743 СССР, М. Кл^3 С23 С 13/12. Испаритель / Ю. Н. Новиков, О. Д. Парфенов, Е.А. Чердаков– №2850763/18-61; заявл. 10.12.87; опубл. 15.12.81; Бюл.№46.
39. А.с. 834245 СССР, М. Кл^3 С23 С 13/12. Способ нанесения покрытий в вакууме / Г.Т. Левченко, А.Н. Радзинский– №2339773/18-21; заявл. 29.03.76; опубл. 30.05.81; Бюл.№ 20.
40. Источники пара металлов для научных исследований и тонкоплёночной технологии // J.Vac.Sci. and Technol. 1997.- 15. – №3. – Pt. 1. – P.1026-1031.
41. Пат 5559428 США, МПК^6 G01R 27/00. Устройство и способ управления изменением толщины пленок / Li Leping, G. Steven. In-situ monitoring of the change in thickness of films. з. 10.4.95 опубл 24.9. 96 НПК 324/715. (Рж электроника, 6А138 П, 1999 №6).
42. Пат 2121522 Россия, МПК С23С14/24, F27B14/04. Испаритель / В.К. Гусев; заявитель и патентообладатель: Научно-исследовательский институт измерительных систем. – №97101710/02; заявл. 05.02.97; опубл. 10.11.98
43. Пат 2031187 Россия, МПК С23С14/26. Испаритель / В.Г. Грацинский; заявитель Научно-исследовательский технологический институт; патентообладатель: Индивидуальное частное предприятие "Электрон-Вега"; Научно-исследовательский технологический институт. - № 4954418/10; заявл. 06.06.91; опубл. 20.03.95.
44. Пат 4761218 США, МПК С23С 14/36. Установка с множеством кольцевых мишеней, предназначенная для напыления пленок / заявл. 4.04.86; опубл 02.08.88
45. Денисов, А.Г. Молекулярно-лучевая эпитаксия (особенности технологии и свойства пленок) / А. Г. Денисов, Ю. Г. Садофьев, А. П. Сеничкин. Обзоры

по электронной технике, 1980. – В.14 (762). – Сер. 7 «Технология, организация производства и оборудование». – С.76.

46. Пчеляков, О.П. Молекулярно-лучевая эпитаксия наноструктур на основе кремния и германия /О.П. Пчеляков, Ю.Б. Болховитянов, Л.В. Соколов, А.И. Никифоров, Б. Фойхтлендер // Изв. РАН. Сер. Физич., 2000.– Т. 64.– № 2.– С. 205–214.
47. Пат. 5908662 США, МПК^6 C 23 C 16/00. Method and apparatus reducing particle contamination. / Fu Th. T.; Texas Instruments Inc. - № 08.097588; заявл. 26.07.1993; опубл. 01.06.1999; НПК 427/2481.
48. Пат. 2000357 Российская Федерация, МПК^6 C 23 C 14/26. Испаритель / Р.Н. Грицкевич; Инженерный центр плазмотехники. – №4942181/21; заявл. 05.06.91; опубл. 07.09.93; Бюл.33-36.
49. Пат 1482246 Российская Федерация, МПК^6 C 23 C 14/32. Устройство для нанесения покрытий электрическим взрывом фольги/ В.П. Снесаревский, О.В. Логоватовский, С.П. Яковлев, Л.А. Рыженко; ВНИИ институт материалов электронной техники. – № 4250899/21; заявл. 26.05.87; опубл. 09.02.95.
50. Пат. 5174880 США, МПК^6 C 23 C 16/00. Магнетронная распылительная пушка и мишень с распределенным магнитным полем / HTM Technology Corp., Б.И. №7, 1992 г.
51. Пат. 5174875 США. Способ повышения производительности распыления мишени в магнетронной установке для нанесения пленок / С. Харвит, А. Аронсон, Ч. Ван Натт ; Materials Research Corp., 1991 г.
52. А.с. №1269536 СССР, МПК^6 C 23 C 14/32. Электродуговой испаритель металлов / Я.С. Абдуллиев, Ю.В. Хорошнин.; СКТБ Института электроники им. У.А. Арифова.– № 2627767/21; заявл. 13.06.78; опубл. 15.12.94
53. Пат. 5269899 США., МПК^6 C 23 C 14/00. Катодный узел для установок катодного распыления / Я С. Фан, Tosoh SMD, Inc., БИ №4,1993 г.
54. Пат. 5269896 США, МПК^6 C 23 C 16/00. Установка для нанесения тонких

пленок с помощью дугового разряда / Cathod arc deposition system./ J. Munemasa, T. Kumakiri, T. Tanaka (Япония), Б.И. №6,1995 г.

55. А.с. №1816801, СССР. МПК^3 С 23 С 14/26. Способ нанесения молибденовых покрытий в вакууме / Я.В. Лямин, Р.А. Мусин; Пермский политехнический институт. – №4913061/21; заявл. 11.01.91; опубл. 23.05.93; Бюл. №19.
56. Пат. 5190590 США, МПК^6 С 23 С 16/00. Установка для напыления пленок в вакууме / М. Судзуки, Х. Кава, Ш. Ямамото. Мацушита Электрик Индустриал, Со Лтд., 1991 г.(Рж электроника 1992, № 2)
57. Заявка 4201211 ФРГ, H01J. Установка для нанесения покрытий / H. Schulze; Б.И. № 5, 1992 г.
58. Пат. 157026 Польша, МПК^3 С 23 С 13/00. Устройство для подачи рабочего газа на мишени в процессе катодного распыления / Х. Янковский, К. Марзалек, Б.И. № 7, 1988 г.
59. Пат. 4125110 ФРГ, МПК H01S,. Катодный узел напылительной установки / А.Г. Лейбольд, Б.И. №2, 1991 г.
60. Пат. 1812243 СССР, МПК^5 С 23 С 14/46. Устройство для нанесения покрытий в вакууме / А. Е. Хохлов, В.Я. Ширипов, А.П. Достанко, Е.У. Корницкий и др.; Минский радиотехнический институт. – №4932482/21; заявл. 29.04.91; опубл. 30.04.93; Бюл.16.
61. А.с. 1812240 СССР, МКИ5 С 23 С 14/32. Электродуговой испаритель металлов /Е.Д. Бендер; Институт ядерной физики СО АН СССР. – 4873819/21; заявл. 18.07.90; опубл. 30.04.93; Бюл. №16.
62. Пат. 5103766 США, МКИ5 С 23 С 14/00. Устройство вакуумного осаждения из паровой фазы в дуговом разряде, имеющее механизм переключения электродов. Vacuum arc vapor deposition I device having electrode switching means: / Tetsuya Yoshikawa, Hakumi Hasegawa; К. К. Kobe Seiko Sho. Заявка № 540124: Заявл. 19.6.90; Опубл. 14.4.92.
63. А. с. 1038381, СССР. МКИ С 23 С 13/08. Электродуговой испаритель / Л.А. Кунин, В.Н. Клюев, В. Г. Артемчук, В.Ф. Бреев, В.С. Солодухин–

№3304740/18-21; заявл. 19.06.81; опубл. 30.08.83; Бюл. №32.

64. Заявка № 59-136458, МКИ С 23 С 16/50. Устройство для нанесения тонких пленок в вакууме / Сатору Сугита, Ацусн Ямагами, Тэрухико Фурусима, Тацуми Сёдзи; Кянон. Заявл. 03.07.84, опубл. 24.01.86.

65. А.с. 894018 СССР, М. Кл^3 С23 С 13/08. Устройство для нанесения проводящих покрытий в вакууме / В.И. Арашевский, В.А. Лапшин– № 2853491/18-21; заявл. 17.12.79; опубл. 30.12.81; Бюл. №48.

66. А.с. 761603 СССР, МКИ^3 С23 С 13/08. Устройство для электродугового испарения в вакууме / А.М. Дороднов, Я.Н. Мубояджан, С.Б. Помелов и др. БИ 33, 1980.

67. А.с. 1092209 СССР, МКИ^3 С23 С 13/12. Устройство для нанесения покрытий из легкоплавких металлов / М.Х. Эстерлис, Д.Д. Груич, Р.М. Тангриберганов, С.В. Груич; Институт электроники им. У.А. Арифова. – №3502257/18-21; заявл. 22.10.82; опубл. 15.05.84; Бюл. №18.

68. А.с.1038381 СССР, С23 С 13/08.Электродуговой испаритель / Л.А. Кунин, В.Н. Клюев, В.Т. Артемчук, В.Ф. Бреев, В.С. Солодухин– №3304740/18-21; заявл. 19.06.81; опубл. 30.08.83; Бюл. №32.

69. А.с. 745189 СССР, М. кл.^{3} С 23 С 13/12. Электродуговой испаритель металлов / Л.П. Саблев, Р.И. Ступак, Е.Г. Гольдинер – № 2624698/18-21; заявл. 01.06.78; опубл. 15.10.81; Бюл. №38.

70. А.с. 1812243 СССР, МКИ5 С 23 С 14/46. Устройство для нанесения покрытий в вакууме / А.Е. Хохлов, В.Я. Ширипов, А.П. Достанко и др.; Минский радиотехнический институт. – № 4932482/21; заявл. 29.04.91; опубл. 30.04.93; Бюл. №16.

71. А.с 1035092 СССР, С 23 С 13/08. Устройство для нанесения покрытий сложного состава в вакууме / Е.В. Изволенский – № 3241271/18-21; заявл. 27.01.81; опубл. 15.08.83; Бюл. 30.

72. А.с. 907085 СССР, М. Кл^3 С 23 С 13/12. Устройство для нанесения покрытий в вакууме / В.Х. Тесленко, В.А. Коноводченко, Т.Д. Быстрова, Н.П. Аргудяев, Н.Т. Коваленко – №2681776/18-21; заявл. 09.11.78; опубл.

23.02.82; Бюл.№7

73. Браун, Я. М. Физика и технология источников ионов / Я. М. Браун.– М.: Мир, 1998. – 500 с.
74. Саенко, А.С. Устройства термоионного осаждения пленок / А.С. Саенко // ПТЭ.– 1985. – № 3. – С.15-20.
75. Орликов, Л.Н. Вопросы теории и практики вывода в газ низкоэнергетических электронных пучков / Л.Н. Орликов. – Томск: ТГУ, 2002. –150 с.
76. Тьюки, Дж. Анализ результатов наблюдений / Дж.Тьюки. – М.: Мир, 1981. – 700 с.
77. Ланис, В.А. Техника вакуумных испытаний / В.А. Ланис, Л.Е. Левина.– М.: Госэнергоиздат.– 1963.– 264 с.
78. Зарвин, А.Е. Экспериментальная проверка модели формирования молекулярного пучка: сб. Диагностика потоков разреженного газа / С.С. Кутателадзе, А.К. Ребров – Новосибирск, 1979. – С. 179-188.
79. Васенков, А.В. Взаимодействие свободной струи газа низкой плотности с подложкой при осаждении пленок / А.В. Васенков, А.Е. Беликов, Р.Г. Шарафутдинов, О.В. Кузнецов // Микроэлектроника, 1995.– Т.24. - № 3. – С.163-165.
80. Диагностика потоков разреженного газа: сб. под ред. С.С. Кутателадзе и А.К. Реброва.– Новосибирск: ИТФ СО АН СССР, 1979.
81. Знаменская, И.А. Визуализация сверхзвуковых течений газа импульсным объемным разрядом / И.А.Знаменская, Т.А. Кули-заде, И.В. Степанец // ПМТФ, 1995. –№ 3. – С. 84.
82. Сенковенко, С.А. Экспериментальные методы исследования структуры потока и релаксационных процессов в сверхзвуковых струях газов / С.А. Сенковенко / Тез. Докл. 6 Всес. конф. по динамике разреженных газов. – Новосибирск: ИТФ СО АН СССР, 1979. – С. 84.
83. Сенковенко, С.А. Методы визуализации ударных волн в сверхзвуковых потоках газа и плазмы / С.А. Сенковенко. Физические методы

исследования прозрачных неоднородностей.— М.: Знание, 1988.– 150 с.

84. Kimura, T. Visualize of Shock Wave by Electronics Discharge /T. Kimura // AIAA Journal.– 1977.– No 5.– P. 611-612

85. Технология тонких пленок: справочник: Т.1 / под ред Л. Майсела, Р. Глэнга. – М.: Сов. Радио, 1977 – 662 с.

86. Готра, З.Ю. Технология микроэлектронных устройств: справочник / З.Ю. Готра.– М.: Радио и связь. 1991. – 521 с.

87. Черняев, В.Н. Физико-химические процессы в технологии РЭА / В.Н. Черняев. – М.: Высшая школа, 1986. – 256 с.

88. Ohashi, M. New apparatus with double supersonic molecular beams for epitaxial growth and surface reaction studies / M. Ohashi, M. Ozeki, J. Cui // Rev. Sci. Instrum.– 1999. – No 10. 85, 11. – P. 7522-7527.

89. Денисов, А.Г. Молекулярные источники установок для молекулярно-лучевой эпитаксии / А.Г. Денисов, И.Е. Махов, В.П. Помазков / Обзоры по электронной технике. – М., 1986.– Вып. 12.– Сер. 7. «Технология, организация производства и оборудование». – С.80.

90. Махов, И.Е. Оптимизация диаграмм направленности потоков молекулярных источников / И.Е. Махов, Л.С. Махова, Э.М. Помазкова // Электронная промышленность, 1990.– № 10.– С. 64-65.

91. Лембра, Ю.А. К оценке неоднородности пленки в методе эпитаксии молекулярных пучков // Ю.А. Лембра. Поверхность. Физика, химия, механика, 1985. – № 9. – С. 81-85.

92. Абрамович, Г.Н. Прикладная газовая динамика. – М.: Наука, 1976, 808 с.

93. Годунов, С.К. Численное решение многомерных задач газовой динамики / С.К. Годунов, А.В. Забродин, М.Я. Иванов, А.Н. Крайко. – М.: Наука, 1976. – 400 с.

94. Неллер, Г. Задачи динамики разреженного газа в вакуумной технологии // Динамика разреженных газов: сб. под ред А.Ю. Ишлинского и Г.Г. Черного– М.: Мир, 1976. – С.195-206.

95. Гинзбург, И.П. Экспериментальное исследование взаимодействия недорасширенной струи с плоской преградой, перпендикулярной оси струи / И.П. Гинзбург, Б.Г. Семилетенко, В.Н. Усков: сб. Газодинамика и теплообмен, изд-во Лен. ун-та, 1973.– 3.– С. 85-101.

96. Кисляков, Н.И. О структуре высоконапорных струй низкой плотности за сверхзвуковым соплом / Н.И. Кисляков, А.К. Ребров, Р.Г. Шарафутдинов // ПМТФ.– 1975.– № 2.– С. 42-52.

97. Голубков, А.Г. О взаимодействии недорасширенной струи с плоской ограниченной преградой /А.Г. Голубков, Б.К. Козьменко, В.А. Остапенко, А.В. Солодчин // Изв. СО АН СССР. Сер. Техн. наук, 1972. – В. 3.–№ 3.– С. 21–23.

98. Голомазов, М.М. Исследование полей течений в области взаимодействия сверхзвуковой недорасширенной струи с преградами / М.М. Голомазов, Ю.М. Давыдов // Изв. АН СССР. Сер. МЖГ, 1982.– С. 181- 184.

99. Родионов, А.В. Распределение плотности в сверхзвуковой струе, истекающей из сопла с косым срезом. /А.В. Родионов // Изв. АН СССР. Сер МЖГ, 1983.–№ 6.– С. 179.

100. Набережнова, Г.В. Исследование течений у плоской преграды, ограниченных размеров, при обтекании сверхзвуковой струей / Г.В. Набережнова // Труды ЦАГИ, 1978.– В. 1899.– С. 20-30.

101. Васенин, И.М. Газовая динамика двухфазных течений в соплах / И.М. Васенин, В.А. Архипов, В.Г.Бутов и др. – Томск: из-во ТГУ, 1986.–260 с.

102. Семилетенко, Б.Г. Экспериментальные зависимости, определяющие положение ударных волн, натекающих на преграду, перпендикулярную ее оси / Б.Г. Семилетенко, В.Н. Усков // ИФЖ.– 1972.– Т 23.– № 3.– С. 453-458.

103. Соколов, Е. И. Исследование параметров приосевого течения в ударном слое при взаимодействии струи с преградой / Е.И. Соколов // Изв. АН СССР. Сер МЖГ.– 1978.– № 5.– С. 63- 70.

104. Губанова, О.И. О центральной срывной зоне при взаимодействии

сверхзвуковой недорасширенной струи с преградой / О.И. Губанова, В.В. Лунев, Л.Н. Пластинина // Изв. АН СССР. Сер. МЖГ, 1971.– №2.– С. 135-138.

105. Исаков, А.Л. Приближенный метод определения минимально допустимого расстояния между соплом и преградой / А.Л. Исаков, В.И. Погорелов // Изв. ВУЗов. Сер. Авиацион. техн., 1968.– № 3.– С. 54-58.
106. Демин, В.С. Особенности взаимодействия сверхзвуковой струи с преградой, имеющей воронку / Демин В.С //Газодинамика и физическая кинетика: сб– Новосибирск: ИТиПМ СО АН СССР, 1974.– 120 с.
107. Мирончук, Н.С. О расчете взаимодействия истекающей в вакуум сверхзвуковой струи с преградой / Н.С. Мирончук, А.Н. Никулин, Н.Е. Храмов // Изв. АН СССР. Сер. МЖГ, 1981.– № 1.– С. 157-160.
108. Bossel, U. On the Optimization of skimmer geometries / U Bossel // Entropie, 1971. – No 42. – P. 12-17.
109. Дейч М.Е., Зарянкин А.Е. Гидрогазодинамика / М.Е. Дейч, А.Е. Зарянкин А.Е. – М.: Энергоатомиздат, 1984. – 384 с.
110. Орликов, Л.Н. Технологический комплекс для получения оптических волноводов / Л.Н. Орликов, С.М. Шандаров // Научные труды ТУСУРа, 1997.– Т.1.– С. 160–162.
111. Орликов, Н.Л. Метод изготовления оптических волноводов на стеклах //Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, С.М. Шандаров. Радиотехника и электроника, 2001.- №11.- С. 112-115.
112. Орликов, Н.Л. Влияние электронного пучка, выводимого через газодинамическое окно в газ, на создаваемый перепад давления / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов // Письма в ЖТФ (Technical Physics Letters), 2000. – Т.26. - № 12. - С.1091-1092.
113. Orlikov, N.L. The geomrtric and parametric control of gas flow in a gasdynamic window / L.N. Orlikov, N.L. Orlikov // Technical Physica Letters. 2001.– V.27.– No. 10. – P. 881- 882. Translated from Pisma Zurnal Tekhnicheskoi Fisiki.– V.27.– No. 20.– P. 79–82.

114. Орликов, Н.Л. Повышение перепада давления через газодинамическое окно для вывода электронного пучка / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов // ПМТФ.–2001.– Т.42.– №5.– С. 3–7.

115. Орликов, Н.Л. Динамические процессы в технологии формирования пленок для оптоэлектронных элементов / Л.Н. Орликов Н.Л. Орликов // Труды IV Международной конференции «Актуальные проблемы электронного приборостроения» (АПЭП-98) (23-26 сентября).– Новосибирск, 1998.– С. 42–44.

116. Орликов, Н.Л. Исследование механизма термодессорбции газов при напылении пленок для оптических волноводов. / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.М. Шандаров // Труды Третьего Международного симпозиума «Конверсия науки – международному сотрудничеству» (Сибконверс 99). (18-20 мая) – Томск, 1999.– С. 23–27.

117. Орликов, Н.Л. Газоразрядные датчики давления с системами дифференциальной откачки газа / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов // Мат Межд научно-техн конф «Измерение, контроль, идентификация» (ИКИ-2000) (16-18 мая)– Барнаул, 2000.– С. 26–28.

118. Орликов, Н.Л. Изготовление оптических волноводов на стеклах. / Н. Л. Орликов, Л.Н. Орликов, С.М. Шандаров // Мат.Межд. научно-техн. конф.«Актуальные проблемы электронного приборостроения» (20-22 сентября). – Саратов, 2000.– С. 89-91.

119. Orlikov, N.L. Fabrication technology of optical wavegudes on glasses. / N.L. Orlikov, L.N. Orlikov, S.M. Shandarov // Proceedings 2000 5-th International conf on actual problems of electronic instrument engineering (APEIE –2000).– (20-23 sept). – Novosibirsk, 2000.– V. 1.– P. 31–32.

120. Орликов, Н.Л. Технология изготовления оптических волноводов на стеклах / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, С.М. Шандаров //Труды 5 межд. конф. «Актуальные проблемы электронного приборостроения. АПЭП 2000» (26-29 сент.). – Новосибирск: НГТУ, 2000.– Т. 2.– С. 99–100.

121. Орликов, Н.Л. Устройство для поточной обработки сварочных проволок

на форвакууме / Н. Л. Орликов, Л.Н. Орликов, А.С. Шангин // Доклады 7 Межд. науч-практ конф. «Интеллектуальные и природные ресурсы Сибири» (17-19 сент). – Барнаул.– 2001.– С. 192–193.

122. Орликов, Н.Л. Адаптирование напылительного вакуумного оборудования к высоким технологиям / Н.Л. Орликов // Доклады 7 межд. науч.-практ. конф. «Интеллектуальные и природные ресурсы Сибири» (17-19 сент.) – Барнаул.– 2001.– С. 192–193.
123. Орликов, Н.Л. Устройство для анализа газов / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, Е.В. Шпет // Труды 3-й областной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых (25–28 марта)– Томск, 1997.– С.18-20.
124. Орликов, Н.Л. Цифровое регулирование температуры при изготовлении телекоммуникационных элементов методом молекулярно-лучевой эпитаксии / Н.Л. Орликов, Е.В. Карпов, Р.С. Петраков // Материалы Сибирского студ. семинара по новейшим телекоммуникационным технологиям (SIBCOM-2001) (28-29 ноября).– Томск: СФТИ, 2001.– С.17.
125. Орликов, Н.Л. Метод распознавания спектрограмм газов с помощью искусственной нейронной сети / Н.Л. Орликов, Р.С. Петраков // Сибирский студенческий семинар по новейшим телекоммуникационным технологиям (SIBCOM-2001) (28-29 ноября). – Томск: СФТИ им. В.Д. Кузнецова при ТГУ, 2001.– С.18.
126. Орликов, Н.Л. Цифровое регулирование температуры при изготовлении телекоммуникационных элементов методом молекулярно-лучевой эпитаксии / Н.Л. Орликов, Е.В. Карпов // Тезисы III школы-семинара молодых ученых "Современные проблемы физики и технологии" (30 января - 1 февраля) – Томск: СФТИ им. В.Д. Кузнецова при ТГУ, 2002.– С.21.
127. Орликов, Н.Л. Автоматизация управления испарителями в молекулярно-лучевой эпитаксии / Н.Л. Орликов, Е.В. Карпов, И.А. Лапухин // Тезисы III школы-семинара молодых ученых "Современные проблемы физики и

технологии" (30 января - 1 февраля). – Томск: СФТИ им. В.Д. Кузнецова при ТГУ, 2002.– С.22.

128. Орликов, Н.Л. Применение газоразрядных устройств для переработки полимеров./ Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов // Тез. 4-й Межд. научно-практ. конф. «Природные и интеллектуальные ресурсы Сибири» (Сибресурс-4-98) (21-23 сентября) Барнаул.– 1998. – С.48.
129. Орликов Н.Л. Динамические процессы при термовакуумном напылении пленок // Мат. 5 Межд. научно-техн. конф. студентов и аспирантов (2-3 марта). – М., 1999. – С.29-30.
130. Орликов, Н.Л. Газоразрядные устройства для поточной ионно-электронной обработки сварочных проволок / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, А.С. Шангин // Материалы 5-й межд. научно-практ. конф. «Природные и интеллектуальные ресурсы Сибири» (Сибресурс-5-99) (28-30 сентября) – Омск, 1999.– С. 27–29.
131. Орликов, Н.Л. Низкоэнергетический сильноточный электронный источник для обработки металлополимерных изделий / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов // Труды 2-й межд конф: «Радиационно-термические эффекты и процессы в неорганических материалах» (14-19 августа). – Томск.– 2000.– С. 42–43.
132. Орликов, Н.Л. Датчики с делителями давления на основе газоразрядных устройств / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов // Тезисы X научно-техн. конф. с участием зарубежных специалистов «Датчики и преобразователи информации систем измерения, контроля и управления» (ДАТЧИК-98).– Гурзуф, 1998.– С.15.
133. Орликов, Н.Л. Газоразрядный датчик с делителем давления / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов // Тезисы 2-й регион. научно-техн. конф. студентов и молодых специалистов (20-22 мая). – Томск, 1997.– С. 27-28.
134. Орликов, Н.Л. Исследование спектров теормодесорбции стали / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, Ю.Б. Шаропин // Тезисы 2-й региональной научно-тех конф студентов и молодых специалистов (20–22 мая). – Томск,

1997. – С. 19–21.

135. Орликов, Н.Л. Анализ газовыделения при напылении пленок / Л.Н.Орликов // Тез. 3-й регион. научно-техн. конф. студентов и молодых специалистов (25-27 мая) Томск, 1999.– С.43–44.

136. Орликов, Н.Л. Анализ содержания газов в стальной проволоке методом динамической масспектрометрии / Н.Л. Орликов // Материалы 3-й регион. научно-техн. конф. студентов и молодых специалистов (25-27 мая).– Томск, 1999.– С. 59-61.

137. Орликов, Н.Л. Экспресс-анализ металлических пленок на эллипсометре / Н.Л. Орликов, Ф.С. Ибрагимова // Тезисы обл. научно-практ. конф. молодежи и студентов по техническим наукам и высоким технологиям (14-16 февраля)– Томск, 1995.– С. 31.

138. Орликов, Н.Л. Электронно-лучевая переработка фторопласта / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов // Тезисы обл. научно-практ. конф. молодежи и студентов по техническим наукам и высоким технологиям (14-16 февраля). – Томск, 1995.– С. 23-24.

139. Орликов, Н.Л. Газоразрядный генератор ультрокороткой частоты плазмы металлов для травления пьезоэлектриков / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.М. Шандаров // Мат. Межд конф. «Высоковольтная микроволновая электроника: измерения, определение, применения MIA-ME’99» (21-23 сентября). – Новосибирск, 1999. – С.145-147

140. Пат. 2204222 Российская Федерация. МПК [7] H05H7/00, H05H1/34 Устройство для вывода частиц / Орликов Л.Н., Орликов Н.Л.– №2001128080/06; заявл. 16.10. 2001; опубл 10.05.2003.

141. Пат. 2191490 Российская Федерация, МПК [7] H05H7/00, H05H1/34. Устройство для вывода частиц / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов; заявитель и патентообладатель: Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники. - № 2001124407/06; заявл. 3.09. 2001; опубл. 20.10.2002.

142. Пат. 2191489 Российская Федерация, МПК[7] H05H7/00, H05H1/34.

Устройство для генерации и вывода частиц / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов; заявитель и патентообладатель: Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники. - № 2001122852/06; заявл.14.08. 2001, опубл. 20.10.2002.

143. Пат 2187168 Российская Федерация, МПК H01J27/02, C23C14/46, H05H1/34. Устройство для ионной обработки материалов / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.М. Шандаров; заявитель и патентообладатель: Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники. - № 2000131832/06; заявл.18.12.2000; опубл. 10.08.2002
144. Патент 2223481, Российская Федерация. МПК^7 G01N25/00 Способ анализа газов на глубину залегания в материале / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов – №2001122851; заявл. 14.08.2001; опубл. 10.02.2004
145. Орликов, Н.Л. Формирование полимерно-металлических покрытий на элементах строительного декора / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов // Мат. всерос. научно-практ. конф. «Достижение науки– развитию сибирских регионов» (3-6 июня). – Красноярск.– 2003.– С. 29-31.
146. Орликов, Н.Л. Генераторы высокочастотного излучения на основе высоковольтного тлеющего разряда / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, С.М. Шандаров, А.С. Шангин // Мат. всерос. научно-практ. конф. «Проблемы современной радиоэлектроники и систем управления» (2-4 окт.) – Томск: ТУСУР, 2002.– С. 7-8.
147. Орликов, Н.Л. Струйно-пучковые источники паров металлов / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, С.В.Смирнов / Мат. Всерос. научно-практ. конф. «Проблемы современной радиоэлектроники и систем управления» (2-4 окт.).– Томск: ТУСУР, 2002.– С. 9-10.
148. Орликов, Н.Л. Струйно-пучковые методы термовакуумного формирования пленок с функциональным распределением толщины / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, С.В. Смирнов, С.М. Шандаров // Proc. 12 th International conf. on Radiation Physics and Chemistry of inorganic Materials. – Tomsk, 2003.– Pp. 377-381.

149. Орликов, Н.Л. Методы формирования функционального распределения толщины пленок при термовакуумном напылении / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, С.В. Смирнов, С.М. Шандаров //Мат. Всерос научно-практ. конф. «Электронные средства и системы управления» (21-23 окт.)– Томск: ИОА СО РАН, 2003.– С. 247-250.

150. Орликов, Н.Л. Генераторы высокочастотного излучения на основе высоковольтного тлеющего разряда для обработки жидких сред / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, С.М. Шандаров, А.С. Шангин / Мат. 9 Всерос. научно-техн. конф. «Энергетика: экология, надежность, безопасность». – Томск: ТПУ, 2003.– С. 81-82.

151. Орликов Н.Л. Установка для молекулярно-лучевой эпитаксии арсенида галлия / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.М. Шандаров, А.С. Шангин, В.П. Буймов / Мат Межд научно-практ. конф. «Электронные средства и системы управления». – Томск: ТУСУР, 2004. – С.163-164.

152. Орликов, Н.Л. Широкоапертурные имплантеры металлосодержащей плазмы для обработки стеклоподобных материалов / Ю.Л. Вторушин, Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, А.С. Шангин, С.М. Шандаров // Proc. 6th International conf on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. – Tomsk: 2002. – P.172-175.

153. Орликов, Н.Л. Способы повышения эффективности вывода электронного пучка через газодинамическое окно / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов // ПТЭ, 2002. – № 6. – С.1-7.

154. Орликов, Н.Л. Электронное устройство для сухой стерилизации / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, И.А. Лапухин // IEEE Russia. – Tomsk: 2002. – P.17

155. Орликов, Н.Л Функции распределения параметров при напылении пленок в наноэлектронике / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, М.В. Бородин // IEEE Rusia, – Tomsk: 2002. – P.19

156. Орликов, Н.Л. Динамические процессы при формировании пленок методом напыления / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, К.С. Тарасова // Мат

6-й Межд. конф «Актуальные проблемы электронного приборостроения, АПЭП-2002. – Новосибирск: 2002. – Т.2. – С.53-55.

157. Орликов, Н.Л. Сильноточные низкоэнергетические источники электронов с выводом пучков через газодинамические окна / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов // Мат 6-й межд. конф. «Актуальные проблемы электронного приборостроения, АПЭП-2002. – Новосибирск: 2002. – Т.2. – С.65-66.
158. Orlikov, N.L. High current Low electronogens with a outlet of beams Through Gas-Dynamics Windows / N.L. Orlikov, L.N. Orlikov // Proceeding 2002 6TH International conf. on Actual Problems of Electronics Instrument Engineering – APEIE- 2002. – Novosibirsk, 2002. – V.1. – P. 38-39.
159. Orlikov, N.L. Dynamic Processes at Shaping of Films by Methods of Deposition / N.L. Orlikov, L.N. Orlikov, K.S. Tarasova // Proceeding 2002 6TH International conf. on Actual Problems of Electronics Instrument Engineering–APEIE-2002" – Novosibirsk: 2002. – V.1. – P. 40-41.
160. Орликов, Н.Л. Струйно-пучковые источники паров металлов / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, С.В. Смирнов // Мат. Всерос. научно- практ. конф. «Проблемы современной радиоэлектроники и систем управления». – Томск: ТУСУР, 2002. – Т.2. – С.9-12.
161. Орликов, Н.Л. Динамическая технология формирования пленок на СВЧ элементах. / Современные проблемы радиоэлектроники: сб. научн. тр. / под ред. Ю.В. Коловского. – Красноярск: ИПЦ КГТУ, 2002. – С.415.
162. Орликов, Н.Л. Пути повышения эффективности транспортировки ионных пучков из вакуума в газ / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов // Мат. 2 межд. конф. «Материалы и технологии XX1 века». – Пенза: ПДЗ, 2004. – С.169-172.
163. Орликов, Н.Л. Исследование механизма термодесорбции газов при ионной обработке металлических проволок / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.М. Шандаров, Ю.А. Шибаев // Труды 7 межд. конф. «Взаимодействие ионов с поверхностью – ВИП 2005». – М.: Звенигород; МАИ, 2005. – С.39-41.

164. Орликов, Н.Л. Динамическое управление формированием пленок для оптоэлектронных элементов / Н.Л. Орликов, Л.Н. Орликов, Р.С. Иванов, А.В. Кравцов // Мат. 5 межд. конф. «Электроника и автоматика – 2005». – М.: МИЭТ, 2005. – С.256-257.

165. Орликов, Н.Л. Низкоэнергетические электронно-ионные генераторы плазмы для сухой стерилизации в транспортных условиях / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, М.С. Федотов // Мат. 3 межд. конф. «Медицинские и экологические аспекты ионизирующего излучения» (20-21 апреля). – Томск – Северск: 2005. – С.151-152.

166. Орликов, Н.Л. Применение электронно-ионных пучков для восстановления композитных смазок / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов // Межд. конф. «Новые материалы и технологии». (25 –29 апр. 2005) – Пенза: 2005. – С.39-41.

167. Orlikov, N.L. Plasma forming coating with phototermal conversion properties on glas / M.S. Fedotov, N.L. Orlikov, L.N. Orlikov // 11 Int conf “Modern Technique and Technologies. – Tomsk: TPU, 2005. – P.48.

168. Орликов, Н.Л. Моделирование процессов генерации и вывода ионных пучков в газ / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов // 3 межд. научно-практ. конф. «Электронные средства и системы управления» (12–14 окт) – Томск, 2005. – С. 8-12.

169. Орликов, Н.Л. Оптимизация управления потоком плазмы в сильноточном источнике частиц / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.М. Шандаров // Изв. Вузов. Физика. – 2007. – №9. Приложение. – С. 260-263

170. Орликов, Н.Л. Динамические процессы при термовакуумном синтезе оптоэлектронных слоев / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.М. Шандаров // Мат. VIII межд. науч. конф. «Химия твердого тела и современные микро- и нанотехнологии» (14-19 сент). – Кисловодск, 2008. – С. 64-66.

171. Орликов, Н.Л. Исследование механизма десорбции газов при термической обработке металлических проволок / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.М. Шандаров // Труды VI межд. конф. «Радиационно-термические эффекты

и процессы в неорганических материалах (8-15 авг.). – Томск: 2008. - С. 110-114

172. Орликов, Н.Л. Формирование окисных пленок для оптоэлектронных элементов на типовых вакуумных установках / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.М. Шандаров, С.И. Арестов, А.Г. Чугунов // Сб. статей IX Международной научно-практической конференции «Экология и ресурсо- и энергосберегающие технологии на предприятиях народного хозяйства». – Пенза: ПДЗ, 2009. –С.53-54.
173. Орликов, Н.Л. Динамические процессы при термовакуумном синтезе оптических нанослоев / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.М. Шандаров, А.Г. Чугунов // Изв. Вузов. Сер. Физика 8/2, Т53, 2009. – С.354-357.
174. Орликов, Н.Л. Применение электронно-ионных пучков для восстановления композитных смазок / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов // Сб. статей Межд. научно-тех. конф. (17-18 мая) / Под ред. В.И. Калашникова. – Пенза: ПДЗ, 2005. – С. 181-182.
175. Орликов, Н.Л. Прогноз закона формирования толщины оптических пленок при испарении материалов в вакууме / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.И. Арестов, С.М. Шандаров // Исследование, разработка и применение высоких технологий в промышленности. Сб. трудов 9 Межд. научно-практ. конф. (22- 24.04.2010). – СПб.: 2010. – С.378-380.
176. Орликов, Н.Л. Метод формирования покрытий из диффузного пятна дугового разряда / С.И. Арестов, Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.Ю. Печенкин // Энергосбережение, электромагнитная совместимость и качество в электрических цепях. Сб. статей Международной научно-практической конференции. – Пенза, ПДЗ, 2010. – С. 8-10.
177. Орликов, Н.Л. Источник многозарядных ионов цинка / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.И. Арестов // Технологическое обеспечение качества машин и приборов: сб. статей 5 Межд. научно-практ. конф. – Пенза: ПДЗ, 2010. - С. 66-68.
178. Орликов, Н.Л. Управляемые генераторы многозарядных ионов / Л.Н.

Орликов, Н.Л. Орликов, С.И. Арестов, С.М. Шандаров // Природные и интеллектуальные ресурсы Сибири (СИБРЕСУРС – 16 – 2010): Доклады (материалы) 16-й Межд. научно-практ. конф. (Абакан, 4-6 окт). – Томск: САН ВШ, В- Спектр, 2010. – С. 80- 83.

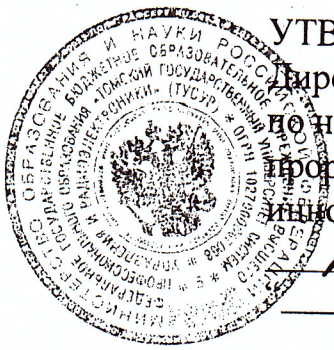
179. Orlikov, N.L. Ionic sources for processing of piezoelectric / L.N. Orlikov, N.L. Orlikov, S.I. Arestov, S.M. Shandarov, A.S. Shangin // 10th International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. Proceedings (19-24 sept.). – Tomsk, 2010. – P. 72-75.
180. Орликов, Н.Л. Термодинамический анализ смещения параметров при формировании нанослоев в вакууме / Л.Н. Орликов, Н.Л. Орликов, С.И. Арестов, С.М. Шандаров // Изв. Вузов. Физика.– 2011. Т.55.– №1/3. – С.157-160.
181. Орликов, Н.Л. Управляемые генераторы ионных потоков / Л.Н.Орликов, Н.Л. Орликов, С.И. Арестов, С.М. Шандаров // Доклады ТУСУРа, 2010. – №2 (22). –Ч.2. – С. 93-96.
182. Орликов, Н.Л. Исследование механизма десорбции газов при термической обработке металлических проволок / Н.Л. Орликов, С.А. Гынгазов, Л.Н. Орликов // Системы. Методы. Технологии.– 2015. – № 2 (26). – С. 128-132.
183. Орликов, Н.Л. Поточная плазменная обработка сварочных проволок / Н.Л. Орликов, С.А. Гынгазов, Л.Н. Орликов // Материалы и технологии 21 века: сб статей XIII Международной научно-технической конференции. – Пенза, 2015. – С. 45-48.
184. Орликов, Н.Л. Метод формирования пленок переменной толщины / Н.Л. Орликов, С.А. Гынгазов, Л.Н. Орликов // В сб.: материалы и технологии 21 века. Сборник статей XIII Международной научно-технической конференции. Пенза, 2015. – С. 56-59.
185. Orlikov, N.L. The combination methodic of diffusion and implantation technologies for creating optic wave-guided layers in lithium niobate / L.N. Orlikov, N.L. Orlikov, S.I. Arestov, K.M. Mambetova, S.M. Shandarov // В сборнике: IOP Conference Series: Materials Science and Engineering Сер.

"International Scientific Conference on "Radiation-Thermal Effects and Processes in Inorganic Materials", RTEP 2014" 2015.– C. 012043.

186. Orlikov, N.L. Gas - discharge electron sources with gas- dynamic beam output windows / L.N. Orlikov, N.L. Orlikov // В сборнике: IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. "International Scientific Conference on "Radiation-Thermal Effects and Processes in Inorganic Materials", RTEP 2014" 2015. – С. 012042.

Приложение А

Документы об использовании результатов работы



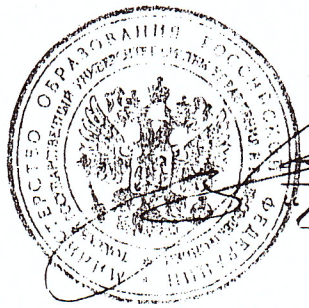
УТВЕРЖДАЮ
Директор департамента
по науке и инновациям,
проректор ТУСУР по НР и
инновациям, профессор
_____Р.В. Мещеряков
_____ "_____" 2015 г.

СПРАВКА О ВНЕДРЕНИИ

Выдана Орликову Н.Л. для предоставления в диссертационный Совет, свидетельствующая о том, что результаты его кандидатской диссертационной работы «Электрофизическая обработка длинномерных электротехнических материалов при пониженных давлениях», связанные с исследованием механизма выделения газов при формировании пленок на материалах, используются на кафедре Электронных приборов ТУСУР в процессе подготовки бакалавров и магистров по направлению «Электроника и микроэлектроника», бакалавров по направлению «Фотоника и оптоинформатика». Они рассматриваются в лекционных курсах «Процессы электронно-ионной технологии», «Основы технологии оптических материалов и изделий», «Специальные вопросы технологии», «Оптическое материаловедение», «Материалы нелинейной оптики и динамической голографии»; на их основе поставлена лабораторная работа по дисциплине «Технология материалов и изделий»; они используются при выполнении по индивидуальным заданиям курсовых проектов и выпускных квалификационных работ, а также в процессе прохождения производственной, преддипломной, научно-исследовательской и научно-педагогической практик студентами кафедры Электронных приборов.

Результаты диссертационной работы Орликова Н.Л. были также использованы при подготовке учебного пособия «Технология материалов и изделий электронной техники», изданного в ТУСУР под редакцией Л.Н. Орликова (Томск: ТУСУР, 2007. – 382 с.), где на стр. 99-102 представлены материалы опубликованных в соавторстве с ним статей в журналах «Изв. ВУЗов. Сер. Физика» (2009, №8/2, с. 354-357); «Радиотехника и электроника» (2001, № 11, с. 112-115); "IOP Confererce Series: Materials Science and Engineering (V 81, conf 1 PP 12043-12048 (6). Publ 27 April 2015); «Systems. Methods. Technologies» 2015 No 2 (26) PP 128-132.

Заведующий кафедрой
Электронных приборов ТУСУРа,
д-р физ.-мат. наук, профессор С. М. Шандаров



УТВЕРЖДАЮ
Ректор ТУСУР
А.В.Кобзев
"11" 09 2002 г.

А К Т
Внедрения результатов научно-исследовательской работы

Результаты научно-исследовательской работы выполняемой в 2001-2002 г по теме 4-ВУЗ, использованы в Томском государственном университете систем управления и радиоэлектроники в 2001-2002 г. в учебном процессе.
Материалы по заявкам на патенты 2000131832, 2001122852, 2001122851,2001128080, 2001124407 использованы в ходе модернизации оборудования по курсам «Ионно-плазменная техника», «Технология и автоматизация производства электронных приборов», «Основы научно- исследовательской работы», а также при усовершенствовании технологии формирования пленочных покрытий полупроводниковых приборов на установках вакуумного напыления.

Характер внедрения: отдельные устройства.

Зав. кафедрой
«Электронные приборы» ТУСУРа,
профессор Шандаров С.М.

Научный руководитель темы 4-ВУЗ Орликов Л.Н.

Ответственный исполнитель темы 4ВУЗ Орликов Н.Л

УТВЕРЖДАЮ
Зам.директора
по научной работе
ИФПМ СО РАН

А.И. Лотков

2000 г

УТВЕРЖДАЮ
Проректор
по научной работе ТУСУР

В.Н. Ильюшенко

2000 г

А К Т

об использовании результатов научной работы

«Способ и устройство для анализа состава и глубины локализации газовых примесей внедрения в материалах метизов»

Данная работа выполнена в ТУСУР по предложению ИФПМ СО РАН как инициативная и не предполагает финансовых отношений. В основу работы положено техническое решение по АС СССР 1589901. Авторы не требуют вознаграждения от ИФПМ СО РАН за использование данного изобретения в ИФПМ СО РАН. Результаты работы используются совместно ИФПМ СО РАН и ТУСУР для отработки технологии волочения электродной проволоки в части удовлетворения требований по содержанию кислорода.

ПРЕДСТАВИТЕЛИ СТОРОН

от ИФПМ СО РАН

Ю.А. Шибаев

от ТУСУР

зав.каф.Электронные приборы,
проф., д.ф.-м.н.

С.М. Шандаров