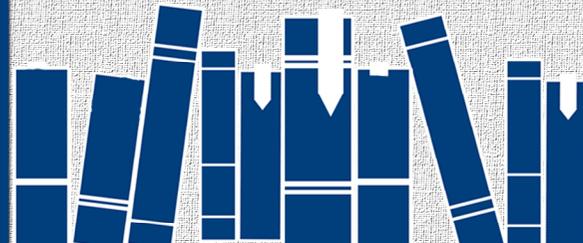


Учебное издание ТУСУРа, 2020



СЕРИЯ

ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ЭЛЕКТРОННО- ИОННО-ЛУЧЕВЫХ И ПЛАЗМЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ



Министерство науки и высшего образования
Российской Федерации

Томский государственный университет
систем управления и радиоэлектроники

**Физические основы
электронно-ионно-лучевых
и плазменных технологий**

Учебное пособие
для аспирантов направления 11.06.01

Томск
Издательство ТУСУРа
2020

УДК [621.384-047.84+621.38.533.9](075.8)
ББК 32.85я73
Ф505

Авторы:

Д. Б. Золотухин, А. С. Климов, А. В. Тюньков, Е. М. Окс, Ю. Г. Юшков

Рецензенты:

Коваль Н. Н., д-р техн. наук, гл. науч. сотр. лаборатории
плазменной эмиссионной электроники ИСЭ СО РАН;
Ломаев М. И., д-р физ.-мат. наук, зав. каф. физики плазмы
Национального исследовательского
Томского государственного университета

**Физические основы электронно-ионно-лучевых и плазменных
Ф505 технологий: учеб. пособие для аспирантов направления 11.06.01 /
Д. Б. Золотухин [и др.]. – Томск: Томск. гос. ун-т систем упр. и ра-
диоэлектроники, 2020. – 172 с.**

ISBN 978-5-86889-891-4

Рассматриваются основные физические процессы взаимодействия уско-
ренных частиц и плазмы с веществом, принципы работы пучкового и плазмен-
ного технологического оборудования, применение электронно-ионно-плазмен-
ных технологий в промышленности.

Для аспирантов направления подготовки 11.06.01, а также студентов и ас-
пирантов высших учебных заведений, специализирующихся в области физиче-
ской электроники, ионно-плазменных и лучевых технологий, вакуумной и
плазменной электроники, микро- и наноэлектроники, физики твердого тела,
материаловедения. Учебное пособие может быть полезным для специалистов и
инженеров, сфера деятельности которых касается взаимодействия плазмы и
ионных пучков с поверхностью, методов обработки материалов потоками за-
ряженных частиц.

УДК [621.384-047.84+621.38.533.9](075.8)
ББК 32.85я73

Учебное издание

Золотухин Денис Борисович, **Климов** Александр Сергеевич,
Тюньков Андрей Владимирович [и др.]
**ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ЭЛЕКТРОННО-ИОННО-ЛУЧЕВЫХ
И ПЛАЗМЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ**

Учебное пособие

Подписано в печать 23.11.2020. Формат 60x84/16. Усл. печ. л. 10,00.
Тираж 100 экз. Заказ № 282.

Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники.
634050, г. Томск, пр. Ленина, 40. Тел. (3822) 533018.

ISBN 978-5-86889-891-4

© Золотухин Д. Б., Климов А. С.,
Тюньков А. В., Окс Е. М.,
Юшков Ю. Г., 2020
© Томск. гос. ун-т систем упр.
и радиоэлектроники, 2020

1 ОСНОВНЫЕ ФИЗИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ УСКОРЕННЫХ ЧАСТИЦ И ПЛАЗМЫ С ВЕЩЕСТВОМ

1.1 Особенности и основные преимущества обработки вещества потоками ускоренных частиц и плазмой

В основе плазменных, радиационных и родственных им методов лежат, как известно, процессы взаимодействия заряженных частиц (электронов и ионов) и твердого тела. Физика этих процессов уже не раз служила базисом для открытия новых направлений науки и техники, таких как рентгеновская техника, телевидение или электронная микроскопия. В последнее время сформировались самостоятельные научно-технические направления – плазменная и электронно-ионная технологии. Под этими собирательными терминами понимается использование плазменных потоков, а также электронных и ионных пучков для получения, обработки и направленного изменения свойств материалов, изготовления различных изделий и улучшения их параметров. В современном производстве неотъемлемой частью любого технологического процесса являются операции измерения, контроля и управления качеством продукции. В связи с этим к электронно-ионной технологии следует отнести также использование электронных и ионных пучков в качестве измерительных инструментов.

Электронная и ионная технологии получили наибольшее распространение в электронной промышленности, где используются такие их преимущества, как возможность прецизионной обработки и полной автоматизации технологического процесса. Однако эти технологии перспективны и для ряда отраслей народного хозяйства. Здесь можно упомянуть различные виды электронно-лучевой обработки (сварка, плавка, резание и др.), а также принципиально новые технологические направления: синтез химических соединений с помощью ионных пучков, имплантационную (ионную) металлургию, ионно-стимулированную модификацию

свойств твердых тел, нанесение пленочных покрытий электронно- и ионно-лучевыми методами и т. п. Круг задач, решаемых методами электронной и ионной технологий, непрерывно расширяется, и эта тенденция, несомненно, сохранится в будущем.

При взаимодействии *ускоренных электронов* с твердым телом происходит множество взаимосвязанных процессов, в результате которых наблюдается эмиссия с облучаемой поверхности электронов, фотонов и атомных частиц, а свойства твердого тела могут существенно изменяться. Большинство из этих процессов широко используют на практике, главным образом в электровакуумных приборах разнообразного типа и назначения. Другая обширная область применения электронных потоков – использование их в качестве универсального технологического инструмента, позволяющего не только изменять заданным образом свойства обрабатываемых материалов, но и весьма тонко контролировать эти изменения. Рассмотрим, какие из физических явлений, сопровождающих электронную бомбардировку, наиболее перспективны с этой точки зрения.

Закономерности протекания всех процессов, сопровождающих взаимодействие электронов с твердым телом, определяются параметрами электронного пучка: энергией электронов, направлением их движения и интенсивностью потока. Преимуществом электронно-лучевой технологии является сравнительная легкость управления всеми перечисленными параметрами с помощью специальных электронно-оптических систем (ЭОС). Как правило, эти системы формируют моноэнергетический пучок электронов, сфокусированный до достаточно малых поперечных размеров и направленный в выбранный участок объекта. Если необходимо увеличить площадь облучаемой поверхности, то такой пучок обычно разворачивают в растр или последовательно перемещают от участка к участку по заданной программе.

Следует иметь в виду, что на пути к поверхности объекта первичные электроны могут терять энергию и изменять направление движения из-за рассеяния на частицах окружающей среды. Число актов рассеяния на частицах определенного сорта пропорционально концентрации этих частиц, сечению соответствующего

процесса и протяженности электронного потока. Поэтому рассматриваемый эффект особенно существен, если в электронно-лучевой установке поддерживается недостаточно высокий вакуум или электронная бомбардировка сопровождается интенсивным выделением газов и паров. Отметим, что столкновения электронов с атомами газообразной окружающей среды в ряде случаев оказываются полезными. Так, ионизацию газа электронным ударом используют в некоторых типах ионных источников, при ионной фокусировке мощных электронных пучков, в газоразрядных приборах, в вакуумной технике для получения и измерения вакуума и т. п.

При электронной бомбардировке объекта некоторая часть первичных электронов испытывает отклонение на большие углы в результате одного или нескольких последовательных актов упругого рассеяния на приповерхностных атомах и возвращается в вакуум. Такие электроны называются *упруго отраженными* (УОЭ). Характерной особенностью, позволяющей выделить эту группу электронов среди других, является то, что энергия УОЭ практически не отличается от энергии первичных электронов.

Рассмотрим класс взаимодействий первичных электронов с твердым телом, в результате которых изменяется не только направление их движения, но и энергия, т. е. происходит их торможение. Торможение электронов при движении в веществе может быть обусловлено различными причинами. Одна из них заключается в том, что взаимодействие движущейся заряженной частицы с полем атомов вещества должно по законам электродинамики сопровождаться появлением квантов электромагнитного излучения. Так как движение первичного электрона в твердом теле не является периодическим, то энергетический спектр тормозного излучения имеет непрерывный характер и в соответствии с законом сохранения энергии простирается вплоть до энергии квантов, равной энергии первичных электронов. Поэтому при эксплуатации любой высоковольтной электронно-лучевой установки необходимо применять особые меры для защиты обслуживающего персонала от *тормозного рентгеновского излучения*. Тормозное излучение находит применение в различных источниках рентгеновских лучей.

Возбужденные электроны в момент их образования обладают кинетической энергией, как правило, превышающей среднюю тепловую энергию электронов проводимости. В дальнейшем, однако, эти электроны постепенно теряют избыточную энергию в многочисленных актах неупругого рассеяния. Часть из них после многократного изменения направления движения может достигнуть поверхности твердого тела. Если при этом у возбужденного электрона еще сохраняется энергия, достаточная для преодоления поверхностного потенциального барьера, то он может выйти в вакуум в качестве вторичного электрона. Общее количество вторичных электронов, выбиваемых в среднем одним первичным, называется *коэффициентом истинной вторично-электронной эмиссии* (ВЭЭ) δ (в отличие от полного коэффициента ВЭЭ σ , который учитывает и вышедшие в вакуум обратно рассеянные первичные электроны). Значение коэффициента δ при заданной энергии первичных электронов определяется свойствами твердого тела и зависит, во-первых, от того, сколько возбужденных электронов и на какой глубине генерируется каждым первичным, во-вторых, от того, насколько быстро возбужденные электроны теряют энергию при движении к поверхности. Во всех металлах, например, вследствие сильного торможения на электронах проводимости средняя глубина, с которой возбужденные электроны могут выйти в вакуум, составляет всего несколько атомных слоев, и $\delta \leq 2$. На энергетической зависимости коэффициента вторичной эмиссии для всех веществ имеется максимум, который наблюдается при такой энергии первичных электронов, когда средняя глубина их проникновения примерно равна глубине выхода вторичных электронов. Явление вторичной электронно-эмиссии находит широкое применение в самых различных электровакуумных приборах – от электронных умножителей до мощных магнетронных генераторов.

Еще один важный для практики путь, по которому идет процесс преобразования энергии первичных электронов, – *электронно-лучевой нагрев вещества*. Электронный пучок при торможении в твердом теле теряет в нем всю энергию в результате различных упругих и неупругих процессов. Некоторая доля этой

энергии уносится из образца эмитированными с поверхности электронами, фотонами и атомными частицами, а оставшаяся часть поглощается веществом и в конечном счете переходит в теплоту. Как и при любом другом способе нагрева, эта теплота отводится от облучаемого участка за счет теплопроводности материала и теплового излучения поверхности. Скорость теплоотвода, как известно, возрастает при увеличении разности температур между нагреваемой областью и окружающей средой. Поэтому с ростом мощности электронного пучка тепловой баланс между выделяемой и отводимой энергией устанавливается при все более высокой температуре бомбардируемого участка. Повышение температуры в свою очередь стимулирует протекание ряда термических процессов: *структурных фазовых переходов, отжига дефектов, диффузии, рекристаллизации, плавления, десорбции и испарения с поверхности атомных частиц, термоэлектронной эмиссии* и др.

Особенностью электронно-лучевого нагрева является то, что можно достигнуть очень высокой концентрации тепловой энергии при сравнительно малой общей мощности пучка. Это позволяет при необходимости локализовать протекание всех перечисленных процессов в достаточно узкой области образца, температура которой может быть очень высокой. Кроме того, при удельных энергиях первичного пучка более 10^6 Вт/см² возрастают механические силы, действующие на облучаемый участок и обусловленные давлением самого электронного пучка, а также реактивным давлением (давлением отдачи) испаряющихся с поверхности частиц. В результате может наблюдаться аномально глубокое проплавление вещества (*кинжальное проплавление*) и даже образование сквозных отверстий в месте попадания пучка.

Явление выделения теплоты при электронной бомбардировке лежит в основе таких широко распространенных электронно-лучевых термических технологических процессов, как отжиг, очистка, испарение, плавка, литье, сварка и размерная обработка. Если нагрев электронным лучом нежелателен, то необходимо либо снижать мощность пучка, либо принимать специальные меры для

улучшения теплоотвода от облучаемых узлов установок и приборов.

Таким образом, анализ различных физических процессов и явлений, сопровождающих электронную бомбардировку вещества, показывает, что большинство из них может быть с успехом использовано при решении самых разнообразных технологических задач. Несмотря на известные трудности, связанные с необходимостью помещать объект в вакуумную камеру, электронно-лучевая технология уже сейчас успешно конкурирует со многими традиционными методами обработки материалов и контроля их свойств. Это прежде всего обуславливают следующие преимущества электронного луча при использовании его в качестве технологического инструмента:

1) *универсальность* – объектом электронно-лучевой технологии может быть большинство металлов, диэлектриков и полупроводников с различными физико-химическими свойствами;

2) *отсутствие источников загрязнений* – процесс протекает в высоком вакууме, сам электронный луч не вносит загрязнений и не подвержен износу, а контроль с его помощью, как правило, является неразрушающим;

3) *исключительная управляемость* по интенсивности, концентрации, месту и времени выделения мощности. Эти параметры можно регулировать, изменяя энергию, фокусировку, модуляцию и отклонение электронных потоков. Малая инерционность облегчает быстрое перемещение пучка с одного участка на другой и обеспечивает высокую скорость обработки или локального анализа;

4) *возможность полной автоматизации* технологического процесса, поскольку все управление любой электронно-лучевой установкой можно осуществлять путем изменения соответствующих электрических величин.

При *ионной бомбардировке* в качестве первичных частиц могут быть использованы как положительные, так и отрицательные ионы, а также нейтральные атомы. Наиболее часто используют ионы, несущие положительный заряд, из-за того, что их проще получить по сравнению с отрицательными ионами и легче осуще-

ствлять ускорение, управление их движением и контроль за количеством по сравнению с нейтральными атомами. Облучение может производиться не только атомарными, но и молекулярными ионами, если это почему-либо целесообразно. Если кинетическая энергия ионов много больше энергии связи атомных частиц в молекулярном ионе, то в большинстве случаев можно считать такие частицы распространяющимися в твердом теле независимо. Иногда используют многозарядные ионы, поскольку таким образом при той же ускоряющей разности потенциалов можно получить ионы с энергией, большей однозарядного в i раз, где i – кратность заряда иона. Если учесть, что в качестве бомбардирующих частиц можно использовать ионы практически всех элементов таблицы Менделеева, а также молекулярные ионы и частицы в разных зарядовых состояниях, то можно полагать, что ионные пучки являются потенциально более гибким средством воздействия на обрабатываемый или изучаемый объект по сравнению с электронными, так как позволяют в более широких пределах изменять свойства составляющих объект частиц.

Кроме описанных эффектов, возможно еще явление *перезарядки ионов*. Оно сводится к тому, что движущийся ион захватывает электрон у атома, с которым он взаимодействует, и продолжает движение уже в нейтральном состоянии. Если в дальнейшем ионный пучок с помощью электростатических отклоняющих пластин развернуть в растр для однородного облучения достаточно большой поверхности, то можно существенно нарушить однородность в месте, куда попадают нейтрализовавшиеся ионы, поскольку электрическое поле на них не действует. Заметим, что эффект перезарядки находит и полезное применение. С его помощью можно создавать пучки нейтральных ускоренных атомов, что используется, например, для ионного травления диэлектриков.

При сближении иона с поверхностью на расстояния порядка атомных становится возможным переход электрона из твердого тела на нижележащие уровни иона. Высвободившаяся энергия может безызлучательным образом передаваться другому электрону твердого тела в результате оже-процесса. Если второй электрон окажется на уровне выше вакуумного и направление его импульса

будет благоприятным, то он выйдет в вакуум и будет наблюдаться эмиссия электронов, называемая *потенциальной ионно-электронной*.

Если в результате возбуждения ионов и последующих переходов между энергетическими уровнями часть электронов, находящихся в приповерхностном слое толщиной, равной глубине выхода (~ 1 нм), оказывается на уровнях выше вакуумного и они имеют благоприятные направления импульсов, то такие электроны могут преодолеть потенциальный барьер на границе «твердое тело – вакуум» и выйти наружу. В результате будет наблюдаться *кинетическая ионно-электронная эмиссия* электронов, возникающих вследствие неупругих потерь ионами кинетической энергии. С точки зрения технологии, а именно для измерения примесного состава и определения характера химических связей в образце, наибольший интерес представляют особенности, наблюдаемые в распределениях по энергиям электронов, выходящих в вакуум при такой эмиссии.

Отметим, что при проникновении ионов в твердое тело, как и в случае электронной бомбардировки, возникают другие виды излучения, непосредственно не связанные с электронным торможением. Это *переходное и тормозное излучения*. Они имеют заметную интенсивность только при больших скоростях заряженных частиц, т. е. при энергиях значительно больших, чем в случае электронной бомбардировки, так как масса иона на несколько порядков больше массы электрона.

Изменение зарядового состояния примесных атомов, дефектов кристаллической решетки и собственных атомов твердого тела в результате прямой ионизации или захвата неравновесных носителей может повлиять на их взаимодействие с окружающей решеткой. Это в свою очередь приведет к изменению энергий активации ряда процессов. Так могут, по-видимому, увеличиваться или уменьшаться коэффициенты диффузии примесей или дефектов. Заметим, что эффект увеличения диффузии примеси при заданной температуре в результате воздействия какого-либо вида излучения (в нашем случае ионов) называется *радиационно-стимулированной диффузией*.

Атомы вещества, получая в результате упругих соударений энергию от первичного иона, смещаются из положений равновесия. Если энергия такого атома оказывается больше энергии связи его в узле кристаллической решетки, то он покидает этот узел. В результате образуются свободный узел – вакансия, и атом в междоузлии, т. е. упругие взаимодействия приводят к нарушению кристаллической структуры, другими словами, к образованию *радиационных дефектов*.

Из-за образования дефектов возможны и *фазовые переходы*, типичным примером которых является переход полупроводниковых образцов под воздействием ионной бомбардировки из кристаллического в аморфное состояние.

Смещение атомов из положения равновесия и, как следствие этого, разрыв связей в сложных соединениях могут приводить к изменению их химической структуры и вызывать протекание в них химических реакций.

Таким образом, возникновение радиационных дефектов при ионной бомбардировке, с одной стороны, дает мощное средство для контролируемого управления свойствами приповерхностных слоев твердых тел, с другой стороны, должно всегда учитываться при проведении с помощью ионных пучков тех или иных технологических операций или анализа.

Атомы или группы атомов в приповерхностном слое толщиной порядка 1 нм, получившие достаточно сильный импульс в направлении границы «твердое тело – вакуум», могут выйти из мишени, в результате чего произойдет *распыление вещества*. Вылетающие при распылении атомы и целые «куски» вещества (кластеры), которые содержат десятки атомов, могут находиться в нейтральном, возбужденном или заряженном состоянии. Заряд может быть как положительным, так и отрицательным, равным не только одному, но и нескольким зарядам электрона. Явление катодного распыления широко используют, например для контролируемого удаления вещества с определенных участков образца (*ионное травление*). Распыленное вещество можно осадить на подложки и осуществить таким образом *напыление тонких пленок*.

Теряя свою энергию при электронных и ядерных взаимодействиях, ионы замедляются и, наконец, останавливаются внутри облучаемого образца. Так появляются *внедренные ионы*. Независимо от вещества мишени в нее можно внедрить атомы любых элементов таблицы Менделеева. Эта уникальная возможность широко используется. Соответствующая технологическая операция получила название *ионного легирования* или *имплантации ионов*. Изменяя примесный состав образцов с помощью ионного легирования, можно существенно изменять их свойства: электрические, химические, оптические, механические, эмиссионные. Так как имплантация ионов – процесс термодинамически неравновесный, то можно создавать сплавы и соединения, которые принципиально нельзя получать традиционными методами, а также достигать концентраций внедренной примеси, существенно превышающих предел растворимости данной примеси в веществе мишени.

Таким образом, краткое рассмотрение процессов, происходящих при взаимодействии ускоренных ионов с веществом, показывает, что технологические возможности ионных пучков весьма велики. В тех же случаях, когда для технологических целей используют результаты упругих взаимодействий ионов с атомами вещества, а также внедрение ионов, ионные пучки становятся уникальным инструментом для изменения и контроля свойств твердых тел.

Основные достоинства ионной технологии практически совпадают с достоинствами электронной. Существенной особенностью является возможность создания неравновесных метастабильных систем. Ионная технология в настоящее время не только широко используется, но и бурно развивается. Большинство перечисленных приложений далеко не исчерпали всех возможностей ионной технологии, ряд из них находится на самой начальной стадии становления. Можно с уверенностью полагать, что дальнейшее развитие физики взаимодействия ускоренных ионов с веществом откроет новые перспективы.

Естественно, что использование электронных и ионных пучков в качестве технологического инструмента для изменения и контроля свойств объектов имеет недостатки. К ним в первую

очередь следует отнести сложность и высокую стоимость оборудования и соответственно более высокие требования к квалификации обслуживающего персонала; недостаточную изученность физических процессов, происходящих при взаимодействии ионов и электронов с веществом.

Основным признаком *плазменной обработки* изделий является тот факт, что это изделие помещено в плазму или находится в непосредственной близости от нее и одновременно подвергается воздействию всего набора плазменных частиц – возбужденных атомов и молекул, радикалов, положительно и отрицательно заряженных ионов, электронов, а также ультрафиолетового и теплового излучения из плазмы. Природа основных «рабочих» частиц плазмы определяет, каким будет механизм воздействия на материал – физическим или химическим. Основные отличительные особенности плазменных и ионных процессов обработки объектов приведены в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Особенности плазменных и ионных процессов

Способ обработки	Природа взаимодействия	
	Физическая	Химическая
Плазменный	Травление распылением в плазме Ионно-плазменное нанесение Реактивное ионно-плазменное нанесение	Плазмохимическое травление Реактивное ионно-плазменное травление
Ионный	Ионно-лучевое травление Нанесение ионно-лучевым испарением Реактивное ионно-лучевое нанесение	Ионно-химическое травление

В промышленности уже заняли достаточно прочные позиции плазменные технологии резки металлов и сплавов и напыления покрытий. Находят все более широкое применение другие бурно развивающиеся плазменные технологии – сварка, наплавка слоев

со специальными свойствами, упрочнение поверхности. Наиболее высокую экономичность технологических процессов, гибкость и маневренность производства, минимальное загрязнение окружающей среды обеспечивают плазменные технологии, использующие в качестве рабочего инструмента электродуговые плазмотроны, что в итоге дает максимальный технический и экономический эффект.

1.2 Методы ионной и плазменной обработки

1.2.1 Обработка материалов электронным пучком

При взаимодействии электронного пучка с веществом кинетическая энергия электронов превращается в другие виды энергии. Это позволяет использовать электронный луч в технологических процессах в качестве энергоносителя, который воздействует на обрабатываемый материал. Чаще всего для обработки используют различные тепловые эффекты, сопровождающие электронную бомбардировку. В этом случае, как правило, необходимо нагреть облучаемый участок до очень высоких температур, что возможно только при достаточно большой удельной мощности пучка (рисунок 1.1).

Однако желаемый технологический эффект можно получить и при меньших плотностях мощности, если создать условия для протекания электронно-стимулированных химических реакций, в которых электронный луч играет роль катализатора. Кроме того, для нетермической обработки можно использовать ряд других эффектов, вызванных электронной бомбардировкой, – образование радиационных дефектов, зарядку поверхности диэлектриков, перестройку типа связей и пр.

Рассмотрим закономерности основных явлений, применяемых в различных способах электронно-лучевой обработки, и оценим их технологические возможности.

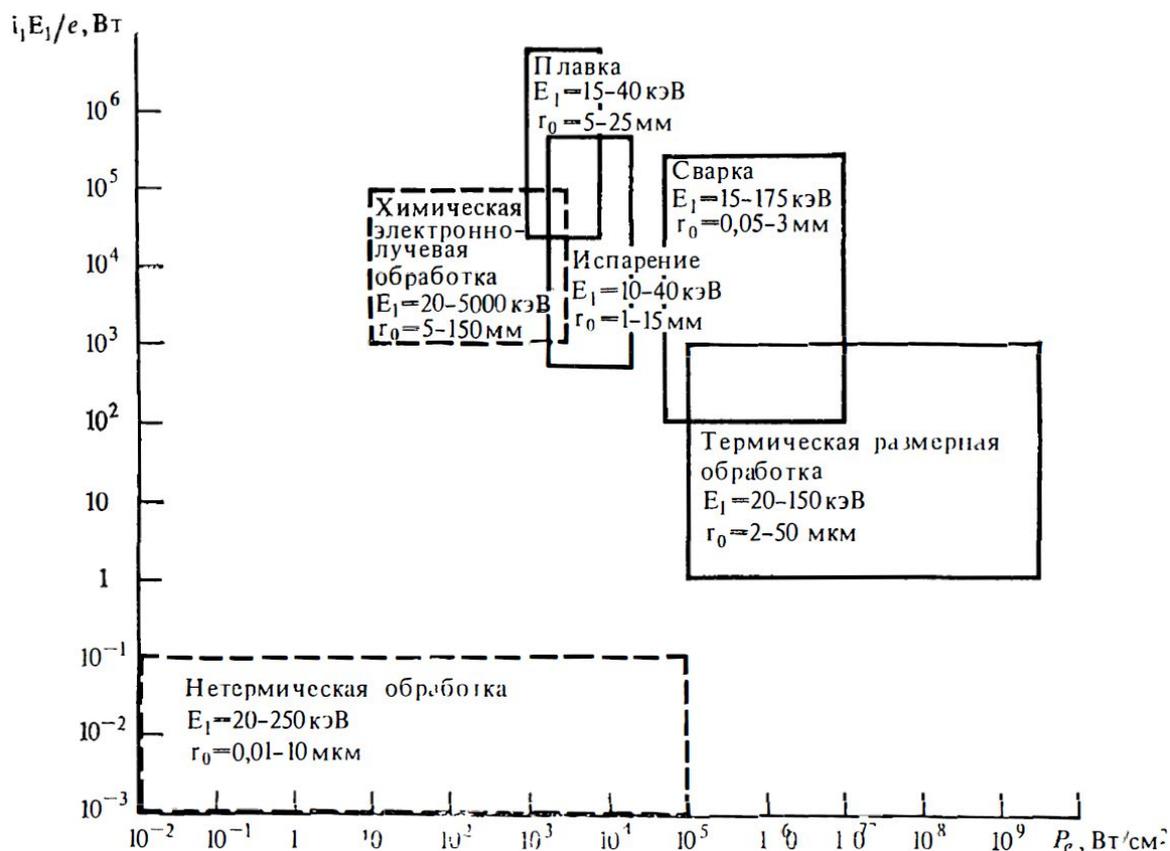


Рисунок 1.1 – Диапазоны мощности и удельной мощности пучка, используемые в основных процессах электронно-лучевой технологии:
 r_0 – радиус электронного пучка; E_1 – энергия электронов

Нагрев образца. Большая часть поглощенной веществом энергии первичного пучка переходит в теплоту, т. е. приводит к повышению температуры образца. Пока нагрев не сопровождается изменением агрегатного состояния вещества, закономерности проникновения электронов в образец при удельной мощности пучка до 10^4 – 10^5 Вт/см² остаются такими же, как и в случае мало-мощных потоков.

«Кинжальное» проплавление. Начиная с удельной мощности первичного пучка $P_e \sim 10^6$ Вт/см², скорость выделения тепловой энергии все больше превышает скорость ее отвода за счет теплопроводности, теплового излучения и испарения с поверхности, что приводит к возрастанию температуры облучаемого участка. В результате свойства материала меняются и при расчетах уже нельзя использовать закономерности, установленные для мало-мощных потоков. В этом случае процесс проникновения электронов в образец имеет характерные особенности:

1) максимальная глубина проникновения электронов зависит от удельной мощности пучка и времени облучения. Эта глубина может в тысячи раз превышать траекторный пробег, рассчитанный по формуле Бете;

2) плотность вещества в зоне обработки меньше, чем вне ее, а сама зона имеет не сферическую, а «кинжальную» (коническую) форму, сильно вытянутую в направлении первичного пучка. У неоднородных по толщине образцов в пределах этой зоны происходит полное перемешивание материала. Если удельная мощность P_e достигнет некоторого экстремального значения, то в месте попадания пучка может образоваться сквозное отверстие с очень высоким отношением глубины к ширине.

Квазисублимация. Если еще больше увеличивать мощность пучка, при экстремально больших значениях P_e скорость нагрева становится настолько большой, что расплавившийся материал полностью испаряется еще до того, как он сможет быть выброшен взрывом из зоны обработки. Время пребывания вещества в расплавленном состоянии не превышает в этом случае долей микросекунды. Такая форма удаления материала называется *квазисублимацией* по аналогии с сублимацией – процессом, при котором вещество полностью переходит в пар, минуя жидкую фазу.

Электронно-лучевая плавка (ЭЛП). Промышленное применение ЭЛП (рисунок 1.2) стимулировалось потребностью новых отраслей техники в особо чистых материалах и в материалах, сохраняющих свою прочность при высоких температурах или обладающих повышенной химической стойкостью. Обычно для изготовления и очистки таких материалов применяют плавку в вакууме или в атмосфере защитных газов. Герметизация плавильной печи затрудняет подвод тепловой энергии к расплавляемому материалу. Для этой цели применяют либо индукционный СВЧ-нагрев, либо электрическую дугу, либо электронный пучок. При первом способе материал находится в непроводящем керамическом тигле, поэтому при высоких температурах возможны реакции между расплавом и керамикой. В двух последних методах такие реакции не протекают благодаря применению водоохлаждаемых металлических тиглей-кристаллизаторов. Однако при ду-

говой вакуумной плавке все же возможно загрязнение расплава материалом электрода, кроме того, в этом методе трудно регулировать выделяемую в кристаллизаторе мощность.

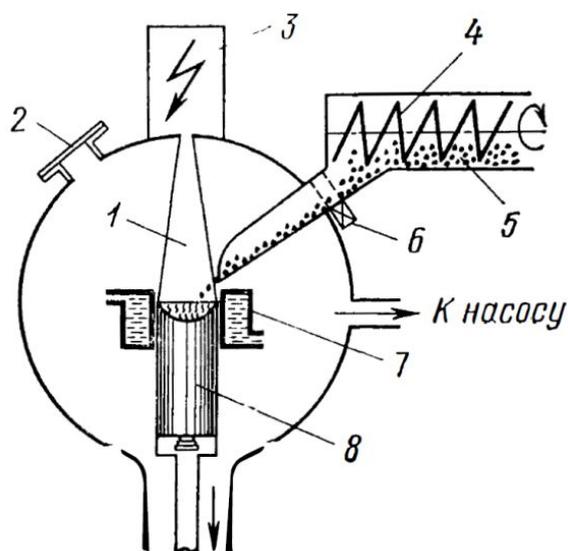


Рисунок 1.2 – Схема осуществления электронно-лучевой плавки: 1 – пучок электронов; 2 – окно; 3 – пушка; 4 – шнек; 5 – шихта; 6 – затвор; 7 – кристаллизатор; 8 – слиток

Таким образом, наиболее перспективным видом вакуумной плавки является ЭЛП, которую в настоящее время широко применяют при производстве особо чистых сталей, а также в металлургии титана и других тугоплавких и химически активных материалов. Многие установки для ЭЛП имеют мощность свыше 200 кВт и позволяют получать слитки длиной в несколько метров и весом до нескольких тонн. При электронно-лучевой плавке на всех стадиях процесса сведена к минимуму возможность загрязнения материала посторонними примесями. Кроме того, наличие высокого вакуума создает благоприятные условия для удаления имеющихся в материале примесей. За счет управления мощностью пучка возможен ряд вариантов плавки, которые трудно или невозможно провести другими методами вакуумной металлургии. Сравнительно легко, в частности, в течение любого требуемого времени поддерживать расплав при температуре, значительно превышающей температуру плавления. Это способствует более полной очистке материала и, кроме того, создает условия для

протекания различных физико-химических процессов, которые не идут при более низких температурах.

Электронно-лучевое испарение (ЭЛИ). В традиционных способах испарения материалов тепловая энергия подводится к испаряемой поверхности через стенку тигля и сам материал. Метод ЭЛИ (рисунок 1.3) позволяет проводить прямой нагрев поверхности, что дает возможность применять водоохлаждаемые тигли и таким образом исключать взаимодействие испаряемого материала со стенками тигля. В настоящее время ЭЛИ заметно потеснило другие способы термического испарения и широко применяется для решения самых разнообразных задач – от производства тонкопленочных элементов в микроэлектронике до промышленной металлизации бумаги и антикоррозионной защиты стальных лент.

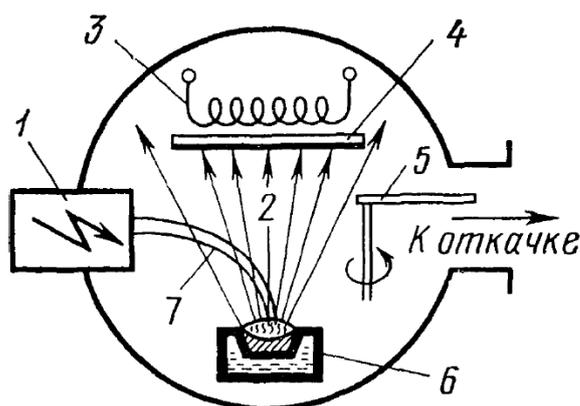


Рисунок 1.3 – Схема осуществления электронно-лучевого испарения: 1 – пушка; 2 – поток пара; 3 – подогреватель; 4 – подложка; 5 – заслонка; 6 – тигель; 7 – пучок электронов

Независимо от мощности установки в диапазоне от 3 до 250 кВт для испарения применяют пучки с удельной мощностью 10^4 – 10^5 Вт/см², так как при $P_e > 10^5$ Вт/см² у многих материалов начинается недопустимое разбрызгивание расплава. В испарителях большой мощности проблема экономии энергии становится весьма актуальной. Поэтому в этих случаях обычно используют режимы с высокой температурой поверхности испарения (так как скорость испарения растет с повышением температуры гораздо быстрее, чем тепловые потери). Тепловой к.п.д. в таких устройст-

вах может быть близок к 100 %. Полный к.п.д. установки при этом увеличивается не столь заметно, так как с ростом скорости испарения возрастает и доля мощности, теряемой в облаке пара. Кроме того, при расчете к.п.д. необходимо учитывать коэффициент использования материала, который обычно существенно меньше единицы.

Электронно-лучевая сварка (ЭЛС). «Кинжальное» проплавление при электронном облучении дает возможность сваривать различные материалы. От традиционных способов сварки с оплавлением электронно-лучевая сварка отличается в первую очередь тем, что позволяет получать очень высокие локальные плотности тепловой энергии при сравнительно малом общем тепловложении. Это существенно расширяет область использования сварных соединений при изготовлении изделий из самых различных материалов, в том числе и таких, которые не поддаются сварке иными способами. Сферы применения современной ЭЛС чрезвычайно разнообразны – от сварки корпусов ракет и подводных лодок до крепления контактов в транзисторах и микросхемах. При ЭЛС электронный пучок, перемещаясь вдоль поверхности детали с заданной скоростью, непрерывно локально проплавляет материал. Застывая, расплав образует сварной шов, соединяющий прилегающие друг к другу участки деталей. В случае прецизионной сварки необходимо с точностью не хуже 0,1 мм выставлять положение рабочего пучка на поверхности. Обычные способы установки пучка, основанные на визуальном наблюдении его следа на пробной детали, дают удовлетворительные результаты только при сварке больших партий одинаковых изделий. В остальных случаях приходится использовать специальные способы (как правило, автоматические) для поиска шва в ходе самой сварки. Наиболее совершенным способом является развертка рабочего пучка в телевизионный растр по поверхности (при уменьшенной мощности пучка или при достаточно высокой скорости развертки) и использование для «прицеливания» изображения окрестностей шва в отраженных электронах. В существующих электронно-лучевых сварочных установках и устройствах используют пучки с удельной

мощностью 10^5-10^7 Вт/см² при диаметре пятна от 0,1 мм до нескольких миллиметров и общей мощности пушки от 1 до 100 кВт.

1.2.2 Обработка материалов ионным пучком

Бомбардировка поверхности твердого тела ионами сопровождается внедрением ионов (введение примеси) и образованием радиационных дефектов. И тот и другой процесс приводит к изменению свойств облучаемого материала. Особенности ионной бомбардировки по сравнению с другими способами видоизменения свойств материалов заключаются в следующем. Во-первых, если бомбардировке подвергается массивный объект, то изменение свойств должно происходить в основном лишь в тонком приповерхностном слое толщиной порядка проективного пробега ионов. Это позволяет изготавливать неоднородные по глубине структуры. Во-вторых, используя масс-сепараторы с достаточным разрешением, можно вводить в объект только ионы данного сорта. Если контролировать плотность ионного тока и время облучения, то можно точно задавать дозу, т. е. количество внедренных ионов. Наконец, и это самое главное, внедрение ионов – сугубо неравновесный процесс. Благодаря большой кинетической энергии ион легко проникает через поверхность твердого тела и движется, тормозясь, вглубь. Таким образом, здесь сразу решается и проблема проникновения атома через границу раздела «твердое тело – окружающая среда», и проблема транспортировки этого атома на некоторое расстояние от поверхности. В этом плане преимущества ионного внедрения перед диффузией несомненны, так как ионной бомбардировкой можно вводить плохо диффундирующие примеси и примеси в количествах, существенно превышающих предел растворимости. Что касается структурных превращений, то при ионном облучении создаются и такие дефекты, которые не могут быть получены иными способами. Это еще больше расширяет область применения ионного облучения как способа направленного изменения свойств твердых тел.

Влияние ионного облучения на проводимость металлов. При облучении металлов основным является эффект уменьшения подвижности за счет введения новых центров рассеяния – радиа-

ционных дефектов и самих внедрившихся частиц. Так как с изменением температуры распределение электронов по энергиям в металле практически не изменяется, то сечение рассеяния электронов на этих дефектах от температуры не зависит. Ясно, что относительные изменения сопротивления будут особенно заметны при низких температурах, когда рассеяние электронов на фонах в значительной мере подавлено. При больших дозах изменение проводимости металлов происходит также в результате изменения концентрации носителей заряда. Если, например, внедренные атомы образуют с атомами металла диэлектрические молекулярные комплексы или даже диэлектрические включения, то это, безусловно, приведет к уменьшению проводимости. При больших дозах возможно образование новых сплавов или химических соединений, т.е. синтез новых материалов, проводимость которых, как, впрочем, и все другие физические свойства, должна соответствовать конечному продукту, а не исходному веществу. Что касается полного сопротивления достаточно тонких объектов (металлических пленок), то оно может возрасти из-за уменьшения толщины проводника вследствие его распыления ионным пучком.

Ионное легирование полупроводников. В отличие от металлов, изменение проводимости полупроводников в результате ионной бомбардировки происходит в первую очередь из-за изменения концентрации n , а не подвижности носителей заряда. Введение примесного атома в полупроводник, как правило, сопровождается появлением в запрещенной зоне локального энергетического уровня (или нескольких уровней). В зависимости от вещества, сорта внедренного атома, его местоположения в решетке такие примесные центры могут иметь различные электрические свойства. При удачном выборе сорта примеси ионной имплантацией можно вводить центры, являющиеся эффективными донорами или акцепторами, и таким образом в чрезвычайно широких пределах изменять проводимость полупроводников.

При ионной имплантации легче обеспечить точный контроль общего количества вводимой примеси (дозы) и чистоту процесса. Все это уменьшает разброс параметров полупроводниковых приборов, а следовательно, и процент брака. Ионная имплантация

позволяет в широких пределах управлять распределением примеси по глубине (профиль концентрации носителей) путем изменения энергии и дозы ионов.

Так как ионным пучком (энергией, плотностью тока, временем имплантации) управляют с помощью электрических и магнитных полей, то возможна полная автоматизация процесса ионного легирования. При ионной имплантации внедренные частицы, потеряв кинетическую энергию, будут останавливаться в разных местах кристаллической решетки. Они могут попасть как в узлы, так и в некоторые фиксированные междоузельные положения.

При изготовлении полупроводниковых структур ионной имплантацией высокотемпературная обработка является неотъемлемой частью технологического процесса. Однако, как правило, при ионной имплантации не требуются такие высокие температуры, как при проведении диффузии (например, диффузию бора в кремний обычно проводят при 1050 °С). Это является несомненным преимуществом ионной имплантации перед диффузионной технологией, ибо прогрев до высоких температур нередко приводит к необратимым изменениям свойств материалов (изменение стехиометрии и диссоциация соединений, перераспределение ранее введенной примеси, образование дефектов в результате закалки и т. п.).

Стандартная установка для ионной имплантации состоит из следующих элементов: ионного источника, систем формирования ионного пучка, ускорения и разделения ионов по массам (сепаратора), системы сканирования и приемной камеры.

Наиболее распространенными являются источники дуоплазмотронного типа. Используют также источники с пеннинговским и с высокочастотным разрядами. Для получения ионов бора в рабочую камеру источника напускают газообразный BF_3 , а для получения ионов фосфора – пары фосфора.

Чтобы обеспечить достаточно низкое давление в установке (в противном случае будут велики потери интенсивности пучка из-за рассеяния и перезарядки ионов), применяют так называемую дифференциальную откачку, когда один высоковакуумный насос устанавливают между источником и сепаратором для откачки ос-

новой массы напускаемого в камеру источника рабочего газа (пара), а второй присоединяют к приемной камере или вблизи от нее (т. е. после сепаратора). Для сепарации ионов используют масс-спектрометры с секторным магнитным полем.

Ионная имплантация, однако, обладает и недостатками. Одним из них является образование радиационных дефектов, которым обычно соответствуют глубокие локальные уровни в запрещенной зоне. Такие дефекты снижают подвижность свободных носителей заряда и, главное, могут захватывать их, сводя на нет эффект химического легирования. Кроме того, возможности метода ионной имплантации ограничены тем, что максимальные энергии ионов на обычных имплантационных установках не превышают 200 кэВ. Это в свою очередь ограничивает диапазон глубин, на которые может быть введена примесь. Однако и в случаях, когда необходимо создавать *p-n*-переходы на расстояниях от поверхности, превышающих максимальный пробег ионов, удобно использовать имплантацию для точного дозирования количества вводимой примеси.

Ионный синтез, ионная металлургия, ионная эпитаксия. Пусть в мишень, состоящую из атомов В, имплантировано большое количество ионов A^+ . Если в природе при нормальных условиях существует соединение АВ, то естественно ожидать, что в результате имплантации такое вещество будет синтезировано, по крайней мере, в виде отдельных зерен (вкраплений). Создание соединения в результате ионной бомбардировки называется *ионным синтезом*. Интерес, проявляемый к ионному синтезу в настоящее время, обусловлен рядом его достоинств как технологического метода создания тонких слоев химических соединений. К числу этих достоинств относится возможность обеспечить высокую чистоту ионного пучка при использовании масс-сепараторов; контроль количества и глубины внедрения имплантируемого элемента; получение «захороненных» слоев синтезируемого вещества.

Ионным синтезом можно создавать защитные пленочные покрытия, изолирующие слои при изготовлении интегральных схем (например, слои Si_3N_4 , SiC, SiO_2 при бомбардировке кремния ионами азота, углерода или кислорода соответственно), антикорро-

зионные покрытия, световоды и т. п.; синтезировать сверхпроводящие материалы.

Другой класс веществ, получаемых ионной бомбардировкой, – твердые растворы и сплавы. Приготовление сплавов и твердых растворов ионным внедрением является по сути дела новым научно-техническим направлением, которое может быть названо, например, *ионной металлургией*. Как показывает практика, ионной имплантацией удастся создавать не только равновесные сплавы, изготовление которых возможно обычными металлургическими способами, но и новые, метастабильные, сплавы.

С помощью ионных пучков низких энергий можно наращивать на твердых подложках монокристаллические пленки материалов аналогично тому, как это делается при использовании атомных пучков. Преимуществами такой *ионной эпитаксии* является возможность «очистки» ионного пучка с помощью масс-сепаратора, хорошая адгезия пленок, более высокая, чем при термическом напылении, плотность и совершенство структуры получаемых пленок. Отметим также, что ионной бомбардировкой при наращивании пленок можно видоизменить процесс их роста и получить пленки с особыми свойствами. Во-первых, при бомбардировке увеличивается адгезия пленок, во-вторых, на начальной стадии зародышеобразования вследствие радиационного воздействия на матрицу увеличивается число центров конденсации, что обеспечивает более равномерный (по поверхности) рост пленки. Наконец, ионная бомбардировка способствует слиянию отдельных «островков», в результате чего сплошная пленка образуется при существенно меньших толщинах, чем в случае обычного термического напыления. Применение ионной бомбардировки позволило, в частности, получить углеродные пленки с особыми свойствами, которые были названы алмазоподобными.

1.2.3 Обработка материалов плазмой

Рассмотрим особенности применения плазмы как целого ансамбля разнородных частиц для обработки материалов. К методам плазменной обработки следует отнести плазменную сварку, плаз-

менную наплавку, плазменную закалку и плазменное напыление защитных покрытий.

Плазменная сварка. Сжатая дуга как источник тепловой энергии используется для различных технологических процессов. Среди этих процессов особое положение занимает плазменная сварка (рисунок 1.4) в силу следующих причин:

- сложности протекающих при плазменной сварке процессов переноса теплоты и вещества, связанных с передачей энергии от сжатой дуги к металлу и мощных гидродинамических потоков жидкого металла сварочной ванны, что требует комплексного подхода;

- высокого уровня и концентрации тепловой и механической энергии сжатой дуги;

- большой гибкости многопараметрического регулирования технологических характеристик сжатой дуги (тока, скорости сварки, расхода газа, геометрии сопла и т. д.) и, как следствие, сложности выбора оптимальных параметров режима;

- использования присадочных материалов, которые, по меньшей мере, не должны ухудшать условия формирования сварного шва;

- возможности получения непосредственно от сжатой дуги (как датчика) информации о ходе процесса.

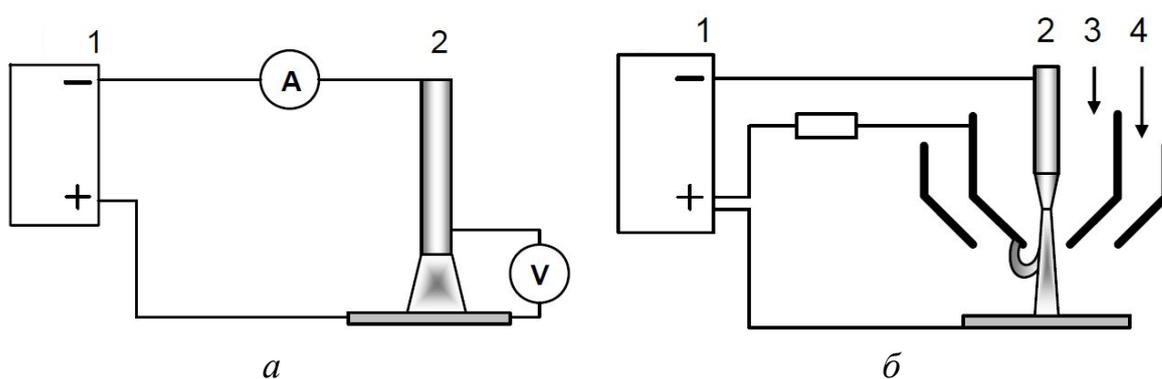


Рисунок 1.4 – Схема питания дуги при ручной дуговой сварке (а) и при плазменной сварке сжатой дугой (б); 1 – источник питания; 2 – электрод; 3 – плазмообразующий газ; 4 – защитный газ

Импульсная сварочная дуга, создаваемая специальными импульсными источниками питания, занимает особое место в

технологии сварки. При импульсной аргодуговой сварке неплавящимся электродом и при импульсной плазменной сварке в первую очередь решается задача изменить характер тепловвода в свариваемое изделие. Сварка, например, тонколистового материала рядом перекрывающихся точек дает возможность уменьшить опасность прожога, снизить общее тепловложение в изделие и сварочные деформации, улучшить структуру металла шва и зоны термического влияния. При этом можно программировать температурные циклы в зоне термического влияния, например производить последующими импульсами отпуск металла, подвергнувшегося закалке предыдущим импульсом. Изучение процесса плазменной сварки может способствовать пониманию и совершенствованию других технологических процессов, использующих сжатую и свободную сварочную дугу и плазменные струи.

Плазменная наплавка. Среди прогрессивных технологий, эффективность которых основана на многократном повышении надежности и долговечности деталей машин, механизмов и оборудования с покрытиями, одно из главных мест занимает плазменная (плазменно-дуговая) наплавка. Сущность процесса плазменной наплавки состоит в нанесении покрытия из расплавленного присадочного порошкового или проволочного материала на металлическую поверхность с использованием в качестве источника нагрева сжатой дуги, горящей между электродом плазмотрона и изделием (рисунок 1.5).

Основной целью плазменной наплавки является изготовление новых деталей и изделий со специальными износ- и коррозионно-стойкими свойствами поверхности, а также восстановление размеров изношенных и бракованных деталей за счет нанесения покрытий, обладающих высокой плотностью и прочностью сцепления с изделием, работающих в условиях высоких динамических, знакопеременных нагрузок, подверженных абразивному, коррозионному, высокотемпературному или иному воздействию. Тип наплавляемого металла выбирается прежде всего с учетом условий эксплуатации рабочих поверхностей деталей. От свойств основного и наплавляемого материала, сечения, габаритов и конфигура-

ции обрабатываемых изделий и ряда других факторов зависит выбор оптимального технологического процесса и режима наплавки.

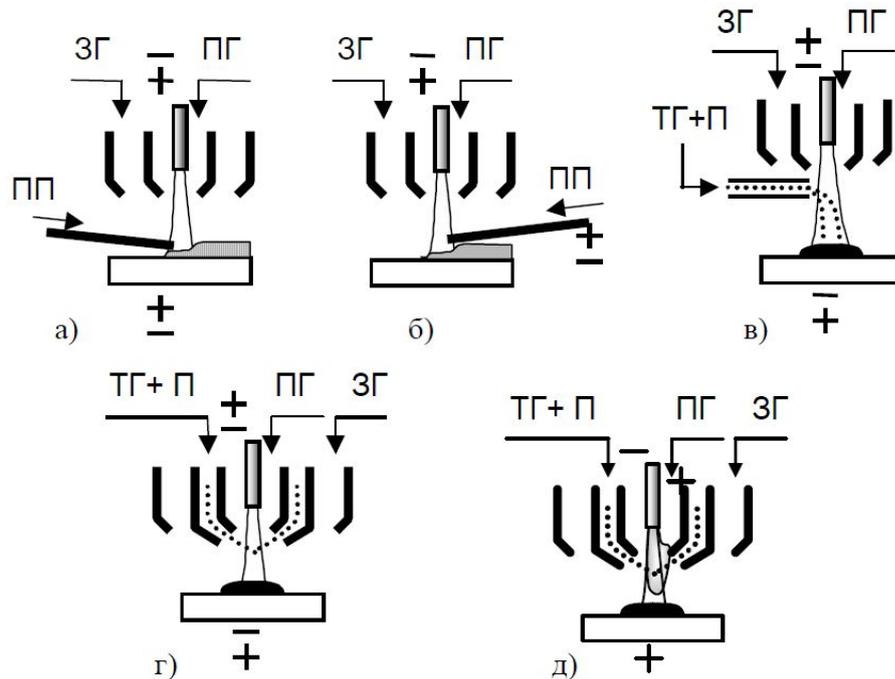


Рисунок 1.5 – Схемы процессов плазменной наплавки:

а – с присадочной проволокой; *б* – с токоведущей проволокой;
в – с внешней подачей порошка; *г* – с внутренней подачей порошка;
д – с пилотной дугой. Газы: ПГ – плазмообразующий; ЗГ – защитный;
ТГ – транспортирующий; ПП – присадочная проволока; П – порошок

Плазменная закалка. Во многих случаях технически и экономически оправдана локальная термообработка различных деталей. При этом упрочняется только наиболее нагруженная рабочая поверхность детали. Из всех способов термообработки высококонцентрированными источниками нагрева наиболее экономичным и производительным является плазменный. Он характеризуется меньшей стоимостью, доступностью технологического оборудования и достаточно большими размерами упрочняемой зоны. Плазменная поверхностная закалка – метод локального поверхностного упрочнения. Сущность процесса состоит в высокоскоростном нагреве движущейся сжатой дугой поверхностного слоя металла и быстром его охлаждении в результате передачи теплоты в глубинные слои материала детали. Применение быстрого нагрева, способствующего получению более мелкой структуры

закаленной стали, обеспечивает оптимальное сочетание свойств прочности и вязкости.

После плазменной закалки детали и инструмент имеют упрочненный поверхностный слой глубиной 0,7–1,5 мм, как правило, достаточный для деталей ответственного назначения.

Неизменный общий химический состав материала, неизменные свойства исходного металла во внутренних слоях изделия и сжимающие остаточные напряжения на поверхности способствуют повышению работоспособности изделий после плазменной закалки.

Особенностью технологии плазменной закалки являются относительно низкие интегральные температуры нагрева деталей, достаточно большая глубина упрочненного слоя, высокий эффективный к.п.д. нагрева сжатой дугой, возможность ведения процесса без применения охлаждающих сред, вакуума, специальных покрытий, а также возможность автоматизации и роботизации технологического процесса.

Метод плазменной закалки целесообразно использовать для локального упрочнения поверхностей деталей металлообрабатывающего, горно-добывающего и другого оборудования, в том числе труднодоступных поверхностей, которые нерационально или невозможно упрочнять традиционными методами, – контуров резьбы ходовых винтов, зубьев колес и реек, рабочих профилей кулачков и копиров, а также разнообразных пазов, канавок, отверстий. В то же время плазменная закалка может применяться для получения сплошных упрочненных слоев на больших поверхностях деталей: направляющих, шпинделей, валов, осей, штоков и т. п. Перспективно создание с помощью плазменной закалки так называемых регуляризованных поверхностей, на которых зоны повышенной твердости чередуются с более мягкими участками металла, имеющего исходную перед закалкой твердость.

Плазменное напыление защитных покрытий. С помощью дуговых плазмотронов осуществляют технологию плазменного напыления покрытий (обычно толщиной не более 1 мм). При этом, как правило, используют порошковые материалы с размером частиц от 20 до 50 мкм. В процессе напыления частицы порошка,

вдуваемые в плазменную струю, разогреваются до температур, близких к температуре их плавления, и ускоряются до 50–150 м/с. Напыляемое покрытие формируется из отдельных частиц, которые при ударе о поверхность подложки сильно деформируются, растекаются и кристаллизуются с высокой скоростью (рисунок 1.6).

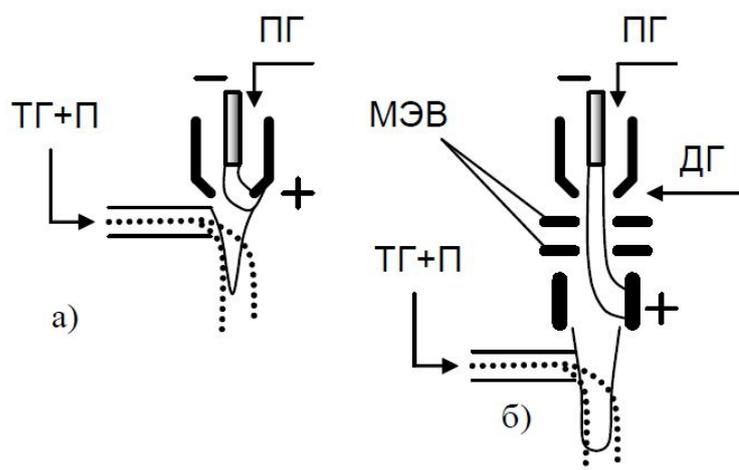


Рисунок 1.6 – Схемы плазмотронов для напыления с самоустанавливающейся длиной дуги (а) и с фиксированной длиной дуги (б). Газы: ПГ – плазмообразующий; ТГ – транспортирующий; ДГ – дополнительный; П – порошок; МЭВ – межэлектродные вставки

При оптимизации параметров режима плазменного напыления достигается прочное сцепление частиц по контактными поверхностям, что в значительной степени определяет эксплуатационные характеристики напыленных покрытий.

В качестве плазмообразующего газа при напылении, наряду с прочими газами, применяется аргон, который обуславливает наибольшую стабильность работы оборудования и повышенную долговечность элементов плазмотрона, малый разогрев подложки за счет быстрого падения температуры по длине плазменной струи, высокие скорости плазменной струи, пониженный уровень шума.

Метод плазменного напыления покрытий с использованием плазмотронов при высокой стабильности процесса и меньшем шуме обеспечивает повышенный коэффициент использования порошка (65–70 %), высокую прочность сцепления покрытия с основой (от 30 до 60 МПа), минимальную пористость покрытия (4 %)

и достаточно высокую производительность напыления качественных покрытий (до 7,5–8 кг/ч).

1.3 Эффекты взаимодействия частиц с поверхностью

1.3.1 Взаимодействие ускоренных электронов с веществом

При взаимодействии ускоренных электронов с твердым телом происходит множество взаимосвязанных процессов, в результате которых наблюдается эмиссия с облучаемой поверхности электронов, фотонов и атомных частиц, а свойства самого твердого тела могут существенно измениться. Большинство из этих процессов широко используют на практике, главным образом в электровакуумных приборах разнообразного типа и назначения. Другая обширная область применения электронных потоков – использование их в качестве универсального технологического инструмента, позволяющего не только изменять заданным образом свойства обрабатываемых материалов, но и весьма тонко контролировать эти изменения. Рассмотрим, какие из физических явлений, сопровождающих электронную бомбардировку, наиболее перспективны с этой точки зрения.

На рисунке 1.7 показано, что происходит при попадании электронов в вещество. Закономерности протекания всех представленных на рисунке процессов определяются параметрами электронного пучка: энергией электронов, направлением их движения и интенсивностью потока. Преимуществом электронно-лучевой технологии является сравнительная легкость управления всеми перечисленными параметрами с помощью специальных электронно-оптических систем. Как правило, эти системы формируют моноэнергетический пучок электронов, сфокусированный до достаточно малых поперечных размеров и направленный в выбранный участок объекта. Если необходимо увеличить площадь облучаемой поверхности, то пучок обычно разворачивают в растр или последовательно перемещают от участка к участку по заданной программе.

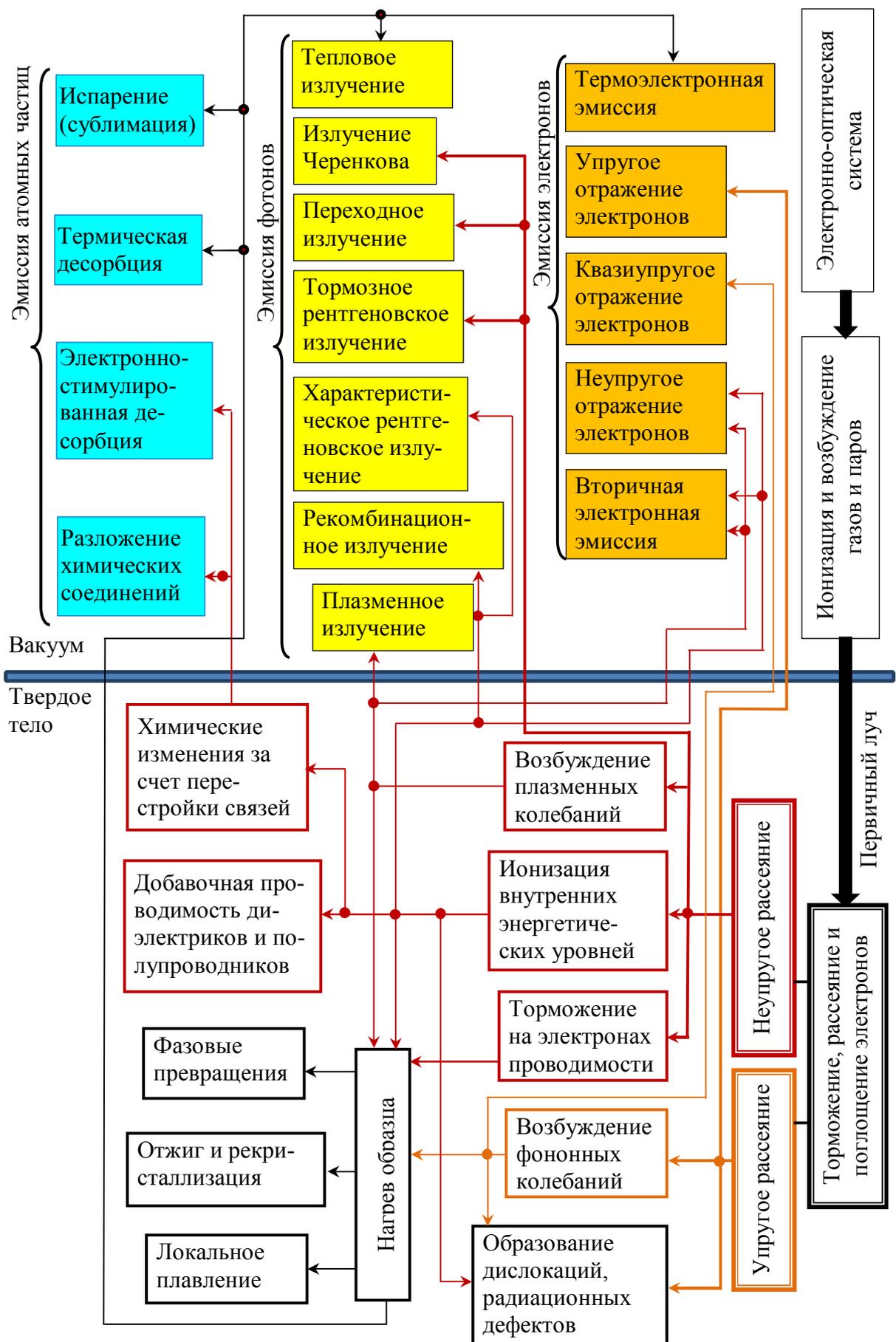


Рисунок 1.7 – Процессы, происходящие при взаимодействии ускоренных электронов с веществом

Возможно и другое решение – использование ЭОС проекционного типа, создающих достаточно широкие электронные пучки с требуемым распределением плотности тока по сечению. Тип ЭОС, диапазон ускоряющих напряжений, допустимый разброс по энергиям и углам вылета электронов, минимальный поперечный размер пучка и плотность электронного тока в каждом конкретном случае определяют с учетом целевого назначения электронно-лучевой установки. Следует иметь в виду, что на пути к поверхности объекта первичные электроны могут терять энергию и изменять направление движения из-за рассеяния на частицах окружающей среды.

Число актов рассеяния на частицах определенного сорта пропорционально концентрации этих частиц, сечению соответствующего процесса и протяженности электронного потока. Поэтому рассматриваемый эффект особенно существен, если в электронно-лучевой установке поддерживается недостаточно высокий вакуум или электронная бомбардировка сопровождается интенсивным выделением газов и паров. Типичные значения эффективных сечений соударения электронов с атомами и молекулами газов и паров в диапазоне энергий 10^2 – 10^4 эВ составляют 10^{-17} – 10^{-15} см². Это означает, что при давлении остаточных газов 1 Па на каждом метре пути электрон испытывает в среднем от одного до ста соударений. Таким образом, для того чтобы не менее 99 % электронов доходило до поверхности без нежелательного взаимодействия с атомами окружающей среды, необходимо поддерживать давление остаточных газов в установке на уровне 10^{-2} – 10^{-4} Па и ниже. Отметим, что столкновения электронов с атомами газобразной окружающей среды в ряде случаев оказываются полезными. Так, ионизацию газа электронным ударом используют в некоторых типах ионных источников, при ионной фокусировке мощных электронных пучков, в форвакуумных источниках электронов при генерации пучковой плазмы, в газоразрядных приборах, в вакуумной технике для получения и измерения вакуума.

Обратимся теперь к процессам, происходящим непосредственно в твердом теле и на его поверхности. Как известно, при прохождении границы раздела вакуум – твердое тело первичные

электроны ускоряются в поле сил поверхностного потенциального барьера и продолжают движение в веществе с возросшей кинетической энергией. Для большинства материалов эта добавка к кинетической энергии (внутренний потенциал твердого тела) составляет 10–20 эВ и ее следует учитывать лишь для медленных электронов с энергией до 1 кэВ.

На своем пути первичные электроны испытывают многочисленные акты взаимодействия с атомами твердого тела, которые можно разделить на два основных класса – упругие и неупругие.

Под упругим понимают взаимодействие, при котором участвующие в нем частицы обмениваются кинетической энергией, а их внутренняя энергия не изменяется. Из законов сохранения энергии и импульса следует, что при упругом соударении электрона с неподвижным атомом максимальное значение переданной кинетической энергии определяется соотношением масс взаимодействующих частиц и не может превышать нескольких сотых долей процента от начальной энергии электрона E_1 . Тем не менее при очень больших значениях энергии электрона E_1 (сотни килоэлектрон-вольт, единицы мегаэлектрон-вольт и более) переданной кинетической энергии становится достаточно для выбивания атомов из узлов кристаллической решетки. Это приводит к появлению дополнительных, не находящихся в тепловом равновесии с решеткой дефектов кристаллической структуры – одной из разновидностей радиационных дефектов. Облучение мегавольтными электронами используют на практике, например для упрочнения некоторых сплавов, для уменьшения времени жизни неосновных носителей заряда в полупроводниках и т. д. Однако в электронно-лучевой технологии, как правило, энергия электронов не превышает 100–200 кэВ. При такой энергии электрон, упруго рассеиваясь на атоме твердого тела, уже не может разорвать его связь с соседями. В результате смещение любого атома при соударении с электроном вызывает соответствующие смещения соседних атомов и по атомной цепочке распространяется упругая волна. Такие волны в кристалле могут возникать лишь на определенных дискретных частотах, каждой из которых соответствует свой квант энергии – фонон. Поэтому в каждом акте упругого рассеяния

первичный электрон теряет энергию дискретными порциями, соответствующими возбуждению одного или нескольких фононов. Строго говоря, этот процесс не является чисто упругим, поскольку он сопровождается возрастанием внутренней энергии твердого тела – энергии тепловых колебаний. Однако так как энергия фононов значительно меньше, чем энергия первичных электронов, то такое рассеяние считают обычно квазиупругим.

Если при упругом соударении электрон не может передать атому энергию, достаточную для возбуждения фонона, то после рассеяния изменится только направление его движения, а энергия останется неизменной (аналогично удару упругого шарика о массивную стенку). Подобная ситуация наблюдается и при когерентном упругом рассеянии электронов в твердых телах с упорядоченным расположением атомов, так как при выполнении условий дифракции электронных волн Де Бройля в упругом взаимодействии принимают участие все атомы, расположенные в пределах зоны когерентности этих волн, и суммарная масса рассеивающих центров намного превосходит массу электрона.

При электронной бомбардировке объекта некоторая часть первичных электронов испытывает отклонение на большие углы в результате одного или нескольких последовательных актов упругого рассеяния на приповерхностных атомах и возвращается в вакуум. Такие электроны называются упруго отраженными. Характерной особенностью, позволяющей выделить эту группу электронов среди других, является то, что их энергия практически не отличается от энергии первичных электронов E_1 . Упруго рассеянные электроны могут наблюдаться и на обратной стороне мишени в числе прошедших электронов, если толщина мишени мала, а энергия электронов достаточно велика. В общем случае количество упруго рассеянных электронов (и на отражение, и на прострел), а также направления их вылета в вакуум определяются их энергией, свойствами и взаимным расположением рассеивающих центров. Это позволяет использовать явление упругого рассеяния в электронографии, электронной микроскопии и в некоторых разновидностях электронной спектроскопии для анализа состава и структуры различных объектов.

Рассмотрим теперь более обширный класс взаимодействий первичных электронов с твердым телом, в результате которых изменяется не только направление их движения, но и энергия, т. е. происходит их торможение. Торможение электронов при движении в веществе может быть обусловлено различными причинами. Одна из них заключается в том, что взаимодействие движущейся заряженной частицы с полем атомов вещества должно по законам электродинамики сопровождаться появлением квантов электромагнитного излучения. Так как движение первичного электрона в твердом теле не является периодическим, то энергетический спектр такого тормозного излучения имеет непрерывный характер и в соответствии с законом сохранения энергии простирается вплоть до энергии квантов, равной E_1 . Поэтому при эксплуатации любой высоковольтной электронно-лучевой установки необходимо применять особые меры для защиты обслуживающего персонала от рентгеновского излучения. Тормозное излучение находит применение в различных источниках рентгеновских лучей.

Когда электрон пересекает границу раздела двух сред с различными свойствами, возможно появление переходного излучения. При очень больших значениях E_1 наблюдается излучение Черенкова, которое возникает в том случае, когда скорость электронов превышает фазовую скорость распространения электромагнитных волн в данном веществе. При движении релятивистских электронов по каналам в монокристаллических телах, кроме того, наблюдается когерентное испускание рентгеновских квантов.

Все перечисленные виды излучения уносят определенную часть энергии первичного электрона, доля которой, однако, сравнительно невелика. Только при энергиях электронов в десятки мегаэлектрон-вольт потери на излучение становятся сравнимыми с другими видами потерь энергии.

Основной механизм торможения первичных электронов в веществе связан с процессами неупругого рассеяния, в результате которых электронная система твердого тела возбуждается. В конденсированных средах, в отличие от газов, во взаимодействие с пролетающей частицей могут вовлекаться одновременно много

атомов. В соответствии с этим различают два основных типа электрон-электронных взаимодействий в твердом теле: коллективные и одночастичные.

При коллективных возбуждениях первичный электрон взаимодействует с системой валентных электронов твердого тела, которую можно в этом случае рассматривать как вырожденный газ или плазму свободных электронов в поле однородно распределенного положительного заряда. При внешнем возбуждении такой плазмы возникают колебания электронной плотности на дискретных квантованных частотах, зависящих от концентрации электронов и свойств материала. Квант энергии плазменных колебаний – плазмон, принято считать квазичастицей твердого тела, обладающей определенными значениями энергии и импульса. Различают два вида мод плазменных колебаний – объемную и поверхностную. Поверхностный плазмон имеет импульс, направленный вдоль границы раздела двух сред, а вероятность его возбуждения экспоненциально спадает при удалении от этой границы. Его энергия меньше, чем энергия объемного плазмона. Время жизни плазмонов не превышает 10^{-16} с. При их распаде выделяется энергия, которая либо уносится электромагнитным излучением (излучение Лилиенфельда), либо передается одному из электронов твердого тела, скорость которого близка к фазовой скорости распространения плазменных волн, либо переходит в теплоту. Каждому веществу соответствуют свои значения энергии объемного и поверхностного плазмонов, лежащие обычно в диапазоне от 3 до 30 эВ. Изучение спектра плазменных колебаний в твердых телах позволяет получать ценную информацию об электронной структуре различных металлов, диэлектриков и полупроводников, о состоянии их поверхности и т. п.

Возбуждение плазменных колебаний наиболее вероятно в том случае, если длина их волны много больше среднего расстояния между свободными электронами. Так как длина волны плазмона обратно пропорциональна его импульсу, это соответствует рассеянию первичного электрона с относительно малыми изменениями импульса, т. е. на малые углы.

При рассеянии на большие углы импульс, передаваемый электронам твердого тела, достаточно велик и возбужденные колебания становятся настолько коротковолновыми, что электронная плазма ведет себя по отношению к ним как система отдельных свободных частиц, т. е. проявляется второй тип неупругого электрон-электронного рассеяния – одностичные взаимодействия, при которых энергия первичных электронов тратится на ионизацию и возбуждение атомов твердого тела. В каждом акте такого взаимодействия один из электронов твердого тела получает от первичного электрона энергию, достаточную для перехода в состояния с более высокой энергией. На энергетическом уровне, с которого произошел переход, при этом образуется вакансия. Вероятность ионизации внутренних энергетических уровней зависит от энергии первичных электронов E_1 и обычно достигает максимума, когда E_1 в несколько раз превышает энергию связи электрона в исходном состоянии.

В основе вторично-эмиссионных методов, наиболее известным среди которых является электронная оже-спектроскопия, лежит изучение энергетических спектров вторичных электронов. В таких спектрах наблюдаются пики при определенных значениях энергии, характерных для данного вещества и не зависящих от E_1 . Причина их появления в том, что при переходе электрона атома на вакансию, образованную в результате ионизации одного из нижележащих энергетических уровней, выделяющаяся дискретная порция энергии может быть передана безызлучательным образом (путем так называемого оже-процесса) еще одному электрону твердого тела. Если такой электрон выходит в вакуум без потерь энергии, т. е. с достаточно малой глубины, то его кинетическая энергия позволяет судить о природе атома, в котором произошел переход. Полное количество оже-электронов определенного сорта пропорционально концентрации соответствующего элемента в приповерхностной области.

Следует отметить, что оже-переходы не подчиняются известным правилам отбора для оптических переходов. Поэтому оже-процесс нельзя рассматривать как снятие возбуждения атома с испусканием промежуточного кванта флуоресцентного излучения,

который затем поглощается одним из атомов твердого тела и передает свою энергию фотоэлектрону. Таким образом, оже-процесс принципиально является безызлучательным. Однако при заполнении вакансии на внутренней электронной оболочке возможно также испускание кванта электромагнитного характеристического излучения. Иными словами, релаксация возбужденного атома может происходить либо безызлучательным, либо излучательным способом. Относительная вероятность каждого из этих процессов зависит от атомного номера элемента и от того, на каком уровне была образована вакансия. Спектр характеристического излучения расположен, как правило, в области рентгеновских длин волн и так же, как и спектр оже-электронов, несет информацию о природе излучающих атомов. Это широко используется при рентгеноспектральном локальном анализе элементного состава твердых тел. Толщина анализируемой приповерхностной области образца при таком методе гораздо больше, чем в оже-спектроскопии, так как не несущие заряда рентгеновские кванты значительно меньше, чем электроны, поглощаются и рассеиваются веществом на пути к поверхности.

Неупругие электрон-электронные процессы в твердом теле сопровождаются выходом в вакуум не только вторичных, но и неупруго отраженных электронов, т. е. тех из обратно рассеянных первичных электронов, которые потеряли некоторую часть начальной энергии. Число таких электронов по аналогии со вторичной эмиссией определяется коэффициентом неупругого отражения (КНОЭ). Значение этого коэффициента составляет обычно десятки процентов, зависит (хотя и не очень сильно) от E_1 и, как правило, тем выше, чем более тяжелые атомы входят в состав твердого тела. В результате неупругого отражения часть мощности электронного потока уносится из вещества, что снижает к.п.д. электронно-лучевых установок. Кроме того, неупруго отраженные электроны образуют в приповерхностной области образца еще один поток, который, как и прямой поток первичных электронов, создает на своем пути каскады электронных возбуждений. Поэтому неупруго отраженные электроны повышают эффективность

технологических процессов, которые основаны на электронных переходах в приповерхностных атомах.

Особый интерес представляют те из рассеянных электронов, которые перед выходом в вакуум испытали только дискретные характеристические потери энергии (ХПЭ). Энергия таких электронов отличается от энергии первичных (и упруго отраженных) на значение потери, которая не зависит от E_1 и характеризует материал мишени. Изучение спектра ХПЭ позволяет судить об элементарных актах взаимодействия первичных электронов с твердым телом, в частности определять энергию, затрачиваемую на возбуждение фононных и плазменных колебаний, на ионизацию внутренних электронных оболочек и т. п. На этом принципе основан метод ионизационной спектроскопии или спектроскопии потерь энергии электронов. Как уже упоминалось, при электронной бомбардировке в твердом теле появляются неравновесные электроны. До сих пор рассматривалась лишь та их часть, которая может выйти в вакуум. Большинство возбужденных электронов, однако, остается в твердом теле и сравнительно быстро (за время 10^{-14} – 10^{-12} с) теряет всю избыточную энергию в многочисленных актах торможения. В результате в зоне проводимости накапливаются неравновесные электроны с тепловыми скоростями, так называемые термализованные электроны. В металлах таких электронов значительно меньше, чем электронов проводимости, поэтому заметное влияние на проводимость они могут оказать только в диэлектриках и полупроводниках. Возрастание проводимости при электронном облучении вследствие появления дополнительных неравновесных носителей заряда (электронов в зоне проводимости и дырок в валентной зоне) называется радиационной проводимостью (иногда наведенной или электронно-возбужденной). Это явление, во многом аналогичное фотопроводимости, находит применение в ряде специальных электровакуумных приборов, в усилителях изображения электронных микроскопов, в кристаллических детекторах заряженных частиц, а также при изучении электронных характеристик твердых тел.

В неметаллических веществах время жизни термализованных в зоне проводимости электронов, как правило, достаточно велико

и может достигать десятков и сотен микросекунд. Однако в конечном счете эти неравновесные электроны неизбежно исчезают в результате рекомбинации с носителями противоположного знака. Такая рекомбинация может происходить как при непосредственном столкновении электрона и дырки, так и с промежуточным захватом одного из носителей на локальные ловушечные уровни примесей или дефектов, которые играют в этом случае роль центров рекомбинации. Скорость рекомбинации в значительной мере определяется тем, каким образом выделяется избыточная энергия двух рекомбинирующих носителей. Возможны различные процессы преобразования этой энергии, в том числе и безызлучательная передача ее одному из электронов твердого тела в результате оже-процесса, или передача кристаллической решетке с возбуждением фононов, или испускание в виде кванта света. В последнем случае возвращение электронной системы твердого тела в равновесное состояние сопровождается рекомбинационным излучением, которое называют также люминесценцией. Это явление широко применяют на практике при создании люминесцентных экранов электронно-лучевых приборов и установок самого различного назначения. Кроме того, изучение спектров катодолюминесценции дает важные сведения о зонной схеме, локальных энергетических уровнях и возбужденных состояниях полупроводниковых кристаллов.

До сих пор рассматривались лишь две крайние стадии процесса возбуждения атомов твердого тела в результате неупругих электрон-электронных взаимодействий: ионизация внутренних электронных оболочек и последующее снятие возбуждения тем или иным способом. В промежутке между этими стадиями атом находится в возбужденном состоянии и его свойства, прежде всего характер связи с соседними атомами, могут существенно изменяться.

Если в результате электронных переходов резко возрастают силы отталкивания между соседними атомами и эти атомы успевают до начала релаксации разойтись на заметные расстояния (например, при удалении возбужденного или ионизованного атома с поверхности твердого тела), то происходит необратимое измене-

ние состава облучаемого электронами вещества. К процессам такого рода относится электронно-стимулированная десорбция чужеродных атомов и молекул, а также диссоциация химических соединений, находящихся на поверхности твердого тела. В последнем случае продукты диссоциации или часть их могут удаляться с поверхности как непосредственно во время облучения (при образовании летучих фракций), так и в результате последующей специальной обработки (прогрева, травления в агрессивной среде и др.), которая по аналогии с фотографией получила название проявления.

Электронная бомбардировка может приводить и к противоположному результату, т.е. к образованию химических соединений, если химическая активность атома при возбуждении возрастает. Электронный луч играет в этом случае роль катализатора. Одной из таких реакций является, например, образование диэлектрических пленок в результате полимеризации адсорбированных на поверхности органических молекул. Все перечисленные явления называются химическими реакциями, обусловленными электронной бомбардировкой. Их широко используют в электронно-лучевой технологии, например в электронолитографии, при нанесении тонких пленок, при нетермической размерной обработке (сверление, фрезерование, резка) и т. п. В ряде случаев, однако, подобные электронно-стимулированные процессы играют вредную роль. Так, электронное облучение в присутствии углеродсодержащих или кремнийорганических паров, как правило, сопровождается сравнительно быстрым и весьма стойким загрязнением облучаемой поверхности углеродом или окислом кремния. Это накладывает дополнительные требования на вакуумные условия в электронно-лучевых установках.

Неупругие электрон-электронные взаимодействия могут приводить также к образованию дефектов в объеме кристалла. В ионных кристаллах это может происходить, например, в результате многократной ионизации отрицательно заряженного иона и последующего выталкивания его из узла решетки под действием сил кулоновского взаимодействия с соседними ионами (механизм Варли). Итак, именно процессы неупругого электрон-электрон-

ного взаимодействия являются основной причиной торможения первичных электронов в твердом теле, в результате чего электроны (за исключением упруго и неупруго отраженных) полностью теряют начальную энергию, термализуются и поглощаются веществом. Путь, проходимый первичным электроном до термализации, называется траекторным пробегом электрона в данном веществе. Так как этот путь далек от прямолинейного, то на практике важно знать глубину проникновения электронов, которая определяется как проекция траекторного пробега на нормаль к поверхности. Очевидно, что различие между средними значениями глубины проникновения и траекторного пробега будет тем больше, чем более «изломанной» окажется траектория электронов в веществе. Длина пробега зависит от начальной энергии электронов и тормозной способности вещества, которая согласно теоретическим и экспериментальным оценкам возрастает при уменьшении энергии электронов. Это, в частности, означает, что у поверхности, где скорость первичных электронов еще велика, вероятность потери энергии должна быть меньше, чем в конце пробега. В результате максимум пространственного распределения удельной энергии, выделяемой в образце, расположен не на поверхности, а в объеме твердого тела. Эта особенность отличает электронную бомбардировку от других способов передачи энергии твердому телу (например, от лазерного облучения).

Еще один эффект, который следует учитывать в электронно-лучевой технологии, состоит в том, что в результате рассеяния электронов при их проникновении в вещество диаметр электронного пучка увеличивается. Если исходный диаметр пучка меньше, чем глубина проникновения электронов (как это имеет место, например, в растровой электронной микроскопии, при электронно-зондовом микроанализе, электронно-лучевой размерной обработке и др.), то их энергия выделяется в приповерхностном объеме образца, близком по форме к сферическому. Диаметр этой сферы имеет тот же порядок, что и глубина проникновения электронов, и именно его размером ограничивается пространственное разрешение соответствующего способа микрообработки или микроанализа.

Если изготовить образец в виде самоподдерживающейся пленки, толщина которой сравнима с глубиной проникновения электронов, то на ее обратной стороне могут протекать те же процессы, что и на лицевой. Различия состоят лишь в том, что энергетическое и угловое распределение первичных электронов может существенно измениться в результате прохождения сквозь пленку. Из-за сложности приготовления подобных объектов и их малой механической прочности возможности практического использования этого явления ограничены. Его пока применяют лишь в просвечивающей электронной микроскопии, в некоторых типах электронных умножителей и электронно-оптических преобразователей, а также при изучении закономерностей прохождения электронов через вещество.

Рассмотрим еще один путь, по которому идет процесс преобразования энергии первичных электронов, играющий исключительно важную роль в технологии, – электронно-лучевой нагрев вещества. Электронный пучок при торможении в твердом теле теряет в нем всю энергию в результате различных упругих и неупругих процессов (см. рисунок 1.7). Некоторая доля этой энергии уносится из образца эмитированными с поверхности электронами, фотонами и атомными частицами, а оставшаяся часть поглощается веществом и в конечном счете переходит в теплоту. Как и при любом другом способе нагрева, эта теплота отводится от облучаемого участка за счет теплопроводности материала и теплового излучения поверхности. Скорость теплоотвода, как известно, возрастает при увеличении разности температур между нагреваемой областью и окружающей средой. Поэтому с ростом мощности электронного пучка тепловой баланс между выделяемой и отводимой энергией устанавливается при все более высокой температуре бомбардируемого участка. Повышение температуры в свою очередь стимулирует протекание ряда термических процессов: структурных фазовых переходов, отжига дефектов, диффузии, рекристаллизации, плавления, десорбции и испарения с поверхности атомных частиц, термоэлектронной эмиссии и др.

Особенностью электронно-лучевого нагрева является то, что можно достигнуть очень высокой концентрации тепловой энергии

при сравнительно малой общей мощности пучка. Это позволяет при необходимости локализовать протекание всех перечисленных процессов в достаточно узкой области образца, температура которой может быть очень высокой. Кроме того, при удельных энергиях первичного пучка более 10^6 Вт/см² возрастают механические силы, действующие на облучаемый участок и обусловленные давлением самого электронного пучка, а также реактивным давлением (давлением отдачи) испаряющихся с поверхности частиц. В результате может наблюдаться аномально глубокое проплавление вещества (кинжальное проплавление) и даже образование сквозных отверстий в месте попадания пучка. Явление выделения теплоты при электронной бомбардировке лежит в основе таких широко распространенных электронно-лучевых термических технологических процессов, как отжиг, очистка, испарение, плавка, литье, сварка и размерная обработка. Если нагрев электронным лучом нежелателен, то необходимо либо снижать мощность пучка, либо принимать специальные меры для улучшения теплоотвода от облучаемых узлов установок и приборов.

Таким образом, анализ различных физических процессов и явлений, сопровождающих электронную бомбардировку вещества, показывает, что большинство из них может быть с успехом использовано при решении самых разнообразных технологических задач. Несмотря на известные трудности, связанные с необходимостью помещать объект в вакуумную камеру, электронно-лучевая технология уже сейчас успешно конкурирует со многими традиционными методами обработки материалов и контроля их свойств. Это прежде всего обусловлено следующими преимуществами электронного луча при использовании его в качестве технологического инструмента:

1) универсальностью – объектом электронно-лучевой технологии может быть большинство металлов, диэлектриков и полупроводников с различными физико-химическими свойствами;

2) отсутствием источников загрязнений – процесс протекает в высоком вакууме, сам электронный луч не вносит загрязнений и не подвержен износу, а контроль с его помощью, как правило, является неразрушающим;

3) исключительной управляемостью по интенсивности, концентрации, месту и времени выделения мощности. Эти параметры можно регулировать, изменяя энергию, фокусировку, модуляцию и отклонение электронных потоков. Малая инерционность облегчает быстрое перемещение пучка с одного участка на другой и обеспечивает высокую скорость обработки или локального анализа;

4) возможностью полной автоматизации технологического процесса, поскольку все управление любой электронно-лучевой установкой можно осуществлять путем изменения соответствующих электрических величин. Это позволяет сравнительно легко сопрягать такие установки с ЭВМ и АСУП.

В настоящее время наибольшее распространение получили термические способы электронно-лучевой обработки. Примером применения нетермической обработки служит электронная литография или получение тонких пленок при разложении химических соединений. Хорошо зарекомендовали себя и электронно-зондовые методы контроля, с помощью которых получают уникальную информацию в таких областях науки, как физика твердого тела, металлофизика, минералогия, биология и др. Все шире подобные методы внедряются в производство для непосредственного контроля за ходом технологического процесса. В микроэлектронике, например, для исследования свойств полупроводниковых материалов и элементов микросхем с успехом применяют растровый электронный микроскоп в сочетании с рентгеновским или оже-микроанализатором. В современных технологических установках для выращивания тонких пленок методом молекулярно-лучевой эпитаксии обязательно предусмотрен контроль за свойством пленок в ходе роста методами дифракции быстрых и медленных электронов и электронной оже-спектроскопии. Можно привести еще множество примеров такого рода. Нет сомнения, что по мере углубления наших знаний о физике взаимодействия электронов с веществом и совершенствования технологической базы электронный луч будет находить более широкое применение в самых различных областях науки и техники. Эта уверенность подтверждается общей тенденцией современной технологии, заключающейся

в переходе к управлению процессами, в которых участвуют все более высокие энергии во все меньших пространственно-временных областях.

1.3.2 Взаимодействие ускоренных ионов с веществом

Рассмотрим, какие процессы могут происходить при воздействии на вещество ускоренных ионов и какие возможности эти процессы открывают перед технологом для направленного изменения свойств твердого тела и их контроля. При ионной бомбардировке в качестве первичных частиц могут быть использованы как положительные, так и отрицательные ионы, а также нейтральные атомы. Наиболее часто используют ионы, несущие положительный заряд, из-за того, что их проще получать по сравнению с отрицательными ионами и легче осуществлять ускорение, управление их движением и контроль за количеством по сравнению с нейтральными атомами. Облучение может производиться не только атомарными, но и молекулярными ионами, если это почему-либо целесообразно. Если кинетическая энергия ионов много больше энергии связи атомных частиц в молекулярном ионе, то в большинстве случаев можно считать такие частицы распространяющимися в твердом теле независимо. Нетрудно показать, что энергия каждого из отделившихся атомов E_k равна энергии исходного молекулярного иона E_Σ , умноженной на отношение масс соответствующего атома M_k и молекулы $\Sigma_k M_k$. Действительно, $E_\Sigma = \Sigma_k M_k v_1^2 / 2$, откуда $v_1^2 = 2E_\Sigma / \Sigma_k M_k$. Теперь если допустить, что в процессе диссоциации скорость не изменяется, то $E_k = M_k v_1^2 / 2 = E_\Sigma M_k / \Sigma_k M_k$. Наконец, иногда используют многозарядные ионы, поскольку таким образом при той же ускоряющей разности потенциалов можно получить ионы с энергией, большей однозарядного в i раз, где i – кратность заряда иона. Если учесть, что в качестве бомбардирующих частиц можно использовать ионы практически всех элементов таблицы Менделеева, а также молекулярные ионы и частицы в разных зарядовых состояниях, то можно полагать, что ионные пучки являются потенциально более

гибким средством воздействия на обрабатываемый или изучаемый объект по сравнению с электронными, так как позволяют в более широких пределах изменять свойства составляющих их частиц. Двигаясь от ионной пушки к облучаемому образцу, ионы могут взаимодействовать с молекулами и атомами паров и газов, содержащихся в вакуумном объеме, поскольку давление в установке не равно нулю. Как и в случае электронных пучков, при этом первичные частицы могут рассеиваться и терять энергию. Если данные процессы существенны, то пучок теряет моноэнергетичность и направленность, а в объеме появляются чужеродные ионы. Чтобы это не происходило, длины свободных пробегов ионов, которые обратны произведению концентрации атомов паров и газов на сечение соответствующего взаимодействия, должны быть много больше, чем путь, проходимый ионами. Типичные значения сечений рассеяния ионов и возбуждения ими электронов при энергиях порядка единиц – десятков килоэлектрон-вольт составляют 10^{-16} – 10^{-17} см⁻². В этом случае при длине пути ионов порядка 1 м вакуум в установке должен быть лучше 10^{-2} Па. Кроме таких эффектов, возможно явление перезарядки ионов. Оно сводится к тому, что движущийся ион захватывает электрон у атома, с которым он взаимодействует, и продолжает движение уже в нейтральном состоянии. Если в дальнейшем ионный пучок с помощью электростатических отклоняющих пластин развернуть в растр для однородного облучения достаточно большой поверхности, то можно существенно нарушить однородность в месте, куда попадают нейтрализовавшиеся ионы, поскольку электрическое поле на них не действует. Так, например, при развертке ионного пучка диаметром 1 см на площадь 10×10 см и нейтрализации только 1 % всех ионов реальное значение дозы в центральной области раstra, куда попадает неотклонившийся пучок нейтрализовавшихся частиц, в два раза превышает дозу на остальных участках. Сечения перезарядки ионов могут достигать значений $\sim 10^{-15}$ см², поэтому нейтрализация ~ 1 % пучка будет происходить при длине его пути ~ 1 м уже при вакууме $\sim 10^{-3}$ Па. Следовательно, для устранения заметного влияния перезарядки ионов в подобных случаях требуется либо

существенно улучшать вакуум, либо выбирать такую геометрию установки, чтобы предотвратить попадание перезарядившихся ионов на облучаемую поверхность, либо осуществлять не электрическую развертку луча, а механическое сканирование образца. Заметим, что эффект перезарядки находит и полезное применение. С его помощью можно создавать пучки нейтральных ускоренных атомов, что используется, например, для ионного травления диэлектриков. В этом случае пучок ионов, ускоренных до необходимой энергии, пропускают через специальную камеру, заполненную газом при относительно высоком давлении, а затем с помощью отклоняющих пластин удаляют из пучка ионы, оставшиеся в заряженном состоянии. На рисунке 1.8 показано, что происходит в твердом теле при бомбардировке его ионами. Система «ион – твердое тело» обычно обладает запасом потенциальной энергии. Это связано с тем, что электроны в одной части такой системы (например, в твердом теле) энергетически находятся выше, чем свободные уровни в другой части (ионе). При сближении иона с поверхностью на расстояниях порядка атомных становится возможным переход электрона из твердого тела на нижележащие уровни иона. Высвободившаяся энергия может безызлучательным образом передаваться другому электрону твердого тела в результате оже-процесса.

Если второй электрон окажется на уровне выше вакуумного и направление его импульса будет благоприятным, то он выйдет в вакуум и будет наблюдаться эмиссия электронов, называемая потенциальной ионно-электронной. Очевидно, что энергетические спектры выходящих в вакуум электронов содержат информацию о плотности распределения энергетических состояний валентных электронов твердого тела в приповерхностных слоях образцов. Разработана методика извлечения такой информации из энергетических спектров. Данный метод исследования электронной структуры приповерхностных слоев твердых тел получил название ионно-нейтрализационной спектроскопии. Если на поверхности твердого тела адсорбированы атомы и молекулы, то, как и в случае электронного облучения, под действием ионной бомбардировки на поверхности могут протекать химические реакции.

Этот процесс идет из-за возбуждения электронных состояний атомов и молекул, возникновения свободных химических связей, разрушения адсорбированных соединений.

Проникнув внутрь твердого тела и двигаясь в нем, ионы теряют энергию и рассеиваются. При этом, как и электроны, ионы испытывают два различных типа соударений – упругие и неупругие. Упругими (ядерными) называют соударения, при которых энергия передается атомам твердого тела. Процесс торможения, связанный с упругими соударениями, имеет дискретный характер. В среднем в каждом таком соударении ион передает атому достаточно большую энергию, так как, в отличие от упругих соударений электронов и атомов, массы взаимодействующих частиц имеют один порядок. Упругие соударения ионов с атомами сопровождаются также сильным рассеянием первичных частиц. Неупругими (электронными) являются соударения, в которых энергия иона передается электронам. При каждом соударении передается относительно малая энергия, и торможение в этом случае можно рассматривать как квазинепрерывный процесс. Неупругие потери не сопровождаются заметным рассеянием первичных ионов, так как слишком велика разница масс взаимодействующих частиц. Каждый из двух типов соударений приводит к ряду явлений, возникающих в твердом теле при его облучении ионами. Рассмотрим эффекты, обусловленные неупругими соударениями и соответственно неупругими потерями энергии. Возбуждение электронов – это появление электронов на высоких ранее свободных энергетических уровнях и одновременно образование электронных вакансий на заполненных в условиях термодинамического равновесия более низких уровнях. В полупроводниках и диэлектриках в результате неупругих потерь энергии происходит генерация термически неравновесных носителей заряда – свободных электронов и дырок. Соответственно у полупроводников и диэлектриков, как и при электронном облучении, может наблюдаться увеличение их проводимости, т. е. явление радиационной проводимости под действием ионов. В общем случае кинетика и стационарное значение радиационной проводимости определяются эффективностью и распределением по глубине генерируемых носителей, а также па-

раметрами, определяющими их рекомбинацию: коэффициентом диффузии, сечениями захвата на уровне прилипания и рекомбинации, скоростью поверхностной рекомбинации и др. Измеряя радиационную проводимость, можно получить сведения о всех этих величинах. Однако для технологических целей такой метод не удобен из-за образования радиационных дефектов, которое сопровождается генерацией носителей. Радиационные дефекты даже при небольшом их количестве могут существенным образом менять набор энергетических уровней в запрещенной зоне полупроводников и диэлектриков, значения подвижностей и соответственно коэффициенты диффузии носителей заряда. Если в результате возбуждения ионами и последующих переходов между энергетическими уровнями часть электронов, находящихся в приповерхностном слое толщиной, равной глубине выхода (~ 1 нм), оказывается на уровнях выше вакуумного и они имеют благоприятные направления импульсов, то такие электроны могут преодолеть потенциальный барьер на границе «твердое тело – вакуум» и выйти наружу. То есть будет наблюдаться эмиссия электронов, возникающих в результате неупругих потерь ионами кинетической энергии. Это явление получило название кинетической ионно-электронной эмиссии. С точки зрения технологии, а именно для измерения примесного состава и характера химических связей в образце наибольший интерес представляют особенности, наблюдаемые в распределениях по энергиям электронов, выходящих в вакуум в результате такой эмиссии. Появление пиков в спектрах связано с существованием электронов, не испытавших при выходе потерь энергии и получивших энергию в результате оже-процессов при заполнении низких свободных уровней вышележащими электронами. Аналогично тому как это делается при электронной оже-спектроскопии, измерение высоты и энергетического положения этих пиков можно использовать для получения информации при ионной оже-спектроскопии. В определенных условиях ионная оже-спектроскопия может успешно конкурировать с электронной или дополнять ее. При релаксации возбуждения электронной подсистемы твердого тела, вызванного неупругими соударениями атомных частиц, энергия может выделяться и в

виде квантов излучения. В этом случае будет наблюдаться свечение, называемое ионолюминесценцией. Как и для катодолюминесценции, в зависимости от взаимного расположения уровней, между которыми осуществляется переход, длина волны этого свечения может лежать в инфракрасной, видимой или ультрафиолетовой области. При образовании глубоких электронных вакансий, как это имеет место, например, при облучении быстрыми протонами, можно наблюдать характеристическое рентгеновское излучение. Спектр излучения в области больших длин волн несет информацию о зонной структуре исследуемого объекта, положении примесных уровней и уровней дефектов, об их концентрациях, экситонных состояниях, энергиях фононов и т. д. Регистрируя спектры характеристического рентгеновского излучения, можно получать сведения об элементном составе мишени. Попутно отметим, что при проникновении ионов в твердое тело, как и в случае электронной бомбардировки, возникают другие виды излучения, непосредственно не связанные с электронным торможением. Это переходное и тормозное излучения. Такие виды излучения имеют заметную интенсивность только при больших скоростях заряженных частиц, т. е. при энергиях, значительно больших, чем в случае электронной бомбардировки, так как масса иона на несколько порядков больше массы электрона. Изменение зарядового состояния примесных атомов, дефектов кристаллической решетки и собственных атомов твердого тела в результате прямой ионизации или захвата неравновесных носителей может повлиять на их взаимодействие с окружающей решеткой. Это в свою очередь приведет к изменению энергий активации ряда процессов. Так, могут увеличиваться или уменьшаться коэффициенты диффузии примесей или дефектов. Заметим, что эффект увеличения диффузии примеси при заданной температуре в результате воздействия какого-либо вида излучения (в нашем случае ионов) называется радиационно-стимулированной диффузией. Возможно также изменение скорости распада (отжига) сложных дефектов, возникших в результате объединения нескольких точечных. В частности, дефекты, являющиеся устойчивыми при температуре облучения, могут исчезать в результате снижения энергии активации их отжига или

в результате передачи им энергии от возбужденной электронной подсистемы, т. е. неупругие соударения будут приводить при определенных условиях к радиационно-стимулированному отжигу дефектов. Напротив, в результате неупругих соударений в некоторых случаях возможно смещение из равновесных положений атомов решетки и образование радиационных дефектов. Наконец, перечисленные процессы могут привести к тому, что начнутся химические реакции в облучаемом объеме, невозможные в равновесных условиях при данной температуре. Естественно, что все рассмотренные эффекты имеют прикладное значение и могут быть использованы или, по крайней мере, должны учитываться при разработке и проведении соответствующих технологических операций. Обратимся теперь к процессам, которые происходят в твердом теле из-за упругих соударений ионов с атомами вещества. Как уже говорилось, упругие взаимодействия могут приводить к существенному изменению направления движения первичной частицы. При этом ион может вновь выйти в вакуум, т. е. произойдет отражение ионов от твердого тела. Такой ион может сохранить свое зарядовое состояние, а может изменить его, превратившись, например, в нейтральную частицу. В большинстве случаев, когда энергия первичного иона во много раз превосходит энергию связи атомов в твердом теле, соударения иона с атомами можно рассматривать как парные. Это значит, что энергия и импульс перераспределяются между ионом и атомом так, как будто последний свободен, т. е. не связан с решеткой. Энергия иона, рассеянного на заданный угол в парном столкновении, если его масса меньше массы рассеивающего атома, однозначно определяется их массами и начальной энергией. Если проводить измерения распределения по энергиям ионов, отраженных в определенном направлении в результате однократного рассеяния, то можно определить элементный состав зондируемого объекта. Метод обратного рассеяния медленных ионов позволяет определять сорт атомов, находящихся на поверхности, а метод обратного рассеяния быстрых ионов – распределение атомов различных сортов по глубине.

Атомы вещества, получая в результате упругих соударений энергию от первичного иона, смещаются из положений

равновесия. Если энергия такого атома окажется больше энергии связи его в узле кристаллической решетки, то он покинет этот узел. В результате образуются свободный узел – вакансия, и атом в междоузлии, т. е. упругие взаимодействия приводят к нарушению кристаллической структуры, другими словами, к образованию радиационных дефектов. Простейшие дефекты, двигаясь по кристаллу, могут объединяться между собой и с примесями в более сложные комплексы дефектов, или, наоборот, исчезать на различных стоках, или комбинировать между собой. Сложные дефекты могут возникать и непосредственно в процессе взаимодействия иона с твердым телом, если происходит практически одновременное смещение большого числа атомов в малой области кристалла, т. е. при больших упругих потерях энергии на единицу длины траектории иона.

Генерация радиационных дефектов в результате упругих соударений иона весьма эффективный процесс и, в отличие от образования радиационных дефектов при неупругих соударениях, что возможно только в некоторых достаточно «экзотичных» случаях, протекает всегда, когда есть упругие потери и атомам передается энергия ~ 10 эВ. Конечно, не всегда образующиеся дефекты устойчивы при температуре облучения и хранения образца, поэтому не во всех случаях их можно обнаружить после бомбардировки ионами. Однако если нарушения некоторых типов будут сохраняться, то их наличие существенно изменит различные свойства твердого тела: электрические, магнитные, оптические, химические, механические. Из-за образования дефектов возможны и фазовые переходы, типичным примером которых является переход полупроводниковых образцов под воздействием ионной бомбардировки из кристаллического в аморфное состояние. Наличие подвижных точечных дефектов с концентрациями, существенно превышающими равновесные, изменяет характеристики диффузии примесей и, в частности, может приводить к радиационно-стимулированной диффузии. Взаимодействуя со сложными комплексами, точечные дефекты могут ускорять их отжиг, восстанавливать кристалличность аморфных слоев при температурах, меньших, чем при термическом отжиге. Иными словами, упругие процессы

могут при определенных условиях вызывать радиационно-стимулированный отжиг. Смещение атомов из положения равновесия и, как следствие, разрыв связей в сложных соединениях могут приводить к изменению их химической структуры и вызывать протекание в них химических реакций. Таким образом, возникновение радиационных дефектов при ионной бомбардировке, с одной стороны, дает мощное средство для контролируемого управления свойствами приповерхностных слоев твердых тел, с другой стороны, оно должно всегда учитываться при проведении с помощью ионных пучков тех или иных технологических операций или анализа.

Атомы или группы атомов в приповерхностном слое толщиной порядка 1 нм, получившие достаточно сильный импульс в направлении границы «твердое тело – вакуум», могут выйти из мишени, в результате чего произойдет распыление вещества. Вылетающие при распылении атомы и целые куски вещества (кластеры), которые содержат десятки атомов, могут находиться в нейтральном, возбужденном или заряженном состоянии. Заряд может быть как положительным, так и отрицательным и равным не только одному, но и нескольким зарядам электрона. Явление катодного распыления широко используют в технологии. Оно находит применение для контролируемого удаления вещества с определенных участков образца (ионное травление). Распыленное вещество можно осадить на подложки и осуществить таким образом напыление тонких пленок. Анализируя распыленные частицы по массам, можно судить о составе мишени (вторичная ионная масс-спектрометрия). Атомы, группы атомов и ионы, вылетевшие в возбужденном состоянии в вакуум, могут переходить в невозбужденное состояние, испуская кванты света. Это явление, в отличие от ионолюминесценции, при которой свечение вызывается переходами электронов внутри твердого тела, называется ионно-фотонной эмиссией. Так как испускаемое свечение определяется структурой энергетических уровней вылетающих частиц, которая зависит от их сорта, то анализ спектров ионно-фотонной эмиссии дает возможность устанавливать состав приповерхностных слоев исследуемого образца.

Если энергия, переданная атому при упругом столкновении, оказывается меньше энергии, необходимой для выбивания его из узла, то атом начинает колебаться около положения равновесия, растрачивая энергию на нагрев окружающей решетки. В конечном итоге в теплоту переходит и значительная часть энергии, переданной смещенным атомам. В результате электрон-фононных взаимодействий почти вся энергия, растроченная при неупругих столкновениях, также превращается в тепловую. Исключение составляет лишь энергия, унесенная из образца вторичными частицами. Таким образом, как правило, более 90 % всей внесенной ионами в твердое тело энергии превращается в теплоту, что, естественно, приводит к нагреву образца. Нагрев образца и все последующие процессы, которые могут возникнуть при достаточной мощности, выделяемой на единицу поверхности мишени (плавление, испарение вещества мишени, термоэмиссия электронов, термоизлучение и др.), ничем не отличаются от подобных процессов, происходящих при бомбардировке вещества электронами. При проведении технологических операций, очевидно, следует учитывать возможное влияние упомянутых процессов на получаемый результат, однако непосредственно в вакуумной ионной технологии они, как правило, не используются, так как не выдерживают конкуренции с нагревом электронными пучками, получение которых значительно проще.

Теряя энергию при электронных и ядерных взаимодействиях, ионы замедляются и, наконец, останавливаются внутри облучаемого образца. Так появляются внедренные ионы. Независимо от вещества мишени в нее можно внедрить атомы любых элементов таблицы Менделеева. Эта уникальная возможность широко используется. Соответствующая технологическая операция получила название ионного легирования или имплантации ионов. Изменяя примесный состав образцов с помощью ионного легирования, можно существенно изменять их свойства: электрические, химические, оптические, механические, эмиссионные. Так как имплантация ионов процесс термодинамически неравновесный, то можно создавать сплавы и соединения, которые принципиально нельзя получать традиционными методами, а также достигать концен-

траций внедренной примеси, существенно превышающих предел растворимости данной примеси в веществе мишени. Естественно, что при благоприятных условиях внедренные ионы также могут вступать в химические реакции с веществом мишени. Это возможно как в процессе облучения, так и при последующей технологической обработке. Если облучаемый образец тоньше, чем максимальная глубина внедрения ионов, то со стороны образца, противоположной облучаемой, будут появляться прошедшие ионы, которые могут находиться в различных зарядовых состояниях. В этом случае на обратной стороне происходят те же процессы, что и на лицевой, за исключением отражения ионов (на рисунке 1.8 прошедшие ионы и процессы, с ними связанные, не показаны). Эффективность протекания этих процессов на обратной стороне будет другой из-за изменения энергии и углового распределения прошедших ионов по сравнению с первичными. Однако в технологии прохождения ионов насквозь через образец – ситуация весьма редкая, поскольку глубины, на которые проникают ионы, если их энергия не превосходит 100 кэВ, не превышают, как правило, десятков – сотен нанометров.

Дополнительные особенности во взаимодействии ионов с веществом появляются, когда бомбардируется твердое тело в виде монокристалла. Если в этом случае пучок ионов направлять под малыми углами к цепочкам атомов или к атомным плоскостям, то возникает явление, называемое каналированием. Ионы при движении «чувствуют» не отдельные атомы, а плоскости или цепочки как целые, поэтому близкие взаимодействия каналируемых ионов с атомами, находящимися в узлах кристаллической решетки, оказываются невозможными. Соответственно изменяются как абсолютные значения, так и относительный вклад различных типов потерь в торможение. Анизотропия кристалла влияет также на распределение вторичных и отраженных частиц по углам выхода. Все это позволяет использовать большинство описанных явлений, чувствительных к соотношению упругих и неупругих потерь, а также связанных с близкими взаимодействиями ионов с атомами, для определения степени совершенства кристаллической структуры образцов, их кристаллографической ориентации. В тех

методах, где можно выделить сигнал, создаваемый в результате взаимодействия первичных ионов с определенным сортом атомов (рассеяние быстрых ионов, ионная оже-спектроскопия, регистрация характеристического рентгеновского излучения), возможно определение локализации примесных атомов в элементарной ячейке кристаллической решетки.

Эффекты, вызванные анизотропностью монокристаллов, должны приниматься во внимание и использоваться во всех процессах, связанных с направленным изменением свойств вещества (распыление, создание радиационных нарушений, ионное легирование и т. п.). Таким образом, краткое рассмотрение процессов, происходящих при взаимодействии ускоренных ионов с веществом, показывает, что технологические возможности ионных пучков весьма велики. В тех же случаях, когда для технологических целей используют результаты упругих взаимодействий ионов с атомами вещества, а также внедрение ионов, ионные пучки становятся уникальным инструментом для изменения и контроля свойств твердых тел. Основные достоинства ионной технологии практически совпадают с достоинствами электронной. К ним относятся:

- 1) универсальность;
- 2) легкость управления ионными пучками;
- 3) возможность полной автоматизации;
- 4) высокая чистота при протекании всех процессов.

Кроме того, существенной является возможность создания неравновесных метастабильных систем.

Ионная технология в настоящее время не только широко используется, но и бурно развивается. Большинство перечисленных приложений далеко не исчерпало всех возможностей ионной технологии, ряд из них находится на самой начальной стадии становления, и можно с уверенностью полагать, что дальнейшее развитие физики взаимодействия ускоренных ионов с веществом открывает новые перспективы.

Естественно, что использование электронных и ионных пучков в качестве технологического инструмента для изменения и контроля свойств объектов имеет и недостатки. К ним в первую

очередь следует отнести: относительную сложность и высокую стоимость оборудования, а соответственно более высокие требования к квалификации обслуживающего персонала; недостаточную изученность физических процессов, происходящих при взаимодействии ионов и электронов с веществом. Первый недостаток всегда присущ переходу к новой, более современной технике. Можно представить, каких дополнительных затрат времени и труда наших далеких предков потребовал переход от обычной палки к каменному, а затем и бронзовому топору, но зато как расширились их технологические возможности. Второй недостаток, несомненно, будет преодолен с развитием науки.

2 ФИЗИЧЕСКИЕ ПРИНЦИПЫ РАБОТЫ ПУЧКОВОГО И ПЛАЗМЕННОГО ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ

2.1 Понятие вакуума

Вакуумом называют состояние газа, при котором характерная длина свободного пробега молекул в газе λ сравнима по порядку величины с характерным линейным размером сосуда d , в котором находится газ. Для воздуха при нормальных условиях (давление $p = 10^5$ Па, температура $T = 273,15$ К) длина свободного пробега $\lambda \sim 10^{-5}$ см, откуда видно, что воздух в жилых помещениях не находится в состоянии вакуума. В технике вакуумом называют состояние газа, при котором его давление меньше атмосферного. По величине давления принято разделять вакуум на несколько степеней – средний, низкий, высокий и сверхвысокий.

В вакуумной технике давление традиционно измеряют в миллиметрах ртутного столба, или торрах: 1 мм рт. ст. = 1 торр. В Международной системе единиц (СИ) единицей измерения давления является паскаль. На практике используются также внесистемные единицы – миллибар, атмосфера и др. Перевод одних единиц измерения в другие представлен в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Соответствие между единицами измерения давления

Единица измерения	мм рт. ст. (торр)	паскаль (Па)	дин·см ⁻²	бар	атмосфера (стандартная)
1 торр	1	$1,332 \cdot 10^2$	$1,332 \cdot 10^{-3}$	$1,332 \cdot 10^{-3}$	$1,3158 \cdot 10^2$
1 паскаль	$7,5 \cdot 10^{-3}$	1	10	$1,0 \cdot 10^{-5}$	$9,8692 \cdot 10^{-6}$
1 дин·см ⁻²	$7,5 \cdot 10^{-4}$	0,1	1	1	$9,8692 \cdot 10^{-7}$
1 бар	$7,5 \cdot 10^2$	$1,0 \cdot 10^5$	1	1	9,8692
1 атмосфера (стандартная)	760	$1,0133 \cdot 10^5$	$1,0133 \cdot 10^6$	1,0133	1

Низкий и средний вакуум характеризуется большим количеством молекул, сосредоточенных в объеме вакуумной камеры. Относительное число молекул, покрывающих стенки камеры, очень мало. При откачке камеры до такого уровня вакуума в первую очередь обеспечивается удаление молекул газа из объема. В условиях низкого вакуума средняя длина свободного пробега молекул газа значительно меньше характерного линейного размера вакуумной камеры. Диапазон давлений, соответствующих низкому вакууму, находится в пределах от 10^5 до 100 Па. Средний вакуум характеризуется давлением газа от 100 до 0,1 Па. При таких давлениях средняя длина свободного пробега молекул соизмерима с характерным линейным размером вакуумной камеры.

В условиях высокого вакуума средняя длина свободного пробега молекул газа равна или превышает размеры вакуумной камеры. Молекул газа в объеме мало и основная их часть располагается на стенках камеры. Молекулы движутся, практически не сталкиваясь друг с другом. Откачка заключается в удалении отдельных молекул с поверхностей камеры. Высокий вакуум характеризуется диапазоном давлений от 10^{-3} до 10^{-7} мм рт. ст. и широко используется для нанесения вакуумных покрытий, обработки поверхностей и модификации.

Сверхвысокий вакуум соответствует давлению, при котором время формирования мономолекулярного слоя адсорбированного газа на поверхностях вакуумной камеры равно или превышает время рабочего процесса. В таком вакууме можно производить подготовку и определение свойств чистых поверхностей перед формированием слоя адсорбированного газа. Диапазон давлений сверхвысокого вакуума составляет от 10^{-7} до 10^{-15} мм рт. ст.

2.2 Физические принципы вакуумной откачки

2.2.1 Общие сведения

Процесс удаления газов из какого-либо герметичного объема с помощью вакуумных насосов называется откачкой. Совокупность элементов (вакуумпроводы, насосы, краны и т. п.),

используемых при откачке газа из герметичного объема, называется вакуумной системой. Схема простейшей вакуумной системы представлена на рисунке 2.1. Она состоит из откачиваемого объема 1, вакуум-провода 2, манометров 3, вакуумного клапана 5 и насоса 4. Будем полагать, что в вакуумной системе газ не натекает и внутри нее нет газовыделения, а температура газа постоянная.

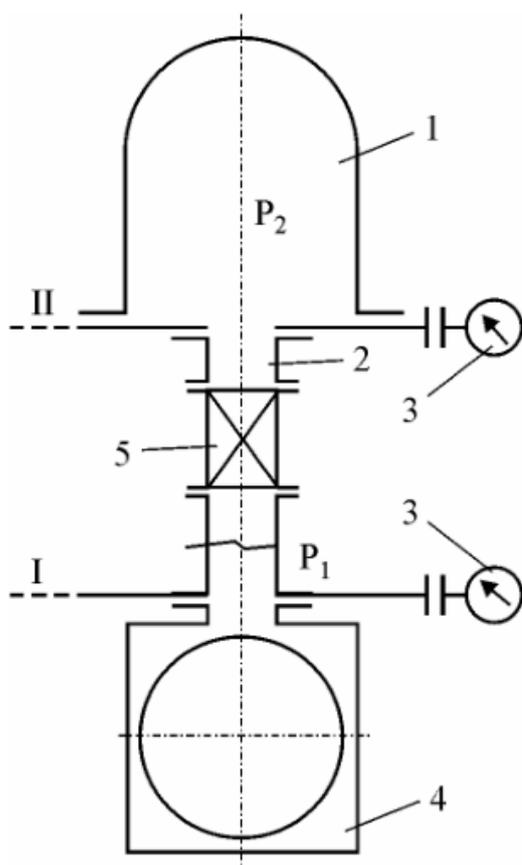


Рисунок 2.1 – Схема простейшей вакуумной системы

До включения насоса давление P во всех элементах вакуумной системы одинаково и равно атмосферному. После включения вакуумного насоса газы из откачиваемого объема начинают перемещаться в сторону насоса. Это обусловлено способностью вакуумного насоса выбрасывать находящийся в нем газ в атмосферу. На место выброшенной порции газа из трубопровода вследствие теплового движения поступает новая порция газа. Процесс откачки сопровождается непрерывным уменьшением количества газа в откачиваемом объеме. По закону Бойля – Мариотта уменьшение

количества газа ведет к понижению его давления в вакуумной системе, так как объем V и температура T постоянны. При этом давление P_2 у входа в насос падает быстрее, чем давление P_1 в откачиваемом объеме, т. е. создается разность давлений $P_1 - P_2$, которая обусловлена тем, что трубопровод оказывает сопротивление проходящему по нему газу.

Величину $P_1 - P_2$ принято называть движущей разностью давлений.

Процесс откачки газов из любого объема характеризуется следующими параметрами: потоком газа, быстротой откачки, сопротивлением или пропускной способностью трубопровода, временем откачки.

Для определения основных понятий воспользуемся стационарным процессом откачки. Стационарный процесс откачки вакуумной системы характеризуется тем, что давление в любой точке системы остается неизменным во времени, а уменьшение количества газа в системе в процессе откачки компенсируется натеканием извне или газоотделением внутренних поверхностей самой системы.

В реальных условиях чаще всего приходится иметь дело с нестационарным процессом откачки, когда давление в системе изменяется во времени. В этом случае пользуются понятием квазистационарного процесса откачки, который характеризуется тем, что процесс откачки, нестационарный для всей вакуумной системы в целом, для отдельных ее частей мало отличается от стационарного.

2.2.2 Поток газа

Количество газа, проходящее в единицу времени через поперечное сечение вакуумного трубопровода, называется потоком газа Q и рассчитывается по формуле

$$Q = \frac{PV}{t}, \quad (2.1)$$

где P – давление, Па; V – объем, м³; t – время, с.

2.2.3 Быстрота откачки, быстрота действия насоса

В связи с различием в быстроте понижения давления в откачиваемом объеме P_1 и у входа в насос P_2 вводится понятие быстроты откачки объекта S_0 и быстроты откачивающего действия насоса S_H . Быстротой откачки объекта S_0 называется объем газа, поступающий в единицу времени из откачиваемого объекта в трубопровод при давлении P_1 в этом объекте.

Так как быстрота откачки объекта с изменением давления, вообще говоря, меняется, то ее значение приходится относить к определенному моменту времени. Поэтому для определения параметра S_0 надо брать бесконечно малый промежуток времени dt , в течение которого из откачиваемого объекта в трубопровод входит бесконечно малый объем газа dV_0 . Следовательно, $S_0 = \frac{dV_0}{dt}$ при данном давлении в объекте (P_1).

Быстротой действия вакуумного насоса S_H при данном вакуумном давлении (P_2) называется объем газа, поступающий в работающий насос в единицу времени при этом давлении.

Так как параметр S_H с изменением давления также изменяется, то и для его определения надо брать бесконечно малый промежуток времени dt , в течение которого в насос входит бесконечно малый объем газа dV_H , измеряемый при выпускном давлении P_2 . Следовательно, $S_H = \frac{dV_H}{dt}$ при выпускном давлении (P_2).

По аналогии с величинами S_0 и S_H быстрота действия вакуумной системы в любом сечении трубопровода рассчитывается как $S = \frac{dV}{dt}$ при давлении P в этом сечении; причем dV является объемом газа, проходящим через сечение вакуумного трубопровода за промежуток dt и измеряемым при том же давлении.

Связь между потоком Q и быстротой откачки S определяется условием неразрывности потока: $Q = P_1 S_0 = P_2 S_H$.

2.2.4 Сопротивление и пропускная способность трубопровода

Как уже отмечалось, движущая разность давлений $P_1 - P_2$ возникает из-за того, что трубопровод оказывает сопротивление потоку газа. Это сопротивление можно уподобить сопротивлению проводника электрическому току и аналогично закону Ома записать

$$Q = \frac{P_1 - P_2}{Z} = U(P_1 - P_2), \quad (2.2)$$

где Z – сопротивление трубопровода потоку газа; U – проводимость трубопровода.

Проводимость трубопровода (или другого элемента вакуумной системы) U является коэффициентом пропорциональности между потоком и разностью давлений и численно равна количеству газа, протекающему через элемент в единицу времени, при разности давлений на концах элемента, равной единице: $U = \frac{1}{Z}$.

По аналогии с электрическими цепями при определении суммарной проводимости элементов вакуумной системы, соединенных последовательно или параллельно, пользуются выражениями

$$\frac{1}{U_{\text{посл}}} = \sum_{i=1}^N \frac{1}{U_i}, \quad U_{\text{парал.}} = \sum_{i=1}^N U_i, \quad (2.3)$$

где N – общее число элементов.

Проводимость элемента вакуумной системы зависит от степени вакуума, при котором происходит течение газа. В процессе откачки вакуумной системы от атмосферного давления до высокого вакуума различают три основных режима течения газа: 1) турбулентный; 2) вязкостный; 3) молекулярный.

Кроме того, существуют переходные режимы течения газа: турбулентно-вязкостный и молекулярно-вязкостный.

Турбулентный и турбулентно-вязкостный режимы течения газа наблюдаются в основном в момент запуска вакуумного насоса и поэтому в вакуумной технике не имеют большого практического значения.

Вязкостный режим течения газа характерен для условий низкого вакуума, когда $\lambda \ll d$. При этом поток газа разделяется на параллельные слои, скользящие один по другому с различными скоростями.

Проводимость ($\text{м}^3/\text{с}$) трубопровода круглого сечения для вязкостного режима течения газа

$$U_{\text{в}} = \frac{\pi d^4}{12\eta l} \frac{P_1 + P_2}{2}, \quad (2.4)$$

где η – коэффициент динамической вязкости газа, $\text{Па}\cdot\text{с}$; d – диаметр трубопровода, м; l – длина трубопровода, м; P_1, P_2 – давление на концах трубопровода, Па.

Поскольку вязкость газа η с увеличением температуры возрастает, проводимость $U_{\text{в}}$ при этом уменьшается.

Молекулярный режим течения газа наблюдается в условиях высокого вакуума, когда $\lambda \gg d$. При этом газ уже нельзя рассматривать как сплошную среду. Каждая молекула совершает тепловое движение независимо от наличия других молекул, наталкиваясь только на стенки трубопровода, т. е. молекулы газа с одинаковой вероятностью движутся как в сторону насоса, так и в противоположную сторону. Снижение давления и его перепад получаются по той причине, что часть молекул, попадающая в насос, выбрасывается в атмосферу.

Для молекулярного режима течения газа в трубопроводе круглого сечения проводимость ($\text{м}^3/\text{с}$)

$$U_{\text{м}} = 38,2 \sqrt{\frac{T}{M}} \frac{d^3}{l}, \quad (2.5)$$

где T – температура, К; M – молекулярная масса; d – диаметр трубопровода, м; l – его длина, м.

При молекулярном режиме течения газа проводимость трубопровода $U_{\text{м}}$ прямо пропорциональна d^3 и обратно пропорциональна l , а также прямо пропорциональна скорости теплового

движения молекул газа $\sqrt{\frac{T}{M}}$.

Молекулярно-вязкостный режим устанавливается в условиях, близких к среднему вакууму, когда $\lambda \cong d$. В этом случае на течение газа одновременно оказывают влияние внутреннее трение и молекулярный перенос.

Для молекулярно-вязкостного режима течения газа проводимость $U_{\text{м-в}}$ может быть выражена формулой

$$U_{\text{м-в}} = U_{\text{в}} + U_{\text{м}} b, \quad (2.6)$$

т. е. при молекулярно-вязкостном режиме проводимость $U_{\text{м-в}}$ трубопровода складывается из проводимостей $U_{\text{в}}$ и $U_{\text{м}}$ с поправкой в виде множителя b .

Для длинного трубопровода круглого сечения значение b записывается в виде следующего эмпирического выражения (в СИ):

$$b = \frac{1 + 1,1 \cdot 10^{-2} \sqrt{\frac{T}{M}} \frac{d(P_1 + P_2)}{2\eta}}{1 + 1,36 \cdot 10^{-2} \sqrt{\frac{T}{M}} \frac{d(P_1 + P_2)}{2\eta}}. \quad (2.7)$$

При определении режима течения газа в трубопроводе для практических расчетов пользуются различными критериями. Например, переход от вязкостного режима течения газа к молекулярному определяется произведением среднего давления в трубопроводе $P_{\text{ср}}$ на его диаметр d . При этом если $P_{\text{ср}} d > 66,5$ Па·см, то поток газа вязкостный; $P_{\text{ср}} d < 2$ Па·см, то поток газа молекулярный.

При промежуточных значениях $P_{\text{ср}} d$ поток молекулярно-вязкостный.

Среднее давление в трубопроводе рассчитывается по формуле

$$P_{\text{ср}} = \frac{P_1 + P_2}{2},$$

где P_1 и P_2 – давления на концах трубопровода.

Произведение $P_{\text{ср}} d$ можно выразить и через λ .

Если $\lambda \leq 5,8 \cdot 10^{-2} d$, то поток газа вязкостный; $\lambda \geq 1,88d$ – молекулярный.

При промежуточных значениях λ поток молекулярно-вязкостный.

2.2.5 Проводимость отверстия в стенке

В молекулярном режиме проводимость отверстия радиусом R определяется средним числом молекул, сталкивающихся со стенкой:

$$v = v_2 - v_1 = \frac{1}{4} n_2 v - \frac{1}{4} n_1 v = \frac{1}{4} \frac{v}{kT} (P_2 - P_1); \quad (2.8)$$

с другой стороны:

$$v = \frac{1}{A} \left(\frac{dN_2}{dt} - \frac{dN_1}{dt} \right) = \frac{1}{A} \left(\frac{d(n_2 V)}{dt} - \frac{d(n_1 V)}{dt} \right) = \frac{1}{AkT} (P_2 - P_1) U_{\text{отв}}, \quad (2.9)$$

где v – число молекул, пролетающих через единицу площади отверстия за единицу времени; A – площадь отверстия; n – концентрация молекул; v – их средняя скорость; T – температура газа; k – постоянная Больцмана; индексы 2, 1 относятся к потокам молекул по разные стороны отверстия.

Из уравнений (2.8) и (2.9) получим выражение для проводимости отверстия:

$$U_{\text{отв}} = \frac{1}{4} A v = \frac{1}{4} \pi R^2 \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}} \sim R^2 \sqrt{\frac{T}{m}},$$

где R – радиус отверстия; m – масса молекулы газа.

2.2.6 Основное уравнение вакуумной техники

Для реальной вакуумной системы наибольший интерес представляет величина быстроты откачки объекта S_0 , которая на практике чаще называется эффективной скоростью откачки $S_э$, т. е. $S_0 = S_э$.

Эффективная скорость откачки S_3 – это скорость, с которой насос, обладающий быстротой откачивающего действия S_H , откачивает заданный объем через элементы вакуумной системы с суммарной пропускной способностью U .

Соотношение между параметрами S_3 , S_H и U выводится из условия неразрывности потока Q .

Путем преобразований уравнения вида $Q = S_H P_2 = S_3 P_1 = U(P_1 - P_2)$ получим

$$S_3 = U \frac{P_1 - P_2}{P_1}; \quad S_H = U \frac{P_1 - P_2}{P_2}.$$

Можем записать $\frac{1}{S_3} = \frac{1}{U} \frac{P_1}{P_1 - P_2}$; $\frac{1}{S_H} = \frac{1}{U} \frac{P_2}{P_1 - P_2}$.

Вычитая из первого уравнения второе, находим

$$\frac{1}{S_3} - \frac{1}{S_H} = \frac{1}{U}, \text{ откуда } \frac{1}{S_3} = \frac{1}{S_H} + \frac{1}{U}, \text{ или } S_3 = \frac{S_H U}{S_H + U}.$$

Поскольку уравнением связываются основные параметры вакуумной системы, оно называется основным уравнением вакуумной техники.

Количественной характеристикой течи является натекание Q_H , измеряемое при отключенных средствах откачки:

$$Q_H = V \frac{P_K - P_H}{\Delta t}, \quad (2.10)$$

где d – замкнутый исследуемый объём; P_H , P_K – начальное и конечное давление в объеме; Δt – время между измерениями давления. При наличии течей, нормальной работе средств откачки и отсутствии в системе источников паров или газов зависимость потока газа через течь от времени $Q_H(t)$ носит, как правило, линейный характер.

Для заданного давления P_1 в замкнутом исследуемом объёме допустимым считается натекание

$$Q_H \ll Q = P_1 S_0 = P_1 \frac{S_H U}{S_H + U}. \quad (2.11)$$

Объём при этом считается достаточно герметичным для поставленных задач.

На пропускную способность вакуумпровода существенно влияет режим течения газа, который характеризуется числом Кнудсена, равным отношению длины свободного пробега молекул в газе к характерному линейному размеру течения:

$$\text{Kn} = \frac{\lambda}{d}.$$

Данная величина характеризует степень разреженности газового потока.

В гидродинамическом (вязкостном) режиме течения ($\text{Kn} \ll 1$) различают ламинарные и турбулентные потоки. При ламинарном течении молекулы газа движутся по параллельным траекториям со скоростями, мало отличающимися друг от друга. При турбулентном течении наряду с поступательным движением всей массы газа молекулы движутся хаотически со скоростями, подвергающимися случайным изменениям.

В молекулярном (кнудсеновском) режиме ($\text{Kn} \gg 1$) течение газа сводится к независимому движению отдельных молекул по прямым линиям в периоды между соударениями, главным образом со стенками вакуумпровода.

В переходном режиме ($\text{Kn} \sim 1$) в системе могут существовать все описанные выше виды течения.

В разных режимах течения пропускная способность вакуумпровода имеет существенно различные зависимости от размера его поперечного сечения.

2.2.7 Время откачки

Время, в течение которого в вакуумной системе достигается заданное давление газа, определяется формулой

$$t = 2,3 \frac{V}{S_3} \ln \frac{P_1}{P_2}, \quad (2.12)$$

где t – время, необходимое для понижения давления в откачиваемом объеме V от P_1 до P_2 при данной эффективной скорости откачки S_3 .

Этим уравнением пользуются только в тех случаях, когда давление в вакуумной системе значительно выше предельного. Предельным давлением P_0 называется наименьшее давление, которое может быть достигнуто в вакуумной системе. Величину $S_э$ в уравнении (2.12) определяют как среднеарифметическое значение за рассматриваемый промежуток времени, так как в процессе откачки она изменяется.

Отношение $S_э/S_H$ характеризует коэффициент использования насоса K_H . Вводя в основное уравнение вакуумной техники коэффициент K_H , получим два полезных соотношения:

$$K_H = \frac{U}{S_H + U}; \quad U = \frac{S_H K_H}{1 - K_H}. \quad (2.13)$$

На рисунке 2.2 приведена кривая, иллюстрирующая зависимость K_H от отношения $\frac{U}{S_H}$.

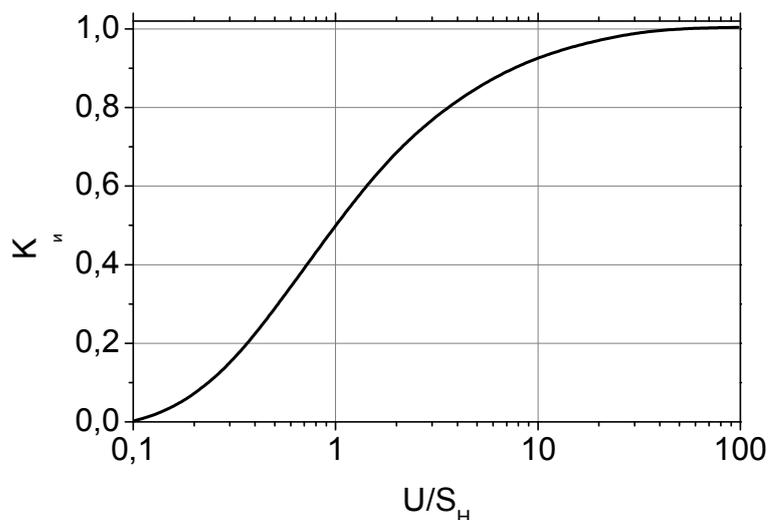


Рисунок 2.2 – Зависимость коэффициента использования насоса от отношения проводимости к скорости действия насоса

2.3 Средства получения вакуума

Существует множество различных типов вакуумных насосов, целесообразность использования которых варьируется в зависимости от условий получения и требуемой глубины вакуума.

Вакуумные насосы по назначению подразделяются на сверхвысоковакуумные, высоковакуумные, средневакуумные и низковакуумные, а в зависимости от принципа действия – на механические и физико-химические.

Основными параметрами любого вакуумного насоса являются быстрота действия, предельное давление, наименьшее рабочее давление, наибольшее давление запуска и наибольшее выпускное давление.

Предельное давление насоса $P_{пр}$ – это минимальное давление, которое может обеспечить насос, работая без откачиваемого объекта, т.е. сам на себя. Быстрота действия насоса при приближении к предельному давлению стремится к нулю. Предельное давление большинства вакуумных насосов определяется газовыделением материалов, из которых изготовлен насос, натеканием газов через зазоры и другими явлениями, возникающими в процессе откачки.

Наименьшее рабочее давление вакуумного насоса P_m – это минимальное давление, при котором насос длительное время сохраняет номинальную быстроту действия. Наименьшее рабочее давление примерно на порядок выше предельного. Использование насоса для работы при давлениях между предельным и наименьшим рабочим экономически неоправданно из-за ухудшения его удельных характеристик.

Наибольшее рабочее давление вакуумного насоса P_6 – это максимальное давление, при котором насос длительное время сохраняет номинальную быстроту действия. В рабочем диапазоне от наименьшего до наибольшего рабочего давления обеспечивается эффективное использование насоса. Рабочие диапазоны давлений вакуумных насосов в основном определяются их принципом действия и приближенно представлены в таблице 2.2.

Давление запуска вакуумного насоса P_3 – это максимальное давление во входном сечении насоса, при котором он может начать работу. Давление запуска обычно заметно превышает наибольшее рабочее давление. Для некоторых типов насосов, например магниторазрядных, это различие может достигать 2–3 порядков.

Таблица 2.2 – Диапазоны рабочих давлений механических вакуумных насосов

Тип насоса	Диапазон рабочих давлений, Па
Вращательный	$10^{-1} - 10^5$
Двухроторный	$10^{-3} - 10^1$
Диффузионный	$10^{-7} - 10^{-1}$
Молекулярный	$10^{-8} - 10^0$
Эжекторный	$10^{-1} - 10^5$

Перечисленные параметры вакуумных насосов показаны на основной характеристике вакуумного насоса – зависимости быстроты действия от его входного давления (рисунок 2.3).

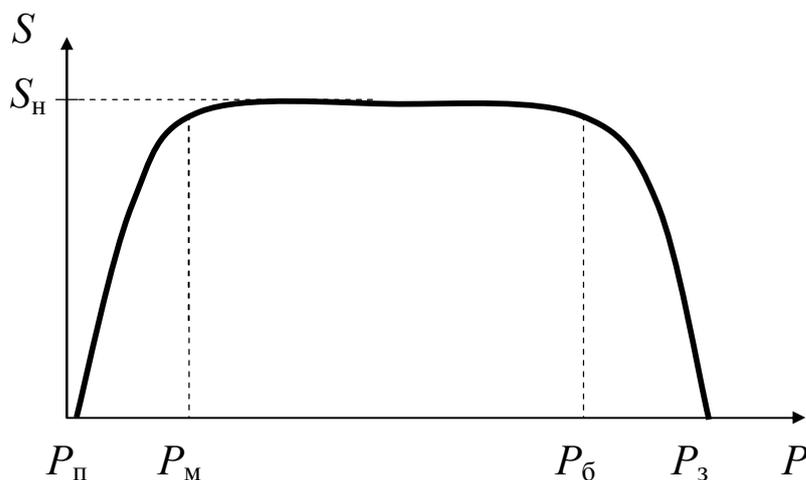


Рисунок 2.3 – Основные характеристики вакуумного насоса – зависимость быстроты действия от давления на входе в насос

Не все насосы способны начинать работу с атмосферного давления, и для таких насосов необходима предварительная откачка вакуумного объема до определенного впускного давления. Для правильного выбора и использования насосов необходимо знать и такие характеристики, как потребление энергии и охлаждающей воды, расход рабочей жидкости, вес, габариты, скорость вращения, уровень шума, вибраций и т. д., а также особенности поведения насосов в различных условиях их эксплуатации. Наиболее часто при выборе насосов и проектировании вакуумных систем учитывают:

- способность насоса откачивать не только воздух, но и другие газы и пары;
- устойчивость насоса к резким повышениям давления на впуске и выпуске и прорывам атмосферного воздуха;
- время, необходимое для запуска и остановки насоса;
- создаваемый насосом уровень загрязнения откачиваемой системы парами рабочей жидкости;
- состав остаточных газов.

2.4 Процессы на поверхности твёрдых тел

2.4.1 Физическая адсорбция

Законы взаимодействия молекул газа с поверхностью твердого тела лежат в основе вакуумной техники. Работа вакуумных насосов и откачка, перемещение газа по вакуумной системе, а также свойства разреженного газа – все это зависит от взаимодействия молекул газа с поверхностью твердых тел или жидкостей. Поверхностью материала, как правило, считается самый верхний слой атомов. Это может быть последний слой кристаллического материала или слой более сложного строения другого материала. При атмосферном давлении взаимодействие на границе раздела газовой и твердой фаз характеризуется кинетикой химической реакции, смачиваемостью при конденсации, диффузией и другими хорошо известными явлениями. По мере снижения давления газа уменьшается число молекул, вступающих во взаимодействие с поверхностью твердого материала. При снижении давления до определенной величины для описания столкновений молекул с поверхностью приходится использовать статистические законы. Именно в этот момент общепринятые газовые законы перестают действовать.

Когда поверхность материала находится в условиях сверхвысокого вакуума, молекулы газа стремятся «прилипнуть» к чистым поверхностям. Равновесие устанавливается на короткое время, поэтому явление полностью обратимо. Количество молекул, сталкивающихся с поверхностью при данном давлении и температуре, можно рассчитать на основе законов кинетической теории газов и

броуновского движения молекул. Рассмотрим упрощенную формулу основного газового закона для единицы объема $PV = MRT$. Тогда поток молекул, сталкивающихся с единицей площади поверхности ($\text{см}^2/\text{с}$), определяется следующим образом:

$$F = \frac{N_A P}{\sqrt{2\pi MRT}}, \quad (2.14)$$

где N_A – число Авогадро; M – молярная масса, г/моль; P – давление, мм рт. ст.; T – температура, К; R – универсальная газовая постоянная.

Это уравнение можно привести к виду

$$F = 3,51 \cdot 10^{22} \frac{P}{\sqrt{MT}}. \quad (2.15)$$

Поток молекул газа F , который вступает в соприкосновение с поверхностью, приблизительно составляет $0,5 \cdot 10^{22} p$ (мм рт. ст.) для воздуха. При 10^{-6} мм рт. ст. с поверхностью сталкивается $F \approx 10^{14}$ молекул/ $(\text{см}^2 \cdot \text{с})$.

Когда молекула газа ударяется о поверхность, она прилипает к ней. Если эта молекула не возвращается в газовое состояние, т. е. закрепляется на поверхности, то говорят, что она адсорбируется.

Адсорбция происходит вследствие того, что на молекулы газа оказывают влияние силы слабого межмолекулярного взаимодействия, которые заставляют молекулы группироваться на поверхности. Эти силы называются ван-дер-ваальсовыми. Их также называют дисперсными силами, которые имеют электрическую природу. В этом случае атомы стремятся сгруппироваться вместе под действием взаимной силы притяжения (ван-дер-ваальсовой силы, f) и, как было доказано де Буром, подчиняются следующей зависимости: $f \propto \frac{1}{d^3}$, где d – расстояние между взаимодействующими молекулами и поверхностью. Такая зависимость обеспечивается посредством взаимодействия распределенных зарядов и диполей.

В силу тепловых колебаний адсорбированные молекулы будут пребывать на поверхности в течение неограниченного времени в зависимости от энергии тепловых колебаний (температуры). Эта энергия называется теплотой адсорбции H_{ads} . Время адсорбции молекулы

$$\tau = \tau_0 \exp \frac{H_{\text{ads}}}{RT}, \quad (2.16)$$

где τ_0 – величина, находящаяся в пределах от 10^{-12} до 10^{-13} с.

Количество адсорбированных молекул на отдельном участке составляет (молекул/см²)

$$\theta \propto F\tau = N_{\text{av}} P \tau_0 \sqrt{2\pi MRT} \exp \frac{\Delta H_{\text{ads}}}{RT}. \quad (2.17)$$

Выражение (2.17) основано на допущении, что все молекулы, ударяющиеся об участок поверхности, к нему прилипают.

Многослойная адсорбция происходит во многих системах. Доказано существование этого явления при криогенных температурах. Молекулы, адсорбируемые при очень низких температурах (ниже 70 К), остаются подвижными и могут диффундировать в боковых направлениях. Коэффициент поверхностной диффузии определяется по формуле

$$D_s = a^2 \nu \exp \left(-\frac{E}{kT} \right), \quad (2.18)$$

где a – длина скачка молекулы ($\sim 3 \text{ \AA}$); ν – частота скачков ($\sim 10^{12}$ 1/с); E – энергия активации поверхностной диффузии.

2.4.2 Хемосорбция

Явление физической адсорбции имеет обратимый характер, т. е. при увеличении энергии молекулы газа могут вырваться из поверхностного слоя. С химической точки зрения этот процесс можно рассматривать как $A \leftrightarrow A^*$, где A^* – недиссоциированная адсорбированная молекула. Когда происходит хемосорбция, молекула A^* претерпевает однонаправленную реакцию и образует новую молекулу на поверхности. Для этого требуется определен-

ное количество энергии. Данный процесс характеризуется постоянной скоростью. Когда энергия связи между адсорбированной частицей и поверхностью большая, молекула или атом считаются химически адсорбированными на поверхности. Изотермы, как правило, не имеют большого значения для характеристики поверхности, поскольку важным является только поглощение молекул верхним мономолекулярным слоем.

Физически адсорбированные молекулы или атомы находятся в неглубокой потенциальной яме. Химически адсорбированные молекулы находятся в более глубокой потенциальной яме. Для того чтобы разорвать химическую связь, необходимо значительное количество дополнительной энергии.

2.4.3 Коэффициент прилипания

Коэффициент прилипания молекул при адсорбции S отражает вероятность взаимодействия молекулы газа с поверхностью. Он выражается как функция площади поверхности, покрытой молекулами, т. е. $S \approx f(1 - \theta)$, где θ – степень покрытия поверхности. Коэффициент S зависит от прочности связи между адсорбированным атомом и поверхностью. Он также зависит от строения поверхности и температуры (поверхности и газа), включая морфологию поверхности и структуру дефектов от атомного до макромасштаба.

При давлении 10^{-6} мм рт. ст. газ образует мономолекулярный слой на реактивной поверхности в течение приблизительно 1 с. Если остаточное давление газа равняется 10^{-10} мм рт. ст. и не происходят никакие другие процессы, через $\sim 10^4$ с на поверхности накапливается мономолекулярный слой адсорбированных молекул. Это позволяет в течение ~ 100 с сделать «чистые измерения».

2.4.4 Площадь поверхности

В общем случае поверхность материала рассматривается просто как площадь поверхности в силу физического размера предмета, т. е. как интеграл по x и y . На атомном уровне поверхности не являются плоскими. В сущности, даже монокристаллические

поверхности содержат многочисленные дефекты, в частности винтовые дислокации, которые создают атомные ступеньки. Шлифование кристаллической поверхности может привести к образованию нескольких ступеней. В результате увеличивается общая площадь поверхности. Другие ступени образуются в результате присутствия атомов, удерживаемых химическими связями, что вызвано, например, окислением поверхности. Эти неоднородные области могут иметь множество атомных слоев.

Механическая обработка создает макроскопические дефекты на поверхности материалов. Токарные станки прорезают канавки из-за несовершенства инструмента, подобное происходит и во многих других процессах. Некоторые дефекты могут иметь большое отношение ширины к глубине, т. е. представлять собой глубокие щели на поверхности. Многие канавки или метки механической обработки могут выступать в качестве капилляров.

Площадь неровной поверхности или порошков можно определить с помощью таких моделей, как уравнение БЭТ (Брунауэра, Эмметта, Теллера). Оно позволяет рассчитать количество теплоты адсорбции и объем адсорбированного газа.

2.4.5 Изотермы адсорбции

Изотермы адсорбции описывают макроскопический процесс адсорбции газов твердой поверхностью, т. е. влияние относительного давления на объем адсорбированного газа. Изотермы используются для измерения площади поверхности, а также термодинамических свойств взаимодействия на границе «газ – твердая поверхность». Изотермы адсорбции учитывают воздействие шероховатости или пористости поверхности.

На металлической поверхности конденсируются остаточные газы в вакуумной системе, в частности водяные пары. С макроскопической точки зрения, когда водяной пар конденсируется на поверхности металла, на границе раздела фаз образуется тонкий слой воды. Объем воды достигает состояния равновесия при парциальном давлении остаточных водяных паров. Когда производится дальнейшая откачка системы, вода на поверхности стремится вернуться в газообразное состояние. По мере изменения

температуры соотношение между давлением водяного пара и количеством воды на поверхности металла также изменяется.

Зависимость степени покрытия поверхности θ от общего давления смеси газов или парциального давления одного газа при постоянной температуре называется изотермой. Величина θ представляет собой число имеющихся участков для адсорбции и учитывает только вертикальное взаимодействие. На рисунке 2.4 показана типичная изотерма для водяного пара, адсорбируемого гладкой золотой поверхностью. По мере увеличения парциального давления водяного пара степень покрытия поверхности увеличивается до тех пор, пока не будет достигнут уровень плато, при котором завершается однослойное покрытие поверхности. Этот график называется изотермой Ленгмюра. Данный процесс встречается редко в естественных условиях, но используется для построения графиков экспериментальных данных. Если продолжать увеличивать давление, то в конечном итоге можно конденсировать второй, третий и последующие слои.

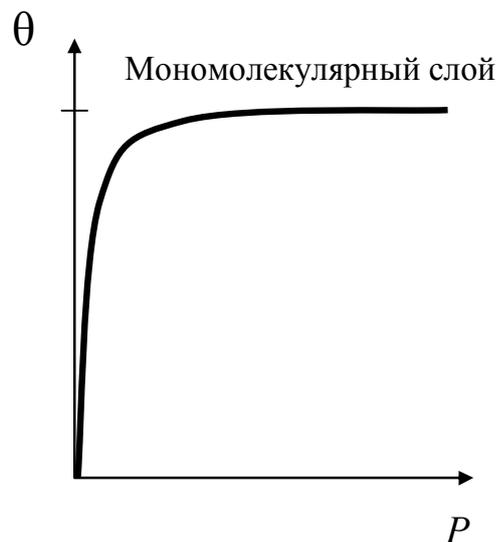


Рисунок 2.4 – Типичная изотерма Ленгмюра

Изотерму Ленгмюра можно представить в виде математической зависимости

$$\theta = \frac{bp}{1 + bp}, \quad (2.19)$$

где p – давление; θ – степень покрытия поверхности; b – постоянная,

$$b = \frac{k_1}{k_2},$$

где $k_1 = \frac{1}{\tau_0} \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right)$; $k_2 = \frac{N\sigma_0}{\sqrt{2\pi MPT}}$; Q – энергия активации, $Q = eV$; N – число участков; σ_0 – площадь участка; τ_0 – время адсорбции.

2.4.6 Капиллярные силы

Поры на поверхности материала могут иметь различную форму (рисунок 2.5). Воздействие на поры атмосферного воздуха или других газов может приводить к конденсации некоторых частиц и превращению их в механические дефекты поверхности. При соответствующих условиях внутренние пустоты, поры и участки поверхности могут заполняться конденсатом посредством капиллярных сил. Капиллярные силы имеют место, когда конденсат смачивает поверхность. Уравнение Янга и Лапласа описывает перепад давления на границе раздела жидкой и газообразной фаз, вследствие которого поры стремятся заполниться конденсатом.

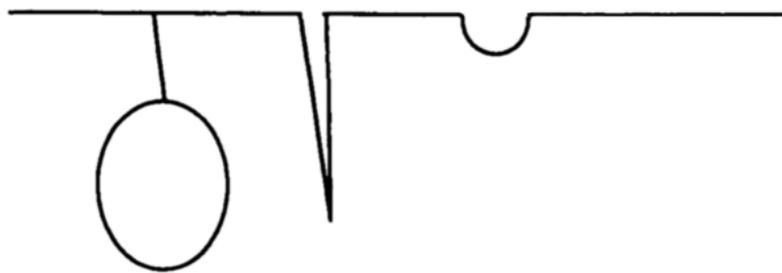


Рисунок 2.5 – Типичные формы пор на поверхности материала

По мере откачки вакуумной системы при фиксированной температуре давление в вакуумном сосуде отстает от теоретической быстроты действия насоса в результате присутствия захваченных конденсатов, главным образом водяного пара, в различных дефектах поверхности.

С уменьшением давления высокий объем адсорбированного газа сохраняется, пока при определенном значении давления он не начнет уменьшаться. Во время увеличения давления объем адсорбата оказывается меньше при том же давлении. Эта петля гистерезиса указывает на присутствие пор на поверхности, в которых стремится остаться адсорбированный газ. По разности объемов адсорбированного газа при повышении и понижении давления можно вычислить общий объем пор.

Кроме пор на поверхности, газы могут диффундировать внутрь материала. При уменьшении давления газ высвобождается с поверхности, что также приводит к отставанию фактической быстроты действия от теоретической.

Возможно, самым большим источником газовой выделенности в вакуумной системе после первоначальной откачки до получения режима молекулярного потока (10^{-6} мм рт. ст. и ниже) является сама система. Поверхности металлов не являются плоскими и ровными, а состоят из дефектов механической обработки, сварочных швов и многих других видов шероховатости, которые могут увеличивать свободную площадь поверхности системы. Если поверхностным профилометром провести по металлической поверхности и сделать трехмерную карту топографии, площадь образца будет составлять 1×1 мм. Ясно, что фактическая площадь должна рассчитываться на основе учета пиков и впадин, возникающих в результате дефектов механической обработки и т. д. В результате площадь поверхности увеличивается более чем в 3 раза. Однако это всего лишь небольшое изменение общего объема системы.

2.4.7 Конденсация

При взаимодействии газа с поверхностью происходит обмен массой и энергией, а также изменяется структура поверхности. При конденсации газа его молекулы образуют многослойную толстую пленку на поверхности твердого тела, в которой происходит фазовый переход из газообразного состояния в жидкое или твердое. Коэффициент конденсации – это вероятность прилипания молекулы газа к конденсату на поверхности (подложке). В экспериментальных условиях конденсация легко происходит на

поверхности при температуре значительно ниже температуры кипения конденсата, в частности при испарительной конденсации горячего металла на холодной подложке. Горячий металл затвердевает при ударе о поверхность, образуя пленку. Это явление представляет собой физическую основу процесса осаждения тонкой пленки. Пленка конденсата увеличивается по толщине, если давление пара конденсата выше равновесного давления, или испаряется, если давление конденсата ниже равновесного давления. Когда температура подложки выше температуры кипения конденсата, коэффициент прилипания может быть небольшим. Это имеет значение при откачке вакуумных систем и достижении сверхвысокого вакуума. Поверхностная конденсация газов также имеет значение при откачке в тех случаях, когда используются адсорбционные насосы, насосы сверхвысокого вакуума и крионасосы.

Возможно, наиболее известным и изученным явлением в вакуумной технике является конденсация водяного пара на поверхностях и ее связь с откачкой вакуумной системы. В начале процесса конденсации воды происходит гидратация поверхностных оксидов, которые присутствуют на металлических компонентах системы. Слои молекул воды образуют пленку на поверхности.

Под действием капиллярных сил вода заполняет поры в металлических поверхностях. Десорбция воды из насыщенной системы требует более продолжительного времени, чем удаление воды из системы, в которой вода не конденсировалась и поверхности металла оставались чистыми. Во время откачки давление в системе может стабилизироваться. Это связано с десорбцией воды, ее переходом в парообразное состояние и последующей откачкой пара. После откачки пара из стенок насыщенной системы откачиваются остаточные газы.

2.4.8 Десорбция

Слабые взаимодействия физической адсорбции можно преодолеть путем увеличения энергии адсорбированной молекулы. В результате снижается общая скорость адсорбции или молекулы полностью удаляются с поверхности. Так же как в случае адсорбции, десорбция может быть описана с точки зрения химической

кинетики и измерена для ряда систем. С практической точки зрения десорбция с поверхностей материала может ограничивать быстроту откачки вакуумной системы и ограничивать конечное давление.

2.4.9 Тепловая десорбция

Если молекула адсорбирована поверхностью (но химические связи не образованы), она сохраняет свойства молекулы газа. В результате нагревания поверхности молекула может десорбироваться и покинуть поверхность. При увеличении энергии посредством фотонного поглощения (увеличении температуры адсорбата) молекула возбуждается, ее колебания увеличиваются. Энергия колебаний должна быть достаточно большой, чтобы перевести молекулу в состояние отталкивания. В этом состоянии возбуждения молекула характеризуется бесконечной вероятностью покидания поверхности. Адсорбция атомов и молекул может происходить в результате объемной и поверхностной диффузии, а также проницаемости. При диффузии молекулы газа увлекаются внутрь металлической решетки и диффундируют по границам зерен либо в большом количестве прикрепляются к поверхности.

С практической точки зрения термически активируемая десорбция происходит, когда вакуумная система нагревается после первоначальной откачки. Тепловая десорбция широко используется для очистки вакуумных систем и может наблюдаться при термической дегазации системы перед эксплуатацией. При комнатной температуре скорость тепловой десорбции обратно пропорциональна времени. Это явление широко изучено и признано очень важным в вакуумной технологии.

2.4.10 Фотоактивация

Когда атом физически или химически адсорбирован поверхностью, его можно высвободить путем подвода энергии посредством фотонного поглощения. Если энергия достаточно велика, частицы адсорбата будут возбуждаться, в результате образуется ион, возбужденный или нейтральный атом. Это физическое явление

описывается с помощью модели, прогнозирующей формирование состояния отталкивания. Электронное состояние отталкивания преобразуется в кинетическую энергию, молекула или атом покидают поверхность и свободно перемещаются в вакууме.

2.4.11 Ультразвуковая десорбция

На практике десорбция, активируемая ультразвуком, используется для очистки металлических вакуумных систем в условиях вакуума. Ультразвуковая установка подсоединяется к вакуумной системе через кристаллы титаната бария, общее сопротивление которых соответствует сопротивлению металла. Это метод активации десорбции основан на поглощении энергии адсорбатом, вызывающим локализованное нагревание, в результате которого высвобождаются молекулы. Водяной пар – наиболее распространенный вид загрязнений, удаляемых с металлических поверхностей с помощью этого метода.

2.4.12 Десорбция с электронной и ионной стимуляцией

Электронно-стимулируемая десорбция используется для анализа свойств поверхности. Изучается поведение особых частиц и/или ионов с помощью дифракции электронов низкой энергии. Электронами низкой энергии (менее 500 эВ) осуществляют бомбардировку сверхчистых поверхностей, покрытых мономолекулярным слоем. Адсорбированные в результате хемосорбции и физической адсорбции молекулы высвобождаются с поверхности в виде ионов или нейтральных частиц. Этим методом определяют прочность связей и структуру поверхности на атомном уровне. Количество выбитых посредством электронной бомбардировки нейтральных частиц и ионов в некоторых случаях довольно велико (10^2 молекул/электрон), следовательно, десорбция поверхности может быть большой.

Электронно-стимулируемая газовая десорбция, или атомная десорбция, была открыта при производстве электронных вакуумных трубок и использовалась для очистки металлических конст-

рукций в стеклянной или металлической оболочке. Методика разработана как способ производственной очистки с использованием тепловой десорбции и электронной бомбардировки. Очистка с электронной стимуляцией по-прежнему используется в вакуумметрах, где она является единственным способом удаления загрязнений с металлических деталей.

Бомбардировка электронным лучом, а также фотонное поглощение полимерами может привести к разложению материала в дополнение к электронно-стимулируемой десорбции поверхностных частиц. Поэтому такие материалы, как правило, не используются там, где они могут подвергаться воздействию частиц высокой энергии. Для разрыва связи требуется энергия, близкая к прочности типичной межуглеродной связи. При соответствующих условиях материал может разрушиться в результате кулоновского взрыва. Тем же способом электронная бомбардировка может разрывать связи, приводя к фрагментации молекулы, которая затем вылетает в вакуум. Ионно-стимулируемая десорбция адсорбированных частиц аналогична десорбции, вызванной электронным пучком. Интенсивность десорбции в этом случае выше, чем при бомбардировке электронами, в результате увеличения массы частиц. Ионно-стимулируемая десорбция имеет место при статической вторичной ионной масс-спектрометрии, используемой при анализе поверхности материалов. Бомбардировка ионами является широко распространенным методом для повышения давления рядом с дегазируемым вакуумметром. Очистка в тлеющем разряде кислорода используется для субстрата, вакуумной камеры и арматуры. В этом случае поверхность бомбардируют ионами кислорода и нейтральными частицами.

2.5 Основные виды вакуумных насосов и их параметры

2.5.1 Механические вакуумные насосы

Среди механических вакуумных насосов можно выделить объемные и молекулярные. *Объемные* насосы осуществляют откачку за счет периодического изменения объема рабочей камеры. Имеется несколько конструктивных вариантов таких насосов: поршневой, жидкостно-кольцевой, ротационный.

Молекулярные насосы работают за счет передачи молекулам газа количества движения от твердой, жидкой или парообразной быстродвижущейся поверхности. Среди них различают водоструйные, эжекторные, диффузионные, молекулярные с одинаковым направлением движения откачивающей поверхности и молекул газа, турбомолекулярные с взаимно перпендикулярным движением твердых поверхностей и откачиваемого газа. Характеристики таких насосов могут быть рассчитаны на основании закономерностей внутреннего трения в газах.

Дополнительным параметром механических вакуумных насосов является наибольшее выпускное давление P_B – максимальное давление в выходном сечении насоса, при котором он может осуществлять откачку. При выпускных давлениях, меньших давления P_B , быстрота откачки и предельное давление насосов слабо зависят от выпускного давления (рисунок 2.6).

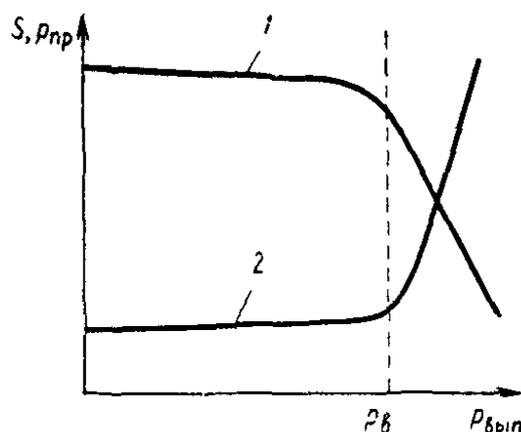


Рисунок 2.6 – Зависимость быстроты откачки (1) и предельного давления (2) от выпускного давления

Если выпускное давление превысит значение P_v , то происходит так называемый срыв насоса, сопровождающийся резким ухудшением его предельного давления и быстроты откачки.

2.5.2 Объемная откачка

В процессе объемной откачки выполняются следующие основные операции:

- 1) всасывание газа за счет расширения рабочей камеры насоса;
- 2) уменьшение объема рабочей камеры и сжатие находящегося в ней газа;
- 3) удаление сжатого газа из рабочей камеры в атмосферу или насос предварительного разрежения.

Объемные насосы в зависимости от конструктивной схемы делятся на поршневые, жидкостно-кольцевые и ротационные.

В поршневых насосах откачка осуществляется за счет периодического изменения объема цилиндра, в процессе которого газ засасывается в рабочую камеру, изолируется от входного патрубка, сжимается и выталкивается в атмосферу или в следующую ступень откачки. Обычные поршневые насосы имеют предельное давление $4 \cdot 10^3 - 1 \cdot 10^4$ Па, быстрота действия современных поршневых насосов составляет 10–4000 л/с. Насосы начинают работать с атмосферного давления.

Недостатками поршневых насосов являются невоспроизводимость процесса откачки, большие потери на трение (~ 200 Вт/(л/с)) и большая удельная масса (10–20 кг/(л/с)).

Жидкостно-кольцевые насосы, или насосы с жидкостным поршнем (рисунок 2.7), имеют в цилиндрическом корпусе 1 эксцентрично расположенное колесо 2 с неподвижно закрепленными лопатками. Находящаяся внутри корпуса жидкость во время вращения под действием центробежных сил прижимается к стенкам корпуса и образует жидкостное кольцо 4. Между жидкостным кольцом и лопатками насоса формируются отдельные ячейки неодинакового размера. Сначала их объем увеличивается и газ через всасывающее отверстие 3 в торцевой крышке поступает в насос.

Затем объем уменьшается и сжатый газ через выхлопное отверстие 5 удаляется из насоса.

В качестве рабочей жидкости для откачки смеси воздуха с водяным паром используется вода, для откачки Cl_2 – концентрированная H_2SO_4 и т. д. По конструкции и условиям эксплуатации эти насосы проще поршневых, так как не имеют клапанов и распределительных устройств.

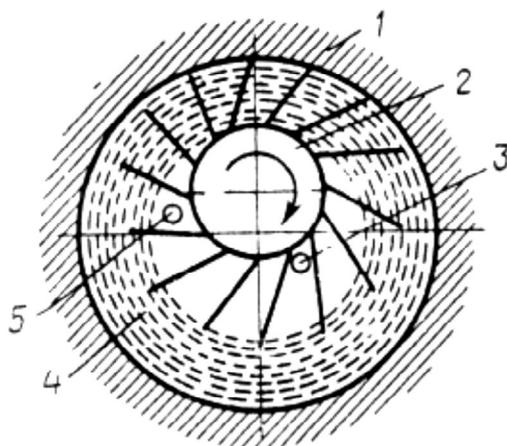


Рисунок 2.7 – Схема жидкостного насоса

Предельное давление жидкостных насосов определяется давлением насыщенных паров рабочей жидкости. Оно составляет $(2-3) \cdot 10^3$ Па. Насосы могут работать с атмосферного давления. В компрессорном режиме они обеспечивают давление до $2 \cdot 10^5$ Па. Быстрота их действия лежит в пределах от 25 до 500 л/с.

Водокольцевые насосы применяются в химической промышленности для создания грубого разрежения. Иногда их используют в качестве насосов предварительной откачки для двухроторных насосов.

Наибольшее распространение в вакуумной технике получили ротационные вакуумные насосы, имеющие несколько конструктивных модификаций. В эту группу входят пластинчато-роторные, пластинчато-статорные и золотниковые насосы, являющиеся наиболее распространенными типами насосов предварительного разрежения в высоковакуумных и сверхвысоковакуумных откачных системах. Они находят и самостоятельное применение для откачки неагрессивных газов и парогазовых смесей.

Пластинчато-роторный насос (рисунок 2.8) содержит цилиндрический корпус 7 с впускным 4 и выхлопным 3 патрубками и эксцентрично расположенный ротор 6, в пазах которого установлены пластины 5. Под действием центробежной силы пластины прижимаются к корпусу. Пластины разделяют сегментообразный объем между поверхностями ротора и корпуса на две камеры с изменяющимися объемами: камеру всасывания и камеру сжатия. При вращении ротора по часовой стрелке объем камеры всасывания увеличивается и в нее через патрубок 4 поступает газ из откачиваемого объекта. В то же время объем камеры сжатия уменьшается, а находящийся в ней газ сжимается и выталкивается через выхлопной клапан 2 и выпускной патрубок 3.

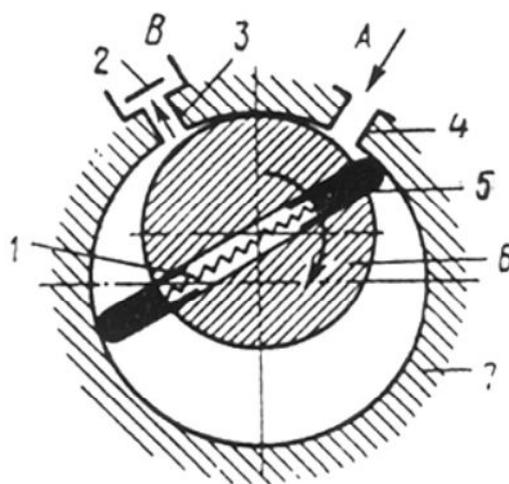


Рисунок 2.8 – Схема пластинчато-роторного насоса

Для пластинчато-роторного насоса характерно наличие большого числа трущихся поверхностей в рабочем пространстве, а также вредного пространства между выхлопным отверстием и местом контакта ротора с корпусом насоса. Трущиеся поверхности способствуют перегреву корпуса и других элементов вакуумного насоса. С целью их охлаждения и уплотнения различных соединений в рабочем пространстве насос погружают в масляную ванну. Часть масла, поступающего в рабочее пространство, используется для смазки трущихся частей, а другая часть расходуется на уплотнение мест разделения рабочих камер. Величина предельного давления таких насосов зависит от объема вредного

пространства, состояния и качества заливаемого в насос масла, герметичности корпуса и уплотнений вала ротора и других факторов.

Без учета давления насыщенных паров рабочей жидкости предельное давление лучших насосов составляет ~ 1 Па. Это давление может быть понижено до 10^{-3} Па, если применить двухступенчатые насосы (рисунок 2.9). Ступень 7 является чистовой и откачивает газ из объекта через входной патрубок 6, а ступень 1 является черновой, она откачивает газ через соединительный клапан 5 из чистовой ступени и выталкивает его после сжатия в окружающую атмосферу через клапан 3 и выпускной патрубок 4. Большинство выпускаемых промышленностью пластинчато-роторных насосов имеет двухступенчатое исполнение.

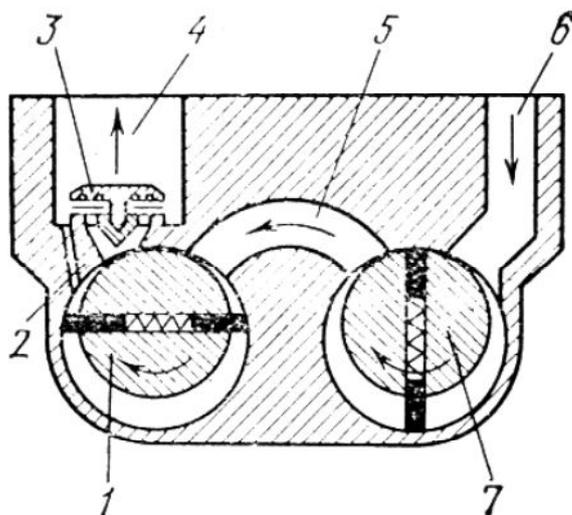


Рисунок 2.9 – Схема двухступенчатого пластинчато-роторного насоса:

- 1, 2, 7 – ступени; 3 – клапан; 4 – выпускной патрубок;
5 – соединительный канал; 6 – входной патрубок

Удельная масса таких насосов от 10 до 30 кг/(л/с), удельный расход мощности – от 0,1 до 0,3 кВт/(л/с).

При эксплуатации масляных насосов необходимо учитывать их особенности. Так, если на вход остановленного насоса с масляным уплотнением не напустить атмосферный воздух, то масло в резервуаре, находящееся под атмосферным давлением, заполнит все пространство, в котором сохраняется разрежение. Это является крупным недостатком насосов такого типа. Для предотвраще-

ния всасывания масла в маслопроводе некоторых средних и крупных насосов устанавливают клапан, который надо открывать непосредственно после запуска и закрывать перед выключением насоса. У дистанционно управляемых насосов в маслопроводах устанавливают электрические магнитные клапаны, срабатывающие при включении и выключении электрического двигателя. Малые насосы, как правило, не имеют запирающих устройств в маслопроводе, поэтому при работе с ними нельзя забывать напустить воздух на вход остановленного насоса.

Существенным недостатком насосов с максимальным уплотнением является наличие обратного потока углеводородных соединений, представляющих собой продукты крекинга масла, из насоса в сторону откачиваемого объема. Величина обратного потока составляет (на единицу площади выпускного патрубка) $\sim 0,1-0,3$ мг/ч·см². Это приводит к загрязнению откачиваемого объема, ухудшению свойств рабочих жидкостей высоковакуумных диффузионных насосов и т. д. Для уменьшения обратного потока паров масел используются охлаждаемые жидким азотом ловушки. Еще одним недостатком являются сложности откачки парогазовых смесей, содержащих легкоконденсирующиеся пары. При сжатии такой смеси происходит конденсация жидкости. Конденсат смешивается с маслом и ухудшает его свойства. Конденсат, попавший в масло, вновь испаряется в камере насоса и резко увеличивает полное остаточное давление. Для предотвращения конденсации паров механические насосы снабжают газобалластным устройством, добавляющим в поступивший в камеру сжатия пар сухой балластный газ. В качестве балластного газа используют атмосферный воздух. Количество балластного газа подбирают таким образом, чтобы к моменту достижения смесью давления выхлопа парциальное давление паров не достигало давления насыщения. Применение газобалластного устройства снижает предельное давление на порядок и более.

2.5.3 Двухроторные вакуумные насосы

Для работы с большой быстротой действия при малых степенях сжатия удобны ротационные вакуумные насосы с обкатываемыми профилями.

Наиболее распространены двухроторные конструкции. К таким насосам относятся двухроторные насосы Рутса, имеющие роторы с лемнискатными профилями (рисунок 2.10). За один оборот каждый из роторов дважды перебрасывает заштрихованный объем газа из области высокого вакуума в область предварительного разрежения. Роторы вращаются в разные стороны.

Синхронность их вращения обеспечивается зубчатой передачей с передаточным числом, равным единице.

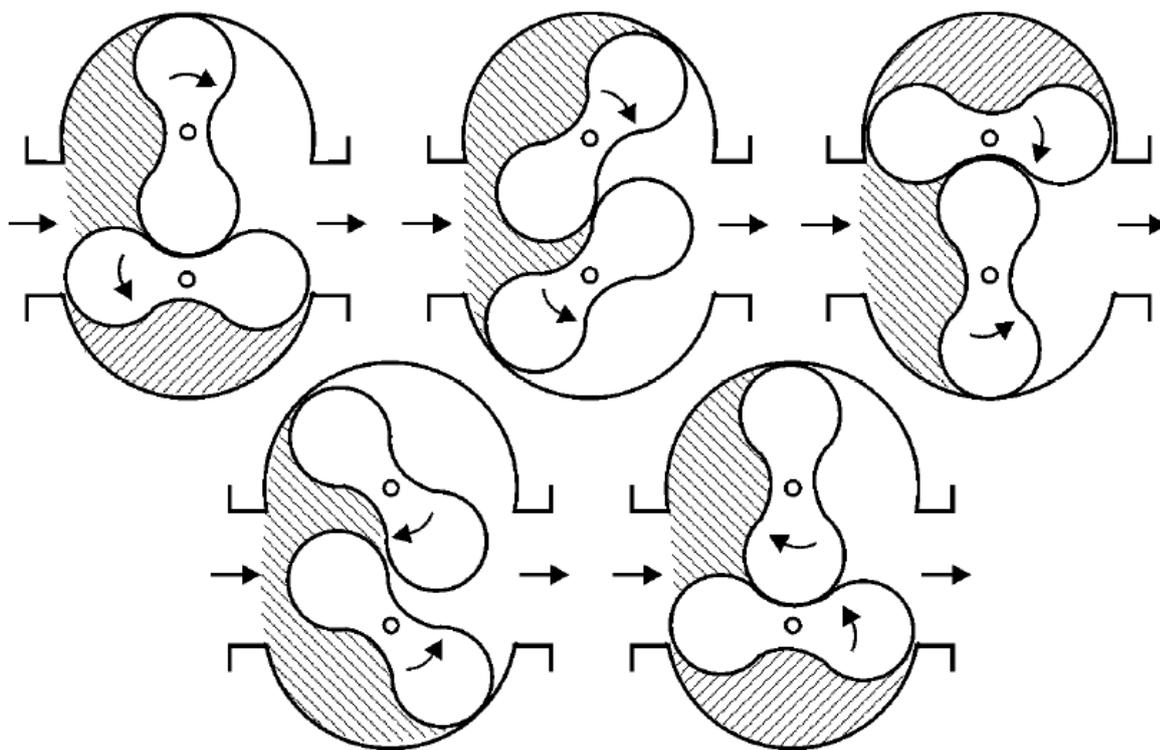


Рисунок 2.10 – Схема работы двухроторного вращательного насоса

Предельное давление одноступенчатых насосов $5 \cdot 10^{-1}$ Па; двухступенчатых – $4 \cdot 10^{-2}$ Па с учетом давления насыщенных паров вакуумного масла, применяемого для смазки подшипников. При работе с ловушкой предельное давление $P_{пр}$ составляет

10^{-3} Па. Наибольшее выпускное давление одноступенчатых насосов от 10^2 до 10^3 Па. Быстрота действия современных двухроторных насосов от 5 до 5000 л/с. Удельные характеристики насоса 0,5–3 кг/(л/с) и 5–30 Вт/(л/с).

2.5.4 Мембранный (диафрагменный) насос

В мембранном насосе (рисунок 2.11) две или более гибких диафрагмы 5 жестко закреплены на стенках корпуса 3, образуя герметичные полости изменяемого объема. Диафрагмы приводятся в движение электродвигателем, вращательное движение которого преобразуется в возвратно-поступательное с использованием кривошипно-шатунного механизма 7, 8. С движением диафрагмы синхронизирована работа впускного и выпускного клапанов 2.

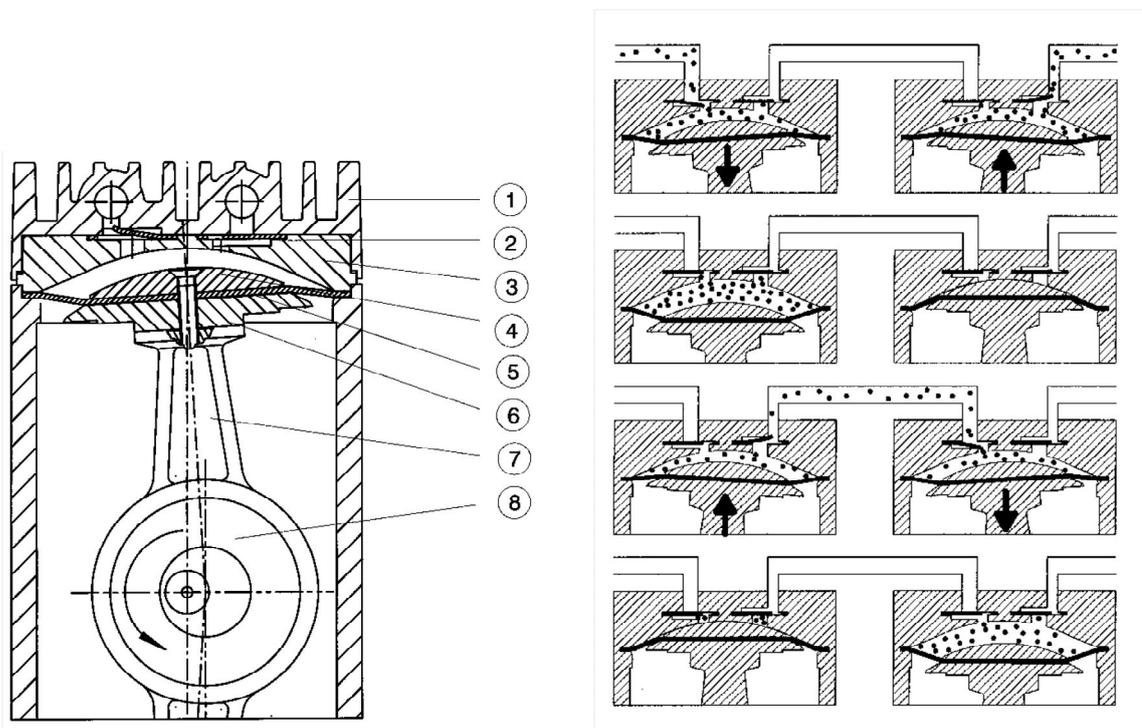


Рисунок 2.11 – Схема и принцип работы двухступенчатого диафрагменного вакуумного насоса: 1 – крышка корпуса; 2 – впускной и выпускной клапаны; 3 – корпус; 4 – прижимной диск; 5 – диафрагма; 6 – опорный диск; 7 – шатун; 8 – коленвал

Откачка осуществляется созданием в полости диафрагмы области пониженного давления, за счет чего в нее через впускной клапан поступает газ из откачиваемого объема или предыдущей

ступени откачки. При уменьшении объема полости газ уходит через выпускной клапан. Используется до четырех последовательных ступеней. Тип вакуума средний.

Преимущества таких насосов – низкий уровень шума; отсутствие материалов, загрязняющих рабочий объем насоса и, как следствие, откачиваемый объем: масла, других смазочных веществ, трущихся механизмов. Эти насосы используются для предварительной (форвакуумной откачки) в системах безмасляной («сухой») откачки с особым требованием чистоты откачиваемого объема.

Недостатки: низкая скорость откачки за счет ограниченной эластичности диафрагмы; низкий предельный вакуум за счет обратного потока воздуха через выпускные клапаны; ограниченность эксплуатации сроком функционирования диафрагмы.

2.6 Молекулярная откачка

2.6.1 Принципы молекулярной откачки

Удаление газа из вакуумной системы с помощью движущихся поверхностей называется *молекулярной откачкой*.

Молекулярная откачка (рисунок 2.12) представляет собой откачку через канал, одна из стенок которого совершает относительное перемещение со скоростью v_p параллельно оси канала. Молекулы газа, находящиеся в канале, соударяются с движущейся поверхностью, получая приращение количества движения в направлении насоса предварительного разрежения. При этом создается перепад давлений $p_2 > p_1$.

Максимальная быстрота действия, которая может быть получена, пропорциональна скорости стенки v_p :

$$S_{\max} = \gamma F_k v_p, \quad (2.20)$$

где F_k – площадь поперечного сечения канала; γ – коэффициент, учитывающий соотношение движущейся и неподвижной частей периметра канала.

Принимая число соударений молекул с движущимися и неподвижными поверхностями одинаковым, определим долю молекул, непрерывно получающих приращение скорости, в виде

$$\gamma = \frac{f_{\text{д}}}{f_{\text{д}} + f_{\text{н}}}, \quad (2.21)$$

где $f_{\text{д}}$ и $f_{\text{н}}$ — движущаяся и неподвижная части периметра поперечного сечения канала.

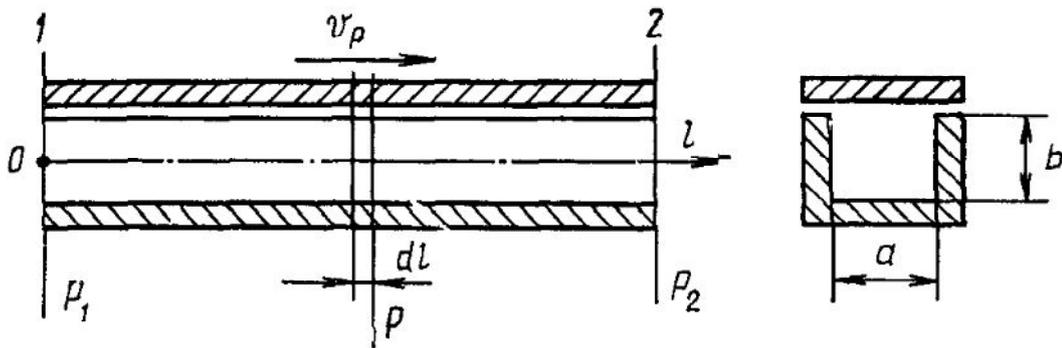


Рисунок 2.12 – Схема молекулярной откачки при одинаковых направлениях движения пластины и газового потока

Для прямоугольного канала при $a = 2,5$ см, $b = 1$ см и $v_p = 165$ м/с согласно формулам (2.20) и (2.21) получим $S_{\text{max}} = 23$ л/с.

Быстрота действия насоса может быть определена по формуле

$$S_{\text{н}} = S_{\text{max}} \frac{p_2/p_1 - \exp(S_{\text{max}}/U_k)}{1 - \exp(S_{\text{max}}/U_k)}, \quad (2.22)$$

где U_k — проводимость каналов.

Из выражения (2.22) следует линейная зависимость между быстротой действия и коэффициентом компрессии p_2/p_1 . При $p_1 = p_2$ быстрота действия максимальна: $S_{\text{н}} = S_{\text{max}}$, а при $S_{\text{н}} = 0$ и $p_1 = p_{\text{пр}}$ имеет место наибольший коэффициент компрессии.

В связи с тем что проводимость каналов U_k при молекулярном режиме течения пропорциональна $\sqrt{T/M}$, максимальный коэффициент компрессии возрастает с увеличением молекулярной массы и снижением температуры газа. Молекулярная откачка

удобна для получения больших коэффициентов компрессии при малых скоростях откачки.

При увеличении молекулярной массы откачиваемого газа максимальный коэффициент компрессии возрастает, а максимальная быстрота действия остается без изменения. Таким образом, насос более эффективно откачивает тяжелые газы.

2.6.2 Конструкции молекулярных насосов

Молекулярные насосы с одинаковым направлением движения газа и стенки канала имеют много конструктивных разновидностей, часть из которых показана на рисунке 2.13.

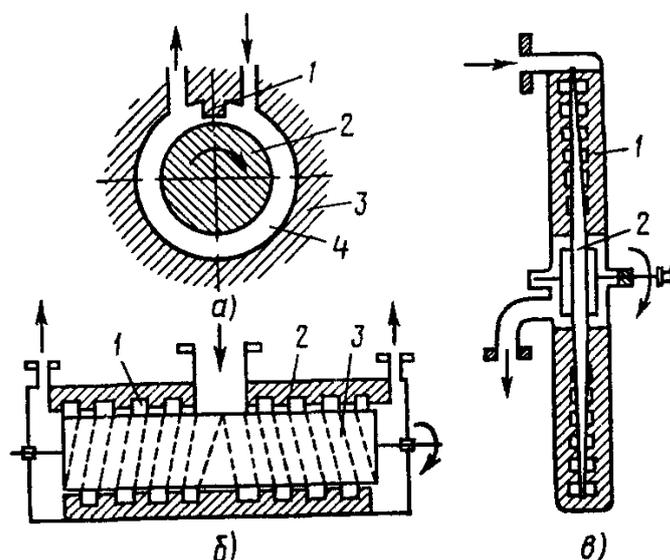


Рисунок 2.13 – Схемы молекулярных насосов

Насос (рисунок 2.13, а) имеет в статоре 3 набор цилиндрических канавок, входные и выходные отверстия в которых разделены перегородкой 1. Ротор 2 вращается с большой частотой так, что его линейная скорость близка к тепловой скорости молекул. Спиральный паз 1 на поверхности статора 2 и цилиндрическая поверхность ротора 3 образуют рабочий канал (рисунок 2.13, б). Спиральные канавки на торцевых поверхностях статора 1, расположенные на минимальном расстоянии от вращающегося диска 2, используются для молекулярной откачки в схеме на рисунке 2.13, в. Через зазор между статором и ротором происходит возврат газа из камеры сжатия в камеру всасывания, что ухудшает

характеристики насосов. Нормальная работа таких насосов возможна при зазоре между ротором и статором, не превышающем 0,1 мм.

Такие насосы применяются в качестве ступеней высокого давления при совместной работе с насосами, имеющими взаимно перпендикулярное перемещение газа и рабочих поверхностей, а также при откачке газов с большой молекулярной массой.

Проникновение паров масел, применяемых для смазки подшипниковых узлов, в откачиваемый объект во время работы насоса очень мало, но сильно возрастает при остановке насоса.

Быстрота действия насосов прямо пропорциональна частоте вращения ротора, которая в современных насосах может достигать 10–40 тыс. об/мин. Максимальная быстрота действия обычно не превышает 100 л/с из-за малого поперечного сечения каналов. Предельное давление 10^{-5} Па при коэффициенте компрессии 10^5 – 10^6 .

Молекулярные насосы с взаимно перпендикулярным движением рабочих поверхностей и потока откачиваемого газа получили широкое распространение. Конструкции турбомолекулярных насосов, использующие этот принцип, классифицируются по расположению вала ротора – горизонтальные или вертикальные; по устройству и форме рабочих органов – цилиндровые, конусные, дисковые с радиальным потоком, дисковые с осевым потоком, барабанные. Большое влияние на характеристики насоса оказывает конструкция опорных узлов: на смазываемых подшипниках качения, на магнитных опорах или газовой подушке.

К достоинствам турбомолекулярных насосов относятся: высокая удельная быстрота действия (~ 2 л/с на 1 см^2 площади входного сечения); достаточно широкий диапазон рабочих давлений (10^{-6} –10 Па); быстрый запуск насоса (в течение 5–10 мин); практически безмасляный спектр остаточных газов при напуске сухого азота во время запуска и остановки насоса.

Недостатком этих насосов является наличие высокоскоростного ротора со смазываемыми быстро изнашивающимися подшипниками или сложными системами подвеса.

2.6.3 Пароструйная откачка

При пароструйной откачке (рисунок 2.14) молекулы откачиваемого газа, поступающие в насос через входной патрубок 1, взаимодействуют со струей пара, имеющей звуковую или сверхзвуковую скорость, и приобретают дополнительную скорость в направлении насоса предварительного разрежения, присоединяемого к выходному патрубку 6.

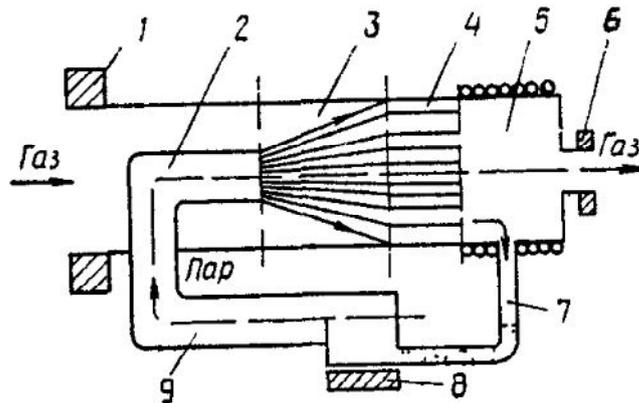


Рисунок 2.14 – Схема пароструйной откачки

В камере 3 происходит смешение паровой струи, выходящей из сопла 2, и откачиваемого газа. Запирающий канал 4 создает сопротивление обратному потоку газа, обеспечивая коэффициент компрессии насоса. Разделение откачиваемого газа и рабочего пара осуществляется в камере 5 в процессе конденсации рабочего пара на охлажденных поверхностях, после чего откачиваемый газ удаляется из насоса через выходной патрубок, а сконденсировавшийся пар поступает по трубопроводу 7 в кипятильник 8, где вновь испаряется и по паропроводу 9 попадает в рабочее сопло 2, обеспечивая непрерывность процесса откачки.

Взаимодействие откачиваемого газа с паровой струей зависит от степени вакуума. При низком вакууме молекулы, находящиеся в пограничном с паровой струей слое, за счет внутреннего трения увлекают другие слои газа. Такие насосы называют эжекторными.

В области высокого вакуума все молекулы откачиваемого газа, перемещаясь за счет самодиффузии, непосредственно взаимодействуют с движущейся струей пара, а насосы, работающие в таких условиях, называют диффузионными.

Быстрота действия насоса зависит от производительности сопла и свойств рабочего пара. В эжекторных насосах она лежит в диапазоне от нескольких десятков до нескольких тысяч литров в секунду.

Максимальное выпускное давление не может быть больше p_1 – давления рабочего пара в кипятильнике насоса, поэтому в случае паромасляного насоса оно не превышает $(1-5) \cdot 10^2$ Па, а для парортутного – $(20-40) \cdot 10^2$ Па. Увеличить максимальное выпускное давление паромасляного насоса нельзя, так как температура пара в кипятильнике ограничивается температурой разложения масла. В парортутных насосах возможно повышение максимального выпускного давления до атмосферного, но из-за больших потерь и токсичности ртути этого обычно не делают.

Предельным остаточным давлением эжекторного насоса является давление перехода из среднего в высокий вакуум, когда происходит расширение паровой струи и нарушение оптимального режима работы. Величина предельного давления составляет $10^{-1}-10^{-2}$ Па.

Схема эжекторного насоса показана на рисунке 2.15. Насос состоит из кипятильника 1, сверхзвукового эжекторного сопла Лавала 2, камеры смешения 5, впускного и выпускного фланцев 3 и 4. Камера смешения теплоизолирована от корпуса насоса. На выпускном патрубке имеется холодильник 6, охлаждаемый проточной водой. Сконденсировавшийся на стенках холодильника пар стекает в кипятильник по трубке 7, обеспечивающей непрерывную циркуляцию рабочей жидкости в насосе.

Простейший диффузионный насос (рисунок 2.16) состоит из кипятильника 1, диффузионного сопла 2, закрепленного на паропроводе 6, холодильника 4, впускного и выпускного патрубков 3 и 5. Пары рабочей жидкости из кипятильника проходят по паропроводу через зонтичное сопло и конденсируются на стенках насоса, охлаждаемых холодильником. За время движения пара от конца сопла до стенок насоса в струю пара диффундирует откачиваемый газ. После конденсации образовавшейся парогазовой смеси выделившийся газ откачивается через выпускной патрубок насосом

предварительного разрежения, а сконденсированный пар стекает по стенкам насоса в кипяtilьник через зазор между паропроводом и корпусом насоса.

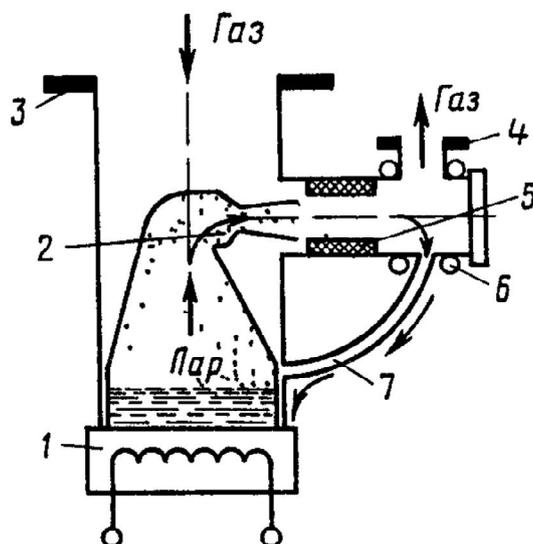


Рисунок 2.15 – Схема эжекторного насоса

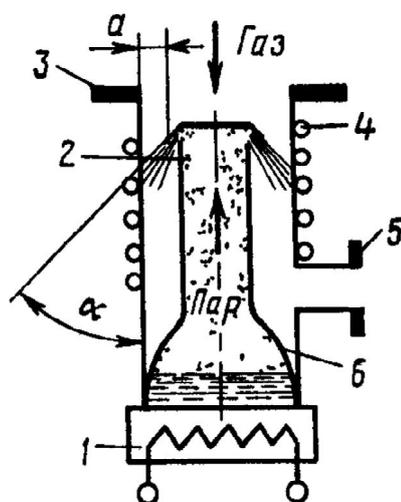


Рисунок 2.16 – Схема диффузионного насоса

Диффузионные насосы, предназначенные для работы в диапазоне давлений 10^{-1} – 10 Па, называются бустерными. В этих насосах увеличена мощность подогревателя, применены термостойкие рабочие жидкости, что позволяет увеличить выпускное давление и сдвинуть характеристику насоса $S_n = f(p)$ в сторону более высоких давлений.

На рисунке 2.17 показана конструкция многоступенчатого пароструйного насоса, в котором использованы две диффузионные 1 и 2 и эжекторная 4 ступени откачки, питающиеся от одного кипятильника 5. Корпус насоса 3 охлаждается водой.

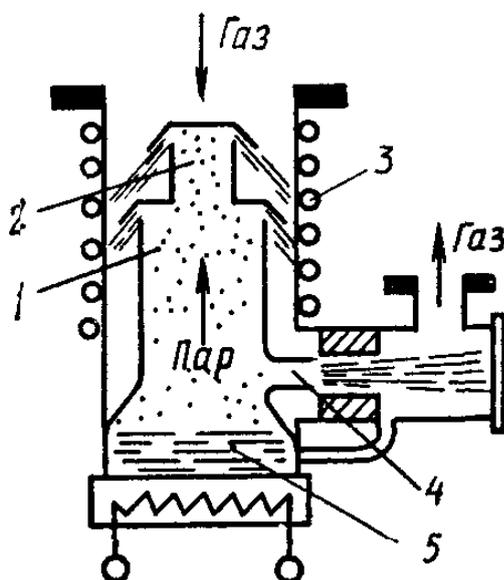


Рисунок 2.17 – Схема многоступенчатого пароструйного насоса

К рабочим жидкостям пароструйных насосов предъявляются следующие требования:

- 1) минимальная упругость паров при комнатной температуре и максимальная – при рабочей температуре в кипятильнике;
- 2) стойкость к разложению при нагревании;
- 3) минимальная способность растворять газы;
- 4) химическая стойкость по отношению к откачиваемым газам и материалам насоса;
- 5) малая теплота парообразования.

В качестве рабочих жидкостей пароструйных насосов применяются ртуть, минеральные масла, сложные эфиры органических спиртов и кислот, кремнийорганические соединения.

Преимущества пароструйных насосов: отсутствие подвижных частей и, как следствие, практически неограниченный срок эксплуатации при соблюдении всех необходимых рекомендаций; использование для систем откачки с низкими требованиями по чистоте откачиваемого объема.

Недостатки: присутствие в рабочей камере масла, контактирующего с откачиваемой средой (неизбежно попадание паров в откачиваемый объем), и необходимость периодической его замены после снижения давления насыщенных паров за счет загрязнения продуктами откачки и продуктами разложения; относительно сложный и длительный процесс запуска и остановки откачки (от десятков минут до единиц часов); наличие водяного контура охлаждения. Кроме того, необходимо обеспечить надежную защиту от прорыва атмосферы – резкого повышения давления за пределы рабочего диапазона (сопровождается выбросом паров и капель масла в вакуумный объём, окислением рабочей жидкости, появлением налёта из продуктов разложения на деталях, что выводит насос из строя).

2.7 Физико-химические методы получения вакуума

2.7.1 Общая характеристика

Физико-химические методы получения вакуума позволяют для работы в определенном диапазоне давлений создавать насосы с лучшими, чем у механических, технико-экономическими показателями. Существенное преимущество физико-химических насосов перед механическими заключается в отсутствии загрязнения откачиваемой камеры парами рабочих жидкостей, которые используются во многих механических насосах для смазки и герметизации.

Направленное движение предварительно заряженных молекул газа под действием электрического поля является основой работы ионных насосов.

Испарительные насосы работают на принципе хемосорбции. Физическая адсорбция и конденсация газов используются в криосорбционных насосах: криоадсорбционных и криоконденсационных.

В связи с тем что теплота конденсации обычно меньше теплоты адсорбции, криоконденсация одного и того же количества газа наблюдается при более низких температурах, чем криоадсорбция. Поэтому техническая реализация криогенной системы криокон-

денсационного насоса более сложная, чем криоадсорбционного. Преимуществом криоконденсационной откачки является большая быстрота откачки на единицу площади охлаждаемой поверхности.

Принцип ионной откачки совместно с сорбционной используется в конструкциях ионно-сорбционных насосов.

2.7.2 Ионная откачка

Для передачи молекулам импульса скорости в направлении насоса предварительного разрежения можно использовать силу воздействия постоянного электрического поля, если нейтральные молекулы газа предварительно превратить в заряженные частицы. Для ионизации газа используется α -, β - и γ -излучение.

Наиболее эффективным является β -излучение, осуществляемое за счет электронной бомбардировки. Эффективность ионизации электронами средних энергий, прошедшими разность потенциалов 100 В, в зависимости от рода газа составляет от 3 до 25 пар ионов на пути 1 м при давлении 1 Па. С понижением давления наблюдается пропорциональное уменьшение количества образовавшихся ионов.

На рисунке 2.18 показана схема работы ионного насоса. Газ, поступающий в насос, ионизируется в пространстве ионизации 1, а затем с помощью ускоряющих электродов 2, к которым приложена разность потенциалов U , направляется к выходному патрубку насоса. Здесь ионы нейтрализуются и откачиваются насосом предварительного разрежения.

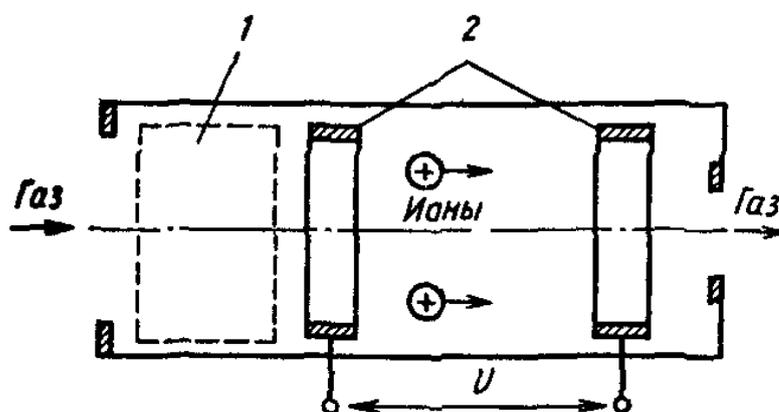


Рисунок 2.18 – Схема ионной откачки

В ионном насосе существует прямой поток откачиваемого газа Q_1 , определяемый ионным током I_+ в цепи ускоряющих электродов 2:

$$Q_1 = \frac{kTI_+}{q}, \quad (2.23)$$

где q – электрический заряд иона.

Обратный поток нейтральных молекул зависит от проводимости насоса U и разности давлений на входе $p_{\text{вх}}$ и выходе $p_{\text{вых}}$:

$$Q_{\text{обр}} = U(p_{\text{вых}} - p_{\text{вх}}).$$

Эффективная производительность насоса определяется разностью прямого и обратного потоков:

$$Q_{\text{н}} = Q_{\text{пр}} - Q_{\text{обр}} = \frac{kTI_+}{q} - U(p_{\text{вых}} - p_{\text{вх}}),$$

а быстрота откачки насоса рассчитывается по формуле

$$S_{\text{н}} = \frac{Q_{\text{н}}}{p_{\text{вх}}} = \frac{kTI_+}{qp_{\text{вх}}} - U \left(\frac{p_{\text{вых}}}{p_{\text{вх}}} - 1 \right). \quad (2.24)$$

При коэффициенте компрессии $K = \frac{p_{\text{вых}}}{p_{\text{вх}}} = 1$ быстрота действия насоса максимальна: $S_{\text{макс}} = \frac{kTI_+}{qp_{\text{вх}}}$. При $S_{\text{н}} = 0$ максимальный коэффициент компрессии

$$K = 1 + \frac{S_{\text{макс}}}{U}.$$

Таким образом, уравнение (2.24) можно записать в виде

$$S_{\text{н}} = S_{\text{макс}} - U(K - 1). \quad (2.25)$$

Откачная характеристика этого насоса аналогична откачной характеристике молекулярного насоса.

2.7.3 Хемосорбционная откачка

Хемосорбционная откачка осуществляется путем поглощения активных газов на поверхности металлов. Показателем активности

газа является его теплота адсорбции на данном металле. Наибольшее распространение для хемосорбционной откачки получили следующие металлы: Ti, Zr, Ta, Ba, Mo, W, Hf, Er.

Теплота адсорбции Q_a при малых степенях заполнения поверхности сильно зависит от рода газа.

Для увеличения поверхности металла при его взаимодействии с откачиваемыми газами используется распыление металла с целью нанесения тонких пленок на электроды или корпус насоса. Возможность непрерывного обновления напыленной пленки увеличивает срок службы насоса.

Напыление происходит при давлении паров вещества, большем давления насыщенного пара над поверхностью напыления, когда на единице поверхности в единицу времени конденсируется большее число молекул, чем испаряется.

Быстрота поглощения газа пленкой S_0 зависит от ее материала, рода газа и температуры пленки. Для 1 см^2 титановой периодически напыляемой пленки S_0 для H_2 и N_2 при 77 К соответственно равны $26 \cdot 10^{-3}$ и $7 \cdot 10^{-3} \text{ м}^3/(\text{с} \cdot \text{см}^2)$, а при 293 К – $15 \cdot 10^{-3}$ и $1 \cdot 10^{-3} \text{ м}^3/(\text{с} \cdot \text{см}^2)$.

Поглощение газов пленками может носить поверхностный или объемный характер. При поверхностном поглощении для небольших степеней покрытия количество сорбированного газа прямо пропорционально времени сорбции. Объемное поглощение происходит за счет диффузии газов в пленку, и количество поглощенного газа на начальном участке сорбционной кривой пропорционально корню квадратному из времени сорбции.

Поверхностный характер сорбции наблюдается обычно при низких температурах, объемный – при высоких. Титановая пленка при температуре выше 150 К водород поглощает объемно. Коэффициент диффузии водорода при температуре 220 К составляет $10^{-15} \text{ см}^2/\text{с}$, а при 300 К – $2 \cdot 10^{-11} \text{ см}^2/\text{с}$.

В случае поверхностного поглощения водорода на титановых пленках при $T > 77 \text{ К}$ за счет каталитических реакций со свободным углеродом, растворенным в пленке, происходит образование и выделение метана.

Такие газы, как N_2 , O_2 , CO и CO_2 , начинают поглощаться титаном объемно только при температуре более 1000 К. Поглощение воды сопровождается выделением водорода.

Сорбционные характеристики пленок сильно зависят от условий их образования. Пленка, осажденная при низкой температуре, имеет пористую структуру, что приводит к значительному повышению скорости поглощения газов.

2.7.4 Конструкции испарительных насосов

Конструкция испарительного насоса в основном определяется типом испарителя. Испарители бывают прямонакальные, подогревные, электронно-лучевые и дуговые.

В качестве прямонакального испарителя используется биметаллическая проволока с молибденовым керном, на который иодидным способом осажден слой титана.

Подогревный испаритель представляет собой сферическую оболочку из активного материала, внутри которой расположен проволочный нагреватель. Максимальная рабочая температура испарителей на основе титана составляет 1150 °С, что обеспечивает максимальную скорость испарения 1 мг/с.

Электронно-лучевой испаритель – это электронная пушка с вольфрамовым катодом, помещенная в поперечное магнитное поле. Магнитное поле позволяет разместить пушку вне зоны нанесения активного материала. Между пушкой и мишенью прикладывается ускоряющее напряжение в несколько тысяч вольт. Максимальная скорость испарения из жидкой фазы может достигать 30 мг/с.

В дуговых испарителях активный материал распыляется в катодном пятне дуги постоянного тока. Катодное пятно хаотически перемещается по поверхности охлаждаемого водой катода из титана. Плотность тока в пятне достигает 10^6 А/см². Дуга горит в парах испаряемого материала, что позволяет поддерживать разряд даже в условиях сверхвысокого вакуума. Возбуждение дуги происходит, например, при коротком замыкании подвижного электрода. Питание дуги осуществляется от источника постоянного тока 30–50 В, 100–180 А. Максимальное давление запуска не пре-

вышает 10 Па. При больших давлениях анодное пятно становится неподвижным и может расплавить стенку насоса. Скорость испарения в дуговых испарителях достигает 20 мг/с.

В насосах испарительного типа, не имеющих устройств для ионной откачки, предельное давление составляет обычно 10^{-7} Па. Охлаждение активной пленки до температуры жидкого азота снижает предельное давление до 10^{-11} Па.

Верхний предел рабочих давлений, равный 10^{-2} Па, лимитируется образованием во время работы испарителя оксидов, нитридов и карбидов на поверхности активного материала, что приводит к уменьшению скорости испарения. Максимальная быстрота действия насосов такого типа при откачке водорода достигает $2 \cdot 10^5$ л/с. Применение испарительных насосов неэффективно при откачке продуктов органического происхождения и инертных газов.

Испарительный насос (рисунок 2.19) состоит из корпуса 4, в котором размещается испаритель 5. Атомы активного металла, вылетающие из испарителя, конденсируются на экранах 2 и обеспечивают откачку химически активных газов. Экран 3 защищает откачиваемый объект, присоединяемый к насосу через фланец 1, от проникновения паров испаряемого материала. Экраны 2 для повышения быстроты откачки могут охлаждаться жидким азотом.

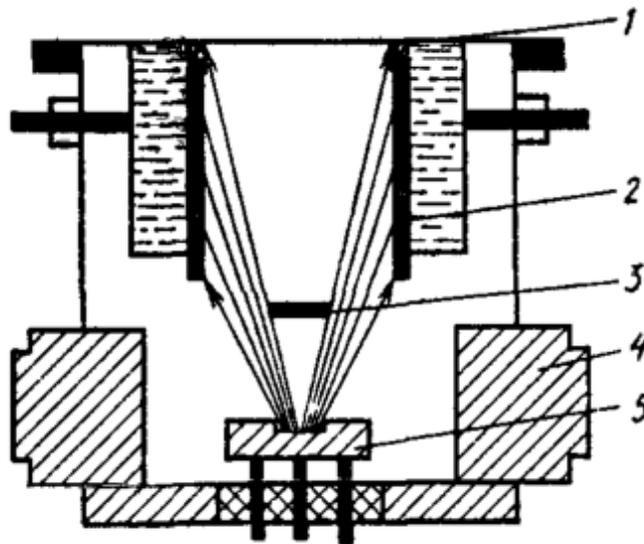


Рисунок 2.19 – Испарительный насос

2.7.5 Криоконденсационная откачка

Криоконденсационная откачка возможна при условии, что давление откачиваемого газа в вакуумной системе выше давления его насыщенных паров в насосе.

Быстрота конденсационной откачки рассчитывается по формуле

$$S_k = 36,4\beta\sqrt{\frac{T_\Gamma}{M}}\left(\gamma - \frac{\exp(M - N/T_\Pi)}{p_\Gamma}\sqrt{\frac{T_\Gamma}{T_\Pi}}\right),$$

где p_Γ – давление газа; M и N – постоянные коэффициенты.

При $\beta = \gamma = 1$

$$S_{\max} = 36,4\sqrt{\frac{T_\Gamma}{M}}. \quad (2.27)$$

Предельное давление криоконденсационной откачки зависит от температуры поверхности, на которой происходит конденсация откачиваемого газа.

2.7.6 Криoadсорбционная откачка

Криoadсорбционная откачка осуществляется адсорбцией газов на охлаждаемых адсорбентах. Количество адсорбированного газа должно составлять значительную часть газа в объеме вакуумной системы, что обычно наблюдается при температуре адсорбирующих поверхностей ниже температуры кипения газа при атмосферном давлении.

Быстрота адсорбционной откачки определяется процессом нестационарной диффузии газа в пористой структуре адсорбента. Диффузия идет как в газовой фазе, так и по поверхности пор. При низких температурах в микропорах определяющей становится поверхностная диффузия.

Быстрота непрерывной адсорбционной откачки

$$S_H = S_{\max}\left(1 - \frac{K_{T1}P_2}{K_{T2}P_1}\right), \quad (2.28)$$

где $S_{\max} = v_{\text{л}} F K_{T2}$ – максимальная быстрота откачки; $v_{\text{л}}$ – скорость транспортирования адсорбента; F – площадь поперечного сечения адсорбционного слоя.

2.7.7 Конструкции криогенных насосов

Рассмотрим основные конструктивные варианты криогенных насосов. Для работы в низком вакууме используются насосы погружного типа (рисунок 2.20, а), а для работы в высоком вакууме – заливного типа (рисунок 2.20, б). Адсорбент 1 для предотвращения загрязнения и улучшения условий охлаждения помещается внутри пористого металлического фильтра 2. Нагреватель 3 служит для регенерации адсорбента после его насыщения откачиваемым газом.

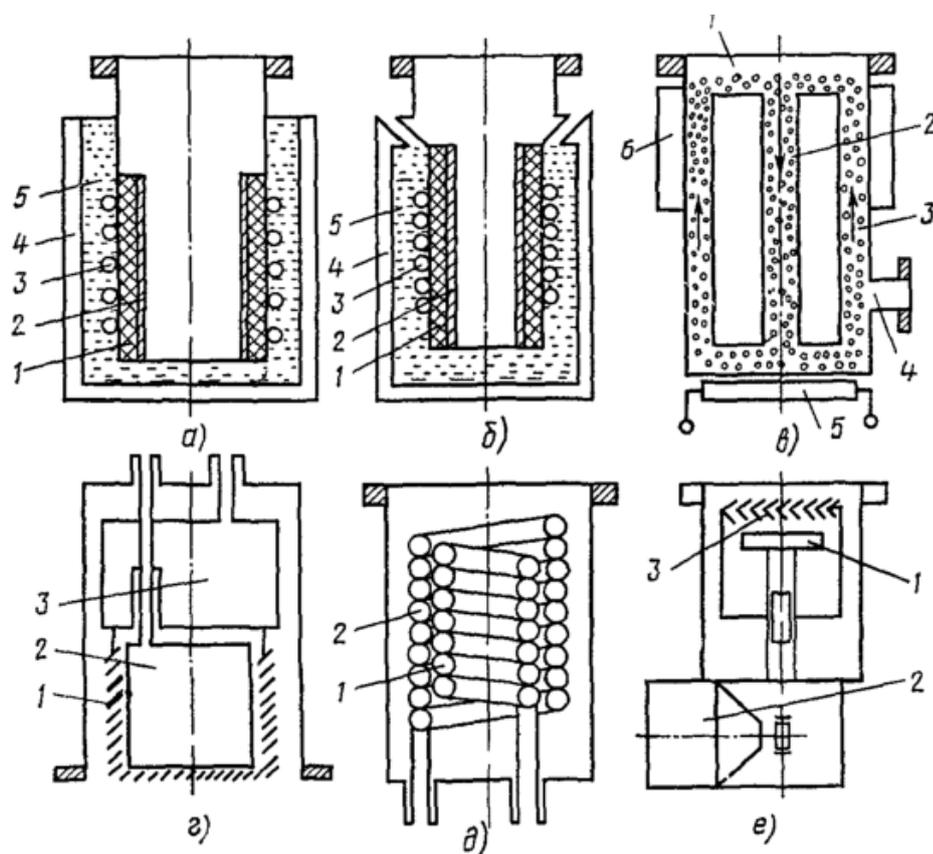


Рисунок 2.20 – Конструктивные схемы криогенных насосов

Разница в конструкции насосов погружного и заливного типов состоит в том, что сосуд Дьюара 4 для размещения криоагента 5 в насосах погружного типа выполняется съемным, а в насосах

заливного типа в качестве теплоизоляции между стенками насоса и сосудом с криоагентом используется вакуум, создаваемый самим насосом. В качестве криоагентов используются сжиженные газы.

Конструкции криоадсорбционных насосов с неподвижным адсорбентом просты, но требуют дополнительной арматуры и дублирования откачных средств для обеспечения непрерывного процесса откачки, имеют высокие эксплуатационные расходы криоагента и электроэнергии на изменение температуры не только самого адсорбента, но и корпуса насоса.

Схема криоадсорбционного насоса с движущимся адсорбентом (рисунок 2.20, в) обеспечивает постоянство быстроты откачки и предельного давления независимо от времени работы насоса. Адсорбент движется по замкнутому контуру с линейной скоростью $v_{л}$, проходя камеру адсорбции 1, шлюз 2, нагреватель 5, камеру десорбции 4, шлюз 3, холодильник 6, и вновь попадает в камеру адсорбции.

Криоконденсационные насосы заливного типа устроены следующим образом (рисунок 2.20, г). В полость 2 заливается низкотемпературный криоагент (жидкий гелий или водород), а в полость 3 – высокотемпературный криоагент (жидкий азот). Экраны 1 защищают поверхность сосуда с низкотемпературным криоагентом от излучения стенок насоса, не препятствуя проникновению откачиваемого газа к охлажденной поверхности. Очень часто в криоконденсационных насосах используется адсорбционный способ поглощения неконденсирующихся газов, для чего поверхность сосуда с низкотемпературным криоагентом покрывается адсорбентом в виде пористой оксидной пленки (или в процессе работы насоса на ней осаждаются пористый слой хорошо конденсируемых газов).

Криоконденсационные насосы испарительного типа (рисунок 2.20, д) имеют криопанели в виде змеевиков, по которым циркулируют пары криоагента, испаряющегося из сосуда Дьюара. Циркуляция может осуществляться за счет создания избыточного давления в сосуде Дьюара или всасывающего действия механического вакуумного насоса. Испаряющийся в криопанели 1 крио-

агент используется для охлаждения внешнего экрана 2, защищающего криопанель от излучения стенок насоса.

Криосорбционные насосы могут снабжаться автономными криогенераторами (рисунок 2.20, *e*), в которых криопанель 1 охлаждается от автономной газовой машины 2, а экран 3 служит для уменьшения притока теплоты к криопанели.

Для откачки широко применяются адсорбенты с большой площадью внутренней поверхности – активные угли, цеолиты, силикагели.

Активные угли – пористые углеродные адсорбенты, которые получают из торфа, каменного угля, опилок и других видов органического сырья путем термической обработки без доступа воздуха для удаления воды и смол с последующей активацией окислением при температуре около 900 °С в присутствии CO₂. Так как поверхность углерода электронейтральна, то адсорбция на углях в основном определяется дисперсионными силами взаимодействия. Активные угли имеют поры различных размеров. Площадь поверхности активных углей при насыпной плотности 0,5 г/см³ может достигать 2000 м²/г.

Цеолиты – это алюмосиликаты, содержащие SiO₂ и Al₂O₃, окислы щелочных и щелочно-земельных металлов, а также молекулы кристаллической воды. После удаления кристаллической воды термообработкой при 400– 500 °С в различных типах цеолитов появляется регулярная структура пор размером от 30 до 90 нм. Поверхность цеолитов полярна, и адсорбция во многом зависит от ориентационного эффекта взаимодействия. Цеолиты бывают природные и синтетические, получаемые кристаллизацией исходных компонентов из раствора при температуре 100 °С. Активная поверхность цеолитов может достигать 1000 м²/г при насыпной плотности 0,7 г/см³.

Силикагель – аморфная форма гидратированного кремнезема (SiO₂*n*H₂O), получаемого при взаимодействии силикатов щелочных металлов и минеральных кислот. При высушивании гидрогеля кремниевой кислоты образуется структурная сетка из сферических частиц, поверхность пор в которой может достигать 500 м²/г

при насыпной плотности $0,7 \text{ г/см}^3$. Размеры пор изменяются от 100 до 700 нм в зависимости от режимов обработки.

2.7.8 Ионно-сорбционная откачка

При ионно-сорбционной откачке используют два способа поглощения газа: внедрение ионов в объем твердого тела под действием электрического поля и химическое взаимодействие откачиваемых газов с тонкими пленками активных металлов.

Высокоэнергетические ионы или нейтральные частицы, бомбардируя твердое тело, проникают в него на глубину, достаточную для их растворения. Этот способ удаления газа является разновидностью ионной откачки. Максимальную удельную геометрическую быстроту ионной откачки можно рассчитать по формуле

$$S_{\Gamma} = \mu N_{+} / n = \mu i_{+} / (nq),$$

где μ – коэффициент внедрения ионов; $N_{+} = i_{+} / q$ – удельная частота бомбардировки; i_{+} – плотность ионного тока; q – элементарный электрический заряд; n – молекулярная концентрация газа.

Коэффициент внедрения учитывает частичное отражение и рассеивание, возникающие при ионной бомбардировке. Коэффициент внедрения сильно зависит от температуры тела и слабо – от плотности тока и ускоряющего напряжения.

Распыление активного материала может осуществляться независимо от процесса откачки, например с помощью регулирования температуры нагревателя. Расход активного материала осуществляется независимо от потока откачиваемого газа.

Более экономно активный металл расходуется при саморегулировании распыления.

2.7.9 Конструкции ионно-сорбционных насосов

Пример конструкции насоса с независимым распылением активного материала представлен на рисунке 2.21, *a*. Насос состоит из корпуса 6, холодильника 5, распылителя 4, управляющей сетки 3, ионизирующей анодной сетки 2, катода 1. Электроны, выле-

тающие из термокатода, направляются на распылитель и анодную сетку, к которым приложено положительное напряжение в несколько сотен вольт. Электронная бомбардировка распылителя разогревает его до температуры испарения находящегося на нем активного металла. При этом электроны, направляющиеся к анодной сетке 2, совершают до попадания на нее несколько колебаний, ионизируя путем соударения молекулы остаточных газов. Сетка 3 служит для поддержания постоянства эмиссионного тока при временном отравлении катода.

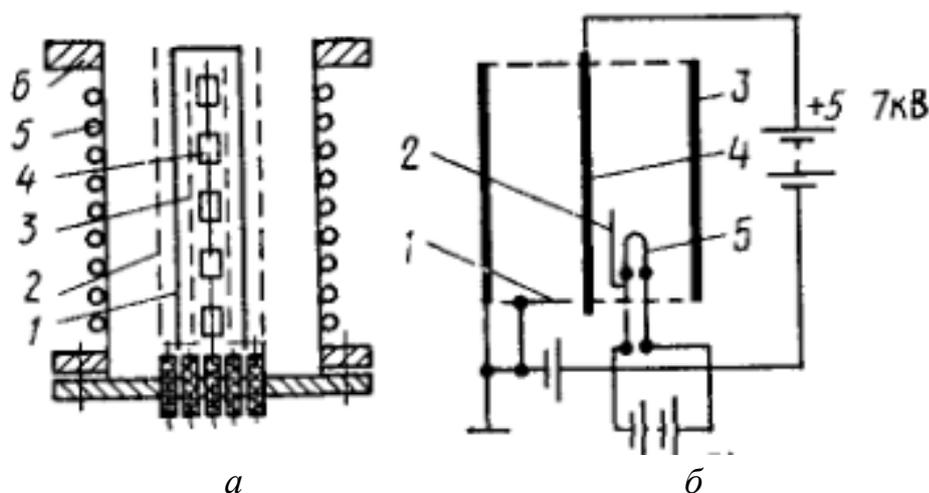


Рисунок 2.21 – Конструктивные схемы ионно-сорбционных насосов

Ионизированный газ хорошо сорбируется активным металлом, напыленным на поверхность стенки корпуса, и ионной откачкой путем внедрения положительных ионов в материал стенок корпуса.

Электродная система, обеспечивающая эффективную ионизацию молекул остаточных газов при ионной откачке, используется в конструкции орбитронного насоса (рисунок 2.21, б). Электроны, эмитируемые небольшим вольфрамовым катодом 5, под действием положительного потенциала анода 4 и сеток 1 направляются в пространство ионизации между concentrically расположенными анодом 4 и коллектором ионов 3. Одновременно благодаря наличию присоединенного к катоду специального электрода 2 электронам сообщаются касательные скорости, обеспечивающие их движение по круговым траекториям, что в несколько тысяч раз

увеличивает пробег электрона по сравнению с расстоянием между катодом и анодом. Положительные ионы, образовавшиеся в результате ионизации остаточных газов, под действием ускоряющего поля внедряются в коллектор ионов, которым может служить корпус насоса. Одновременно с анода, разогретого до температуры испарения электронной бомбардировкой, активный материал напыляется на коллектор ионов, что обеспечивает хемосорбционное поглощение откачиваемого газа и «растворение» поглощенных молекул.

Недостатком этих насосов является то, что скорости распыления активного металла и производительность откачки в них независимы друг от друга. Это часто приводит к непроизводительному расходу активного металла.

Саморегулирование скорости распыления обеспечивается в магниторазрядном насосе (рисунок 2.22, *а, б*), который состоит из двух катодов 1 и проволочного или цилиндрического анода 2, находящихся в магнитном поле. Магнитное поле направлено по оси анода, который имеет положительный относительно катодов потенциал 3–7 кВ.

Откачиваемые газы ионизируются электронами, появляющимися за счет автоэлектронной эмиссии из катода, и вторичными электронами, возникающими при бомбардировке катода ионами откачиваемого газа.

Напряженность магнитного поля выбирают таким образом, чтобы радиус траектории электронов был меньше радиуса анода. При этом общая длина траектории электрона до его попадания на анод сильно увеличивается, что ведет к возрастанию вероятности ионизации остаточных газов.

Положительные ионы, слабо отклоняющиеся магнитным полем, бомбардируют катод и распыляют активный металл, который осаждается на аноде. Один ион выбивает в среднем один атом активного материала, что и обеспечивает саморегулируемую скорость распыления при работе насоса.

Активные газы химически взаимодействуют с распыляемыми атомами материала катода и осаждаются на анод в виде химических соединений. Инертные газы откачиваются за счет ионной от-

качки: положительные ионы – внедрением в материал катода, отрицательные ионы и высокоэнергетические нейтральные частицы – на аноде. Основное количество инертных газов откачивается на аноде, так как из катодов в процессе их распыления наблюдается выделение поглощенных газов.

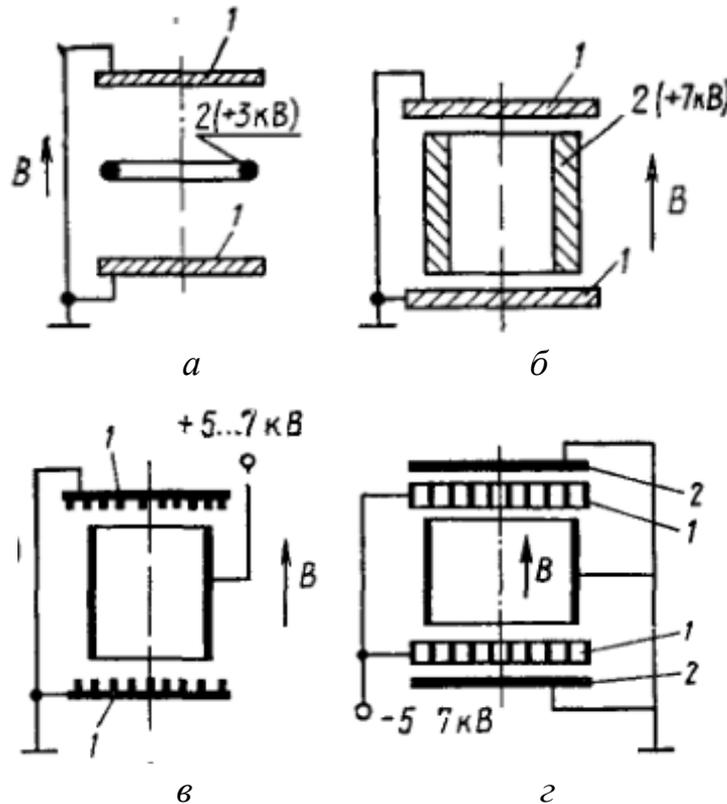


Рисунок 2.22 – Конструктивные схемы магниторазрядных насосов

Для повышения эффективности распыления активного материала применяются схемы диодных магниторазрядных насосов с ребристыми катодами (рисунок 2.22, в) и триодная схема (рисунок 2.22, г) с сетчатым катодом 1. Распыление активного материала в этих насосах ведется с больших поверхностей при малых углах падения ионов. В триодном насосе напыление осуществляется дополнительно на коллектор 2 (корпус насоса), который не бомбардируется положительными ионами.

Магниторазрядные насосы обладают заметной избирательностью в процессе откачки. Быстрота действия этих насосов при откачке водорода в три раза выше, а кислорода в два раза ниже, чем азота.

Быстрота действия при откачке инертных газов в диодных насосах составляет для гелия 10 %, неона 4 %, аргона, криптона и ксенона 1–2 % от быстроты действия при откачке азота. В конструкциях насосов триодного типа и насосов с ребристыми катодами быстрота действия при откачке аргона повышается соответственно до 25 % и 10 % от быстроты откачки азота.

При длительной откачке аргона в насосе может возникнуть аргонная нестабильность, сопровождающаяся периодическими колебаниями давления.

Предельное давление магниторазрядных насосов 10^{-8} – 10^{-10} Па. Для облегчения зажигания разряда в насосах при работе в сверхвысоком вакууме используется триггерное устройство на основе радиоактивных изотопов с электронным множителем.

Верхний предел рабочих давлений обуславливается газовыделением из-за перегрева электродов насоса. При давлении более 10^{-3} Па длительная работа насоса возможна лишь при дополнительном охлаждении его электродов. Кратковременная работа насоса при его запуске возможна с давления 1 Па.

Наличие загрязнений на электродах насоса, особенно органических, уменьшает быстроту действия насоса и ухудшает предельное давление, поэтому предварительная откачка этих насосов должна обеспечиваться безмасляными средствами.

Магниторазрядными насосами трудно обеспечить большую быстроту откачки из-за малой проводимости корпуса насоса, находящегося в магнитном зазоре.

2.8 Средства измерения вакуума

2.8.1 Основные типы вакуумметров

Тип вакуумметров выбирается в зависимости от глубины вакуума, требуемого диапазона и рабочих условий (агрессивные среды, вибрации, электромагнитные поля и т. п.).

Основные типы вакуумметров, диапазоны давлений, при которых они используются, и принцип действия указаны на рисунке 2.23.

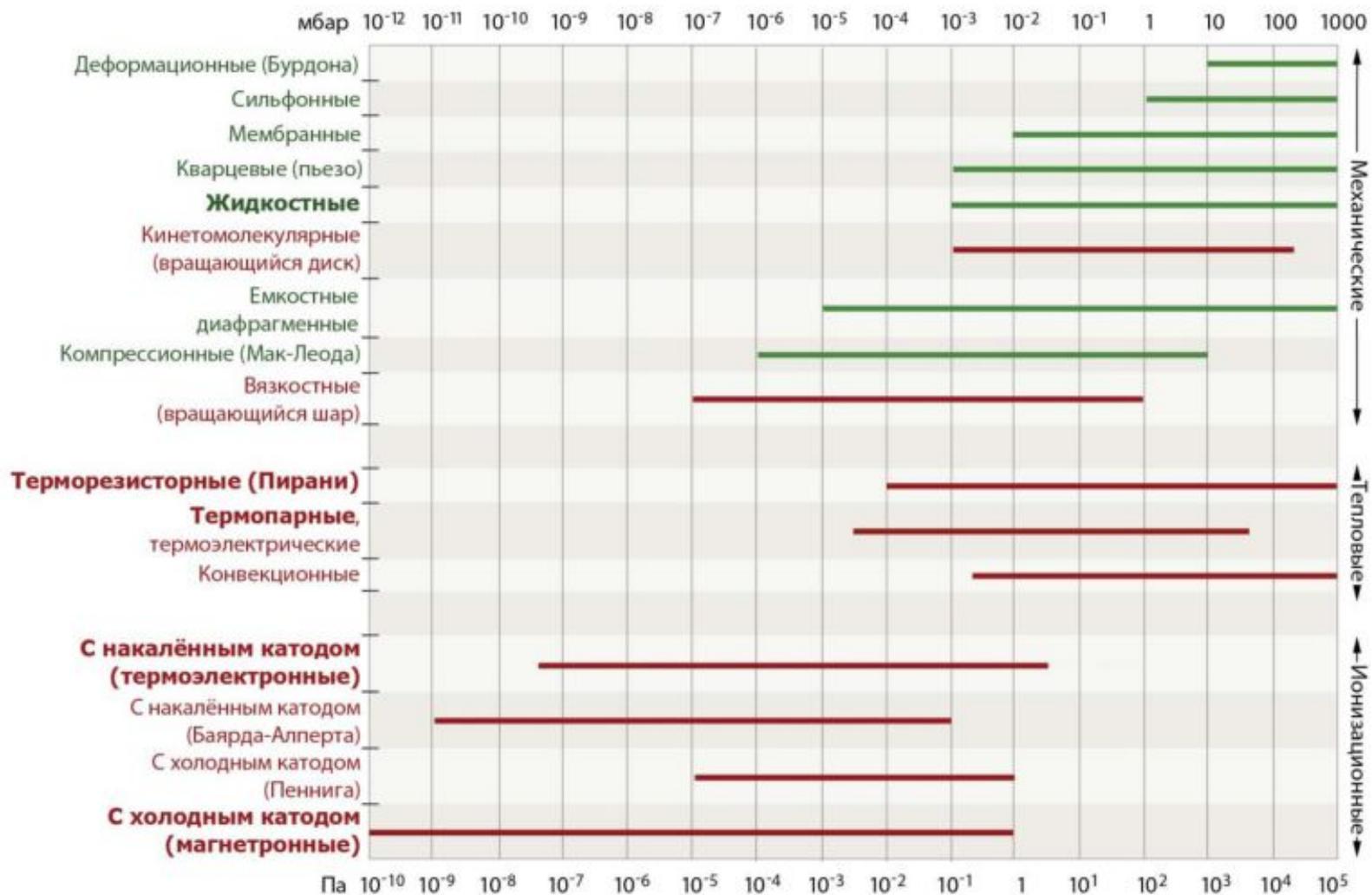


Рисунок 2.23 – Основные типы вакуумметров и измеряемые ими диапазоны давлений

2.8.2 Жидкостный U-образный манометр

Один конец U-образной трубки жидкостного манометра соединён с областью измеряемого давления, а другой – с областью заданного давления, например атмосферного. Давление измеряется по разности уровней жидкости в коленах. В зависимости от плотности рабочей жидкости (масло, ртуть и др.) и размеров прибора такой манометр может измерять узкий диапазон давлений в пределах от 10 до 10^5 Па. Всевозможные модификации жидкостных манометров существенно расширяют пределы измерений.

Преимущества: показания не зависят от типа газа в измеряемой области; простота конструкции.

Недостатки: ограниченная область измеряемых давлений; смешивание паров рабочей жидкости с газом в измеряемой области (часто требуется охлаждаемая ловушка).

Тип вакуума: средний.

2.8.3 Терморезисторный вакуумметр (Пирани)

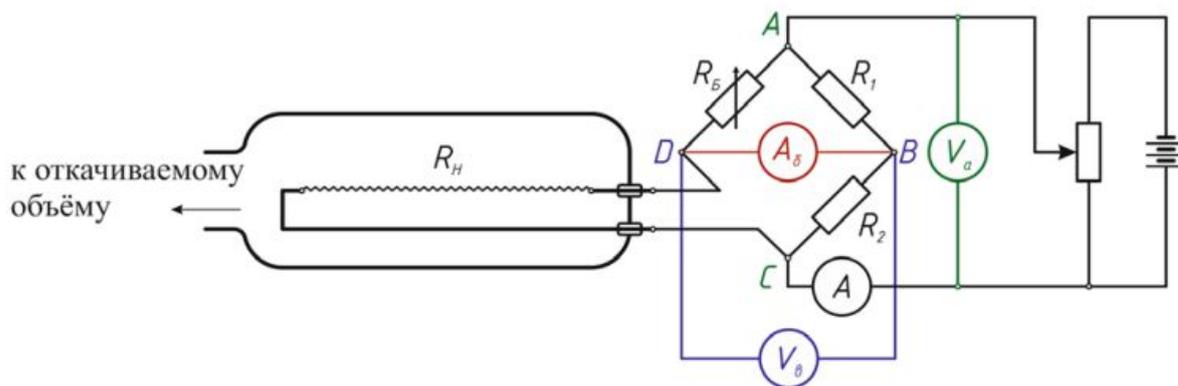
Принцип действия тепловых вакуумметров основан на зависимости теплопроводности газа от давления. Чувствительным элементом терморезисторного датчика (рисунок 2.24) является тонкая металлическая нить накала (вольфрам, платина), помещенная в атмосферу откачиваемого газа, сопротивление которой зависит от температуры. Нить включена в одно из плеч мостовой схемы и разогрета до нескольких сотен градусов пропускаемым по ней током. Джоулево тепло, выделяемое нитью, отводится в основном через газовую среду со скоростью, определяемой коэффициентом теплопроводности. В зависимости от способа измерения вакуумметр работает в режиме поддержания постоянного сопротивления моста, а значит, и температуры нити (*a*), постоянного напряжения на клеммах *A*, *C* моста (*b*) или постоянного тока через мост (*в*). Мост изначально сбалансирован при давлении много ниже рабочего диапазона.

В случае (*a*) напряжение на клеммах *A*, *C* моста автоматически подбирается так, чтобы мост всё время оставался сбалансированным при изменении давления, то есть мера давления в системе

$$P \sim V^2 - V_0^2,$$

где V_0 – напряжение на клеммах при начальной балансировке.

В случае (б) мерой давления служит ток разбалансировки моста, в случае (в) – напряжение на клеммах B, D .



R_n – сопротивление нити накала; R_B – сопротивление балансировки;
 V_a – вольтметр для измерения напряжения на клеммах A, C в режиме (а);
 $A_б$ – амперметр для измерения тока разбалансировки моста в режиме (б);
 $V_в$ – вольтметр для измерения напряжения на клеммах B, D в режиме (в)

Рисунок 2.24 – Принципиальная схема терморезистивного вакуумметра (Пирани)

В области низкого вакуума коэффициент теплопроводности перестаёт зависеть от давления, а при давлении менее 10^{-3} мм рт. ст. основную роль в процессе теплоотвода начинает играть излучение. Оба эти фактора ограничивают применение данного типа датчиков областью среднего вакуума.

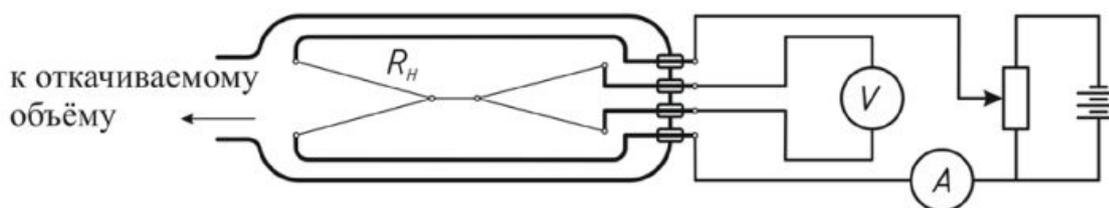
Преимущества: практически неограниченный срок службы в неагрессивных средах за счёт низкой степени окисления нити при низких температурах нагрева. Способность выдерживать прорыв атмосферы.

Недостатки: при давлении более 1 мбар показания существенно зависят от типа газа; тепловая инерция – запаздывание показаний при резком изменении давления; необходимость перекалибровки датчика в связи с изменением сопротивления после длительного времени эксплуатации.

Тип вакуума: средний.

2.8.4 Термопарный вакуумметр

Термопарный вакуумметр также относится к тепловым и обладает теми же ограничениями, преимуществами и недостатками, что и терморезисторный. Вакуумметр работает в режиме поддержания заданного постоянного тока, протекающего через нить накала (рисунок 2.25), подобно терморезисторному в режиме (в). Однако изменение температуры нити с изменением давления фиксируется непосредственно с помощью термопары, присоединённой к её центру.



R_n — сопротивление нити накала; V — вольтметр для измерения ЭДС термопары; A — амперметр для контроля постоянного тока накала нити

Рисунок 2.25 – Принципиальная схема термопарного вакуумметра

ЭДС термопары измеряется вольтметром и может быть переведена в единицы давления с помощью градуировочной кривой. В современных приборах такая кривая заложена внутрь схемы, а в случае выявления отклонений существует возможность автоматической перекалибровки датчика.

Тип вакуума: средний.

2.8.5 Магнетронный вакуумметр (с холодным катодом)

Измерительный объём магнетронного датчика (рисунок 2.26) находится между катодом и анодом, к которым приложено напряжение ($\sim 2-6$ кВ), а также помещен в постоянное магнитное поле ($\sim 0,2-2$ кГс). Случайным образом возникшие вблизи катода электроны (например, вследствие автоэлектронной эмиссии) движутся к аноду под действием скрещенных электромагнитных полей по удлиненной траектории. При этом повышается вероятность соударения электронов с молекулами откачиваемого газа и их иониза-

ции. Образовавшиеся ионы ускоряются в электрическом поле анодно-катодного промежутка и выбивают из материала катода вторичные электроны (вторичная электронная эмиссия), которые также ионизируют газ, двигаясь к аноду по сложной циклической траектории.

В результате возникает электрический разряд, ток которого в достаточно широком диапазоне зависит от давления. На диапазон измеряемых давлений существенно влияет конструкция магнетронного датчика. В инверсно-магнетронном датчике анодом служит центральный металлический стержень, а катодом – осесимметричная обечайка, магнитное поле создается внешним постоянным кольцевым магнитом (рисунок 2.26).

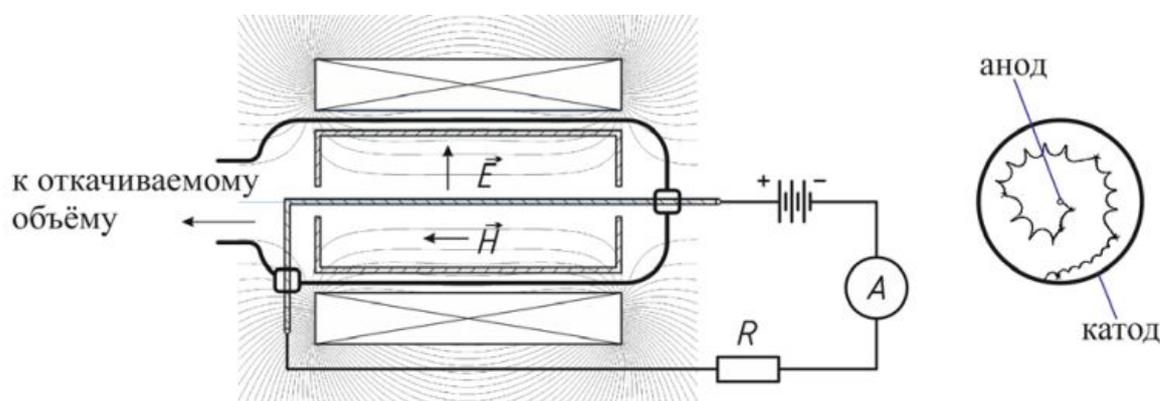


Рисунок 2.26 – Принципиальная схема инверсно-магнетронного вакуумметра и траектории электронов в нем

Преимущества: может включаться в широком диапазоне давлений, так как не содержит нагретых деталей и не боится окисления. Устойчив к прорыву атмосферы.

Такие вакуумметры применяются в автоматизированных технологических процессах вследствие простоты эксплуатации и нечувствительности к внешним воздействиям.

Недостатки: нежелательно длительное использование в диапазоне среднего вакуума, особенно в атмосфере аргона, так как это приводит к распылению материала катода потоком ионов, что может стать причиной короткого замыкания и сбоев датчика.

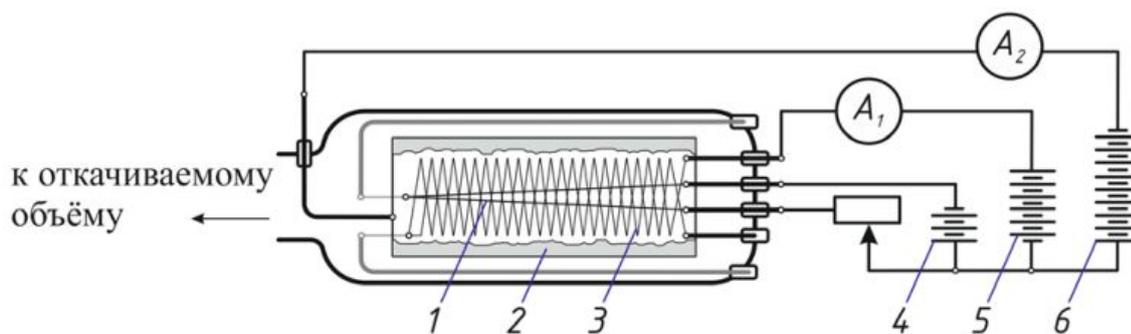
Не рекомендуется использование в системах с масляным типом откачки, так как углеводороды со временем образуют устойчивую пленку на поверхности катода, которая искажает показания

датчика. Является источником магнитного поля, что может влиять на работу других приборов.

Тип вакуума: высокий, сверхвысокий.

2.8.6 Термоэлектронный вакуумметр (с накаливаемым катодом)

Катодом термоэлектронного вакуумметра является накаливаемая нить 1 (рисунок 2.27). Эмитируемые накаливаемым катодом электроны под действием ускоряющего электрического поля устремляются по направлению к аноду 2, создавая в его цепи 5 электронный ток. Анод, как правило, выполнен в виде спирали или сетки с большим шагом, поэтому значительная часть электронов проходит между витками анода и тормозится полем коллектора 3, имеющего по отношению к катоду отрицательный потенциал. Не дойдя до коллектора ионов, электроны останавливаются и начинают движение обратно к аноду-сетке. Снова значительная часть электронов проходит между витками анода и тормозится уже полем катода. Каждый электрон может сделать несколько таких колебаний, прежде чем попасть на сетку.



1 – катод, 2 – коллектор, 3 – анод, 4 – цепь регулировки тока накала, 5 – цепь анода, 6 – цепь коллектора, A_1 – амперметр для измерения электронного тока, A_2 – амперметр для измерения ионного тока

Рисунок 2.27 – Принципиальная схема термоэлектронного вакуумметра

Времени жизни электронов в откачиваемом объеме достаточно, чтобы ионизировать значительную часть находящегося в датчике газа. Ионы притягиваются полем коллектора, рекомбинируют на его поверхности, создавая в цепи коллектора 6 ионный ток.

Ионный ток в цепи коллектора пропорционален плотности газа и служит мерой давления.

Преимущества: применимость для измерения давлений всех газов и паров.

Недостатки: зависимость показаний от рода газов; необходимость обезгаживания для устранения искажений показаний, недопустимость работы выше заданного диапазона давлений и прорыва атмосферы при включенном катоде (накаленная спираль быстро окисляется и перегорает).

Тип вакуума: высокий.

3 ПРОМЫШЛЕННЫЕ ЭЛЕКТРОННО-ИОННО-ПЛАЗМЕННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

3.1 Преимущества вакуумных технологий

Электронно-ионно-плазменные (ЭИП) технологии – процессы обработки материалов высокоэнергетическими потоками частиц (электронами, ионами, молекулами), газоразрядной плазмой и излучениями (оптическим, гамма, рентгеновским). В сфере производства при получении конструкционных материалов и их обработке существуют две конкурирующие среды: атмосферная и жидкостная. Однако сверхчистые материалы невозможно получить в атмосфере из-за растворения загрязняющих газов в объеме и на поверхности. Их химический состав и свойства поверхности нельзя должным образом оценить из-за поверхностной адсорбции паров и газов. Традиционные инструменты формообразования и размерной обработки резанием и пластическим деформированием имеют прочностные пределы миниатюризации и не в состоянии обеспечить микрообработку. А потоки электронов и ионов, поддающиеся необходимой фокусировке, в атмосфере функционировать не могут. Нанесение гальванических покрытий и иные технологические методы формирования защитных свойств поверхностного слоя проводились в токсичных жидких или высокотемпературных паровоздушных средах и сопровождалось экологически опасными стоками и выбросами. Решение перечисленных проблем стало возможным благодаря новой технологической среде – вакууму, куда в настоящее время «уходят» многие традиционные технологические процессы. Плавка в вакууме позволяет получать особо чистые металлы, без дефектов и загрязнений. Сварка в вакууме избавляет от коррозионной хрупкости сварные швы и точки соединения. Вакуумная упаковка продуктов позволяет длительно сохранять все необходимые свойства, сушка в вакууме взамен высокотемпературной атмосферной не приводит к разложению веществ и образованию токсичных выбросов. Ваку-

умная техника и электронные технологии открывают принципиально новые процессы для обработки материалов. К распространенным методам ионно-плазменной модификации поверхности материалов и изделий можно отнести ионное травление и активацию, ионно-плазменное азотирование, электродуговое либо магнетронное напыление функциональных, в том числе и наноструктурных, покрытий. Комбинирование упомянутых методов модификации поверхности позволяет существенно улучшить потребительские свойства обрабатываемых изделий и оптимизировать необходимые характеристики модифицированных поверхностей.

3.2 Технология плазменного азотирования металлических изделий

Азотирование – процесс диффузионного насыщения поверхностного слоя металлов азотом при нагревании в соответствующей среде. Его внедрение в производство для увеличения твердости поверхностей различных деталей машин и инструмента началось в Германии более 80 лет назад. Особенно широко этот метод применяется для сплавов на основе железа. Азотированию можно подвергать любые стали перлитного, ферритного и аустенитного классов, а также чугуны и спеченные сплавы. Азотированные поверхности стальных изделий обеспечивают им такие важные характеристики, как твердость, износостойкость, сопротивление усталости, коррозионная и теплостойкость, тем самым многократно повышая ресурс работы механизмов в различных сферах машиностроения.

Процессы азотирования классифицируют:

- по агрегатному состоянию среды – в газах, жидких и твердых средах (в пастах или порошках);
- температуре процесса – 500–600 °С (низкотемпературное азотирование конструкционных и инструментальных сталей); 600–1200 °С (высокотемпературное азотирование жаропрочных сталей и тугоплавких металлов типа Ti, Mo, Nb, V и др.);

- составу рабочей среды – диссоциированный аммиак, расплавы цианидцианатных солей, газовые азотоводородные смеси с добавлением аргона, кислорода и углеродосодержащих газов;
- давлению в реакторе – азотирование при повышенном, пониженном и пульсирующем давлениях;
- способу подвода энергии – нагрев за счет конвекции, излучения, низкотемпературной плазмы, индукционного и лазерного воздействия;
- типу технологического оборудования – тигельные, шахтные, камерные, вакуумные печи;
- структуре получаемых диффузионных слоев на поверхности металлов – азотирование с получением композиционного слоя, содержащего области нитридов и твердого раствора; азотирование с получением только области твердого раствора без нитридного слоя на поверхности.

В настоящее время для проведения различных процессов химико-термической обработки деталей машиностроения в газовых средах достаточно интенсивно применяют плазменную активацию химических реакций. Плазмохимические процессы используют при получении различных упрочняющих (TiN, TiN_{Al}, TiC) и просветляющих (C:H_ пленки) покрытий, порошков и нанопорошков (TiO₂), алмазных и алмазоподобных пленок, нанотрубок. Для плазменной активации рабочих газов используют микроволновую плазму, высокочастотный, дуговой и тлеющий разряды, мощные ионные пучки. Классификация процессов азотирования изделий с применением электрических разрядов приведена на рисунке 3.1.

В настоящее время бурное развитие и практическое применение получают методы ионно-плазменного азотирования. Данный технологический способ реализуется в газовой среде пониженного давления при возбуждении электрических разрядов в рабочей камере под действием электрического поля между электродами, в качестве одного из которых используются объекты модификации – поверхности обрабатываемых (насыщаемых) деталей. Благодаря активации газовой среды ионное азотирование имеет ряд ключевых преимуществ перед традиционными способами. Во-первых, оно обеспечивает высокую скорость формирования диф-

фузионного слоя и, как следствие, снижение затрат за счет сокращения расходов на электроэнергию, охлаждающую воду, рабочие газы и другие ресурсы.

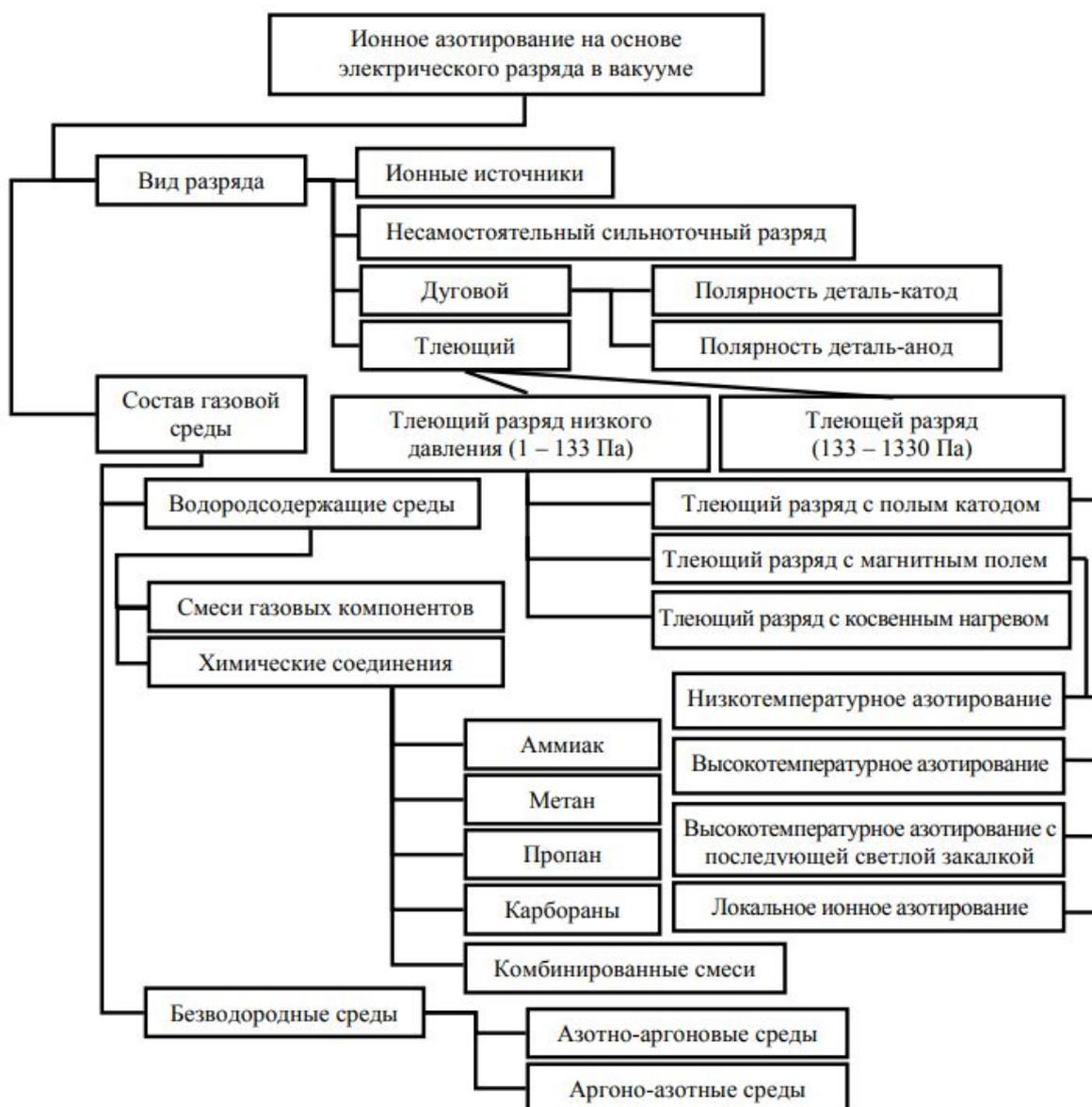


Рисунок 3.1 – Классификация процессов азотирования металлов с применением электрического разряда в газе

Во-вторых, возможно проведение регулируемых процессов азотирования с высокой точностью повторяемости строения диффузионного слоя от загрузки к загрузке. В-третьих, процесс полностью автоматизируется. В-четвертых, процесс не токсичен и отвечает требованиям экологии.

3.3 Азотирование металлических изделий в плазме вакуумного дугового разряда

Большинство известных плазменных технологий базируется на применении дугового разряда (электрической дуги) в качестве источника энергии для ведения технологических процессов. Дуговыми называют разряды при плотности тока 10^2 – 10^3 А/мм² и относительно низком катодном падении потенциала (порядка потенциалов ионизации и возбуждения атомов газовой среды или испаряемого металла). Последнее – результат действия иных механизмов катодной эмиссии электронов, чем в тлеющем разряде. Они создают плотность тока, обеспечивающую протекание полного разряда. Катоды дуг испускают электроны в результате термоэлектронной, автоэлектронной и термоавтоэлектронной эмиссии. Основными типами дуговых разрядов, которые широко используются для технологических целей, являются:

- при низком давлении разряд с холодным катодом и перемещающимися катодными пятнами (эмиссия происходит из постоянно перемещающихся катодных пятен с плотностью тока 10^4 – 10^7 А/см²);

- при высоком давлении (0,1–1,0 атм) – плотная низкотемпературная равновесная плазма с электронной температурой 0,5–1,0 эВ и выше. В отличие от дугового разряда при нормальном (атмосферном) давлении, дуговой разряд в вакууме происходит в парах металла, при этом он локализуется в небольших областях, имеющих микронные размеры и хаотически перемещающихся по поверхности катода. Плотность мощности в таких областях, называемых катодными пятнами, достигает значений 10^9 Вт/см². Благодаря этому за время 5–40 нс (время покоя катодного пятна при его хаотическом движении) давление паров металла достигает $\sim 10^5$ Па, а степень ионизации паров металла может составлять величину, близкую к 100 %. Электронная температура плазмы дугового разряда в вакууме 5–20 эВ.

Использование для ионного азотирования плазмы дугового разряда, который характеризуется низким напряжением горения, высокой плотностью плазмы (до 10^{18} м⁻³), большим значением

разрядного тока и широким диапазоном давлений, при которых он стабильно зажигается и горит, является сегодня одним из перспективных вариантов. Метод ионного азотирования в плазме дуговых разрядов позволяет существенным образом снизить температуру и продолжительность поверхностной обработки. Азотирование в плазме дуговых разрядов проводится или с холодным катодом (двухступенчатый вакуумно-дуговой разряд, реализуемый с помощью электродугового испарителя), или с горячим термоэмиссионным катодом (с использованием источника газовой плазмы). Преимуществами ионного азотирования в дуговом разряде перед традиционным ионным азотированием в тлеющем разряде являются более высокая концентрация заряженных частиц в плазме дугового разряда, меньшее насыщение водородом азотированных деталей, проведение процесса азотирования в более чистых вакуумных условиях при давлении азота на 1–2 порядка ниже. Наиболее распространенный материал при азотировании – это титан. Титановые сплавы, обладающие уникальным сочетанием механических, физических и технологических свойств, таких как высокая удельная прочность, низкая плотность, высокая коррозионная стойкость и жаропрочность, широко применяются в авиационной и космической технике, медицине (имплантаты различного назначения), автомобилестроении и т. д. К недостаткам титановых сплавов, особенно нелегированных (например, технически чистого титана ВТ1-0), можно отнести невысокую твердость, а также неудовлетворительные триботехнические характеристики. Более высокие, чем при традиционных способах обработки, служебные характеристики титановых сплавов могут быть получены при низкотемпературном азотировании, что, однако, исключает возможность применения высокотемпературных процессов газового или ионного азотирования, которые протекают при температурах 800–900 °С и 550–600 °С соответственно и во время которых происходит рекристаллизация материала, а следовательно, ухудшение его свойств. Снизить температуру азотирования титановых сплавов можно путем проведения процесса в плазме несамостоятельного дугового разряда низкого давления. Так как рабочее давление при

этом на порядок ниже, чем при азотировании в плазме тлеющего разряда, то соответственно ниже и остаточное давление кислорода, что позволяет использовать в качестве плазмообразующего газа либо технически чистый азот, либо его смеси с инертными газами (например, N_2+Ar). Более низкое рабочее давление приводит также к увеличению длины свободного пробега ионов в плазме, а подача на оснастку с обрабатываемыми образцами отрицательного напряжения смещения от 100 до 1000 В вызывает формирование вблизи ее поверхности слоя пространственного заряда, ширина которого меньше или сравнима по величине с длиной свободного пробега ионов. Это обеспечивает практически бесстолкновительный режим попадания ускоренных ионов, энергия которых равна величине приложенного напряжения, на поверхность образцов. Часть этой энергии расходуется на нагрев материала, а часть – на распыление поверхностного слоя, в частности естественной оксидной пленки на поверхности титана и его сплавов. Рассмотрим процесс азотирования титана на примере работы промышленной установки типа ННВ-6.6-И1, оснащенной двумя плазмодгенераторами «ПИНК» на основе несамостоятельного дугового разряда низкого давления (рисунок 3.2). Процесс азотирования осуществляется по элионной (электронно-ионной) схеме, когда очистка и нагрев образцов обеспечиваются электронной или ионной составляющей плазмы в зависимости от выбранного режима.

На дверце и верхней стенке вакуумной камеры размером $600 \times 600 \times 600$ мм располагаются газоразрядные плазмодгенераторы «ПИНК». Откачка вакуумного объема осуществляется диффузионным паромасляным насосом до предельного остаточного давления $0,5 \cdot 10^{-3}$ Па. В электронном режиме анодом является манипулятор с оснасткой 5, а питание разряда осуществляется от источника ИП-Э. В ионном режиме анодом служат стенки вакуумной камеры 4, а на расположенный в центре камеры манипулятор с оснасткой с площадью поверхности $\sim 0,05$ м² подается отрицательное напряжение смещения от источника питания В/Н. Такое подключение обеспечивает проведение процесса азотирования за счет ионной составляющей плазмы. Элионный режим работы по-

звояет проводить эффективное азотирование при низких температурах.

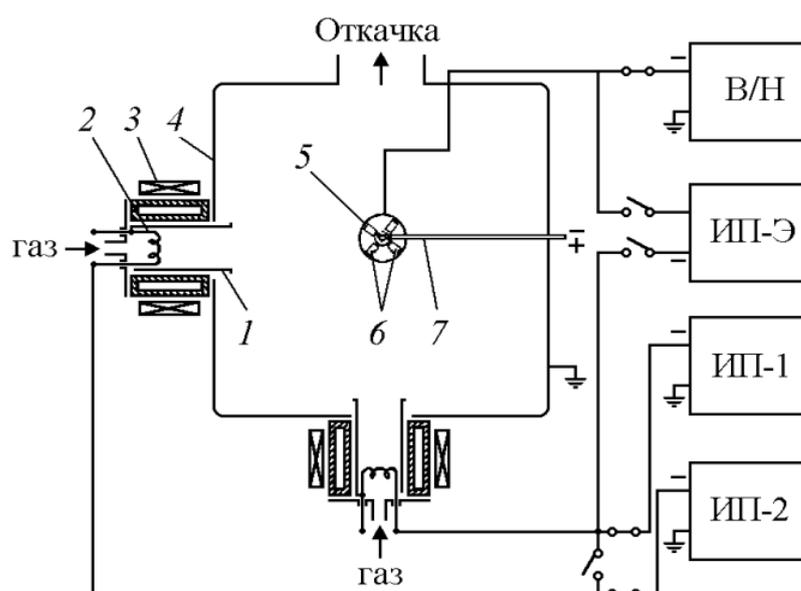


Рисунок 3.2 – Внешний вид установки для азотирования в дуговом разряде и ее схема: 1 – холодный катод; 2 – нагретый катод; 3 – магнитная катушка; 4 – вакуумная камера; 5 – технологическая оснастка; 6 – образцы; 7 – термопара; В/Н – источник отрицательного напряжения смещения; ИП-1 и ИП-2 – источники питания плазмогенераторов; ИП-Э – источник питания электронного режима

В качестве примера рассмотрим процесс азотирования титанового сплава ВТ1-0 (0,01 Si; 0,07 C; 0,20 O₂; 0,04 N₂; 0,01 H₂, масс.%, остальное Ti) в крупнозернистом и субмикроструктурном

ском состоянии со средним размером зерна $\sim 5\text{--}7$ нм и ~ 150 нм соответственно. Процесс азотирования проводился при температуре 420°C в течение 40 мин в газовой смеси азота и аргона с содержанием азота от 40 до 60 %.

Структурные исследования методом растровой электронной микроскопии (рисунок 3.3) показали, что при концентрации азота 60 % на поверхности сплава ВТ1-0 в субмикроструктурном состоянии формируется слой отдельных мелкодисперсных частиц (рисунок 3.3, в) размером несколько десятков нанометров.

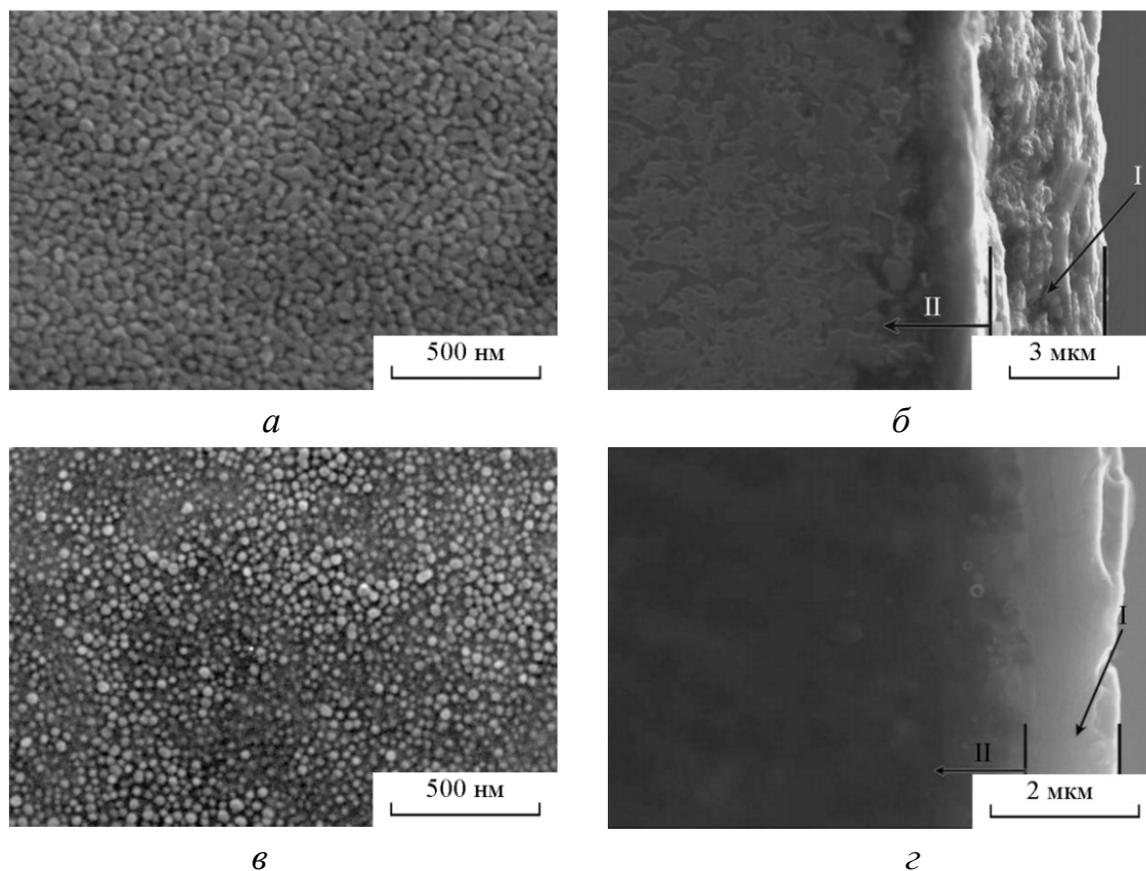


Рисунок 3.3 – Изображение морфологии поверхности (а, в) и структуры (б, г) модифицированного слоя титанового сплава ВТ1-0 в крупнозернистом (а, б) и субмикроструктурном (в, г) состоянии после азотирования в смеси $60\text{N}_2\text{--}40\text{Ar}$ в течение 40 мин при температуре 420°C : I – нитридный слой, II – диффузионная зона насыщения азотом

Такие же частицы образуются на поверхности крупнозернистого сплава, но в этом случае наблюдается их объединение в агломераты (рисунок 3.3, а). Толщина нитридного слоя, формирую-

щегося на поверхности крупнозернистого образца, составляет $\sim 3,5$ мкм (рисунок 3.3, б), а на поверхности образца в субмикрористаллическом состоянии $\sim 1,5$ мкм (рисунок 3.3, з). На рисунке 3.4 показана зависимость нанотвердости поверхности сплава ВТ1-0 от глубины проникновения индентора для исходного образца (1) и образцов после азотирования при 500, 550 и 600 °С. Процесс ионно-плазменного азотирования проводился на установке типа «Булат-6» в азотной плазме. Длительность процесса азотирования при рабочей температуре 500–600 °С составляла 2 ч.

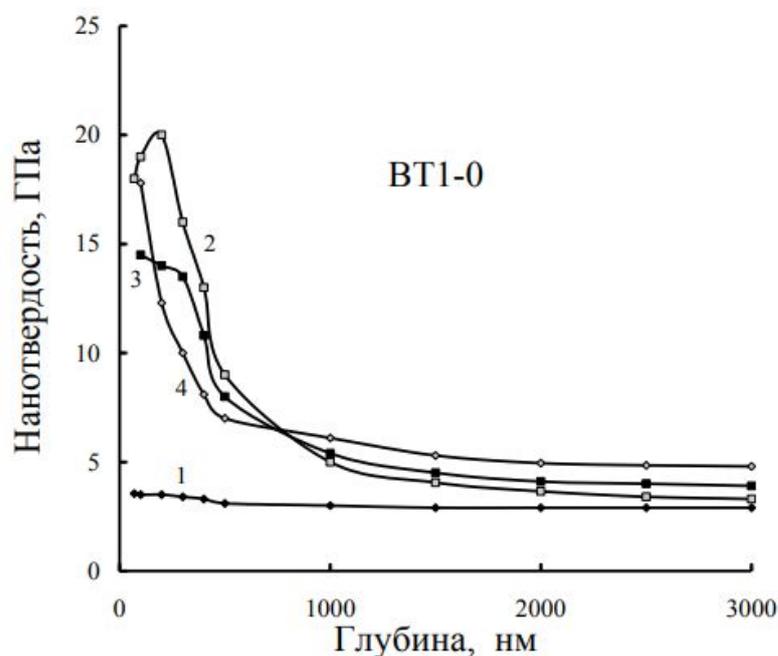


Рисунок 3.4 – Зависимость нанотвердости поверхности сплава ВТ1-0 от глубины проникновения индентора для исходного образца (1) и образцов после ионного азотирования в течение 2 ч при температуре 500 (2); 550 (3); 600 °С (4)

Ионное азотирование титанового сплава ВТ1-0 приводит к формированию на поверхности градиентной по твердости структуры. Максимальная твердость азотированного слоя достигает 20 ГПа (исходная твердость титана 3,2 ГПа). При этом увеличение температуры образцов в процессе азотирования от 500 до 600 °С приводит к возрастанию глубины азотированного слоя. В результате ионного азотирования возрастает стойкость сплава к коррозии и износу.

3.4 Азотирование металлических изделий в плазме тлеющего разряда

Ионное азотирование в плазме тлеющего разряда по сравнению с традиционными методами отличает ряд важных преимуществ:

- высокая скорость насыщения;
- получение диффузионных слоев заданного фазового состава и строения;
- высокий класс чистоты поверхности;
- значительное сокращение общего времени процесса за счет уменьшения времени нагрева, охлаждения и исключения промежуточных технологических операций по активации поверхности деталей;
- большая экономичность процесса за счет увеличения коэффициента использования электроэнергии и сокращения расхода насыщающих газов, а также экологическая чистота.

Температура азотирования в тлеющем разряде обычно составляет 470–580 °С, напряжение 400–900 В, давление газовой среды в рабочем пространстве камеры 133–1330 Па. Рабочее давление лимитируется свойствами тлеющего разряда. При давлении ниже 133 Па энергия ионов недостаточна для нагрева обрабатываемой детали до рабочей температуры. При давлении выше 1330 Па нарушается стабильность разряда, тлеющий разряд переходит в дуговую форму, что сопровождается появлением на поверхности оплавленных микрократеров. В плазме тлеющего разряда на чистом азоте недопустимо присутствие кислорода ввиду формирования в процессе нагрева на поверхности обрабатываемых стальных деталей оксидных пленок, препятствующих насыщению. Изменение концентрации водорода в азотно-водородной смеси в пределах от 1:9 до 9:1 практически не влияет на структурно-фазовые параметры диффузионного слоя. Процесс ионного азотирования в водородосодержащих средах (аммиак, смесь азота с водородом) достаточно хорошо изучен в отечественной и зарубежной литературе. Водород, являясь хорошим восстановителем, оказывает существенное влияние на кинетику формирования азо-

тированного слоя, ускоряя процесс. Таким образом, процесс ионного азотирования в тлеющем разряде реализуется в две стадии: очистка и активация поверхности катодным распылением при пониженном давлении (13,3 Па), высоком напряжении (~1000 В), малой плотности ионного тока (~0,5 мА/см²) и собственно насыщение при давлении газа выше 133 Па. Электрические и вакуумные параметры разряда при катодном распылении гарантируют активацию поверхности и разрушение оксидных пленок, а на второй стадии обеспечивают нагрев поверхности до температуры диффузии, активность газовой фазы, поддержание градиента концентрации азота на поверхности и регулирование процесса по фазовому составу диффузионного слоя. Однако использование в качестве рабочего газа аммиака вредно для экологии, а также взрывоопасно. В связи с этим сегодня ужесточаются условия по его приобретению и хранению. Кроме того, присутствие только водорода и азота в насыщающей среде вызывает охрупчивание поверхности (особенно острых кромок) и разупрочнение основы, что в определенных условиях ведет к снижению прочности и долговечности элементов конструкций. Добавка аргона в водородосодержащую насыщающую среду способствует повышению пластичности азотированного слоя.

Вид тлеющего разряда и установки для азотирования в его плазме представлен на рисунке 3.5.

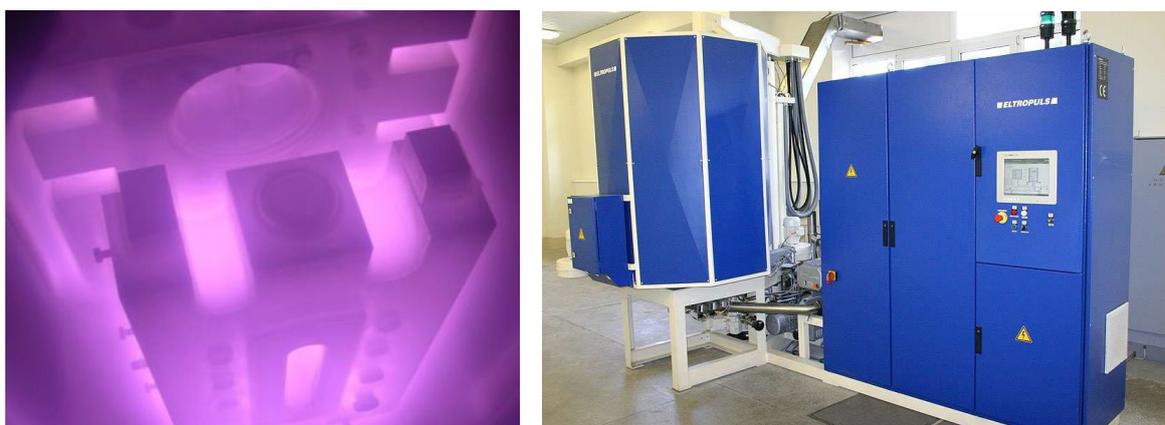


Рисунок 3.5 – Характерный вид тлеющего разряда на стадии изотермической выдержки: давление в камере 500 Па, напряжение разряда 500 В, ток разряда 12 А. Фотография промышленной установки «Эльтропульс» (Германия)

В последнее время для азотирования конструкционных и инструментальных материалов в тлеющем разряде рассматриваются методы и способы, которые избавят технологический процесс от применения аммиака.

3.5 Технологии нанесения сверхтвердых и износостойких покрытий на изделия из металлов

Проблема нанесения покрытий, включая сверхтвердые и износостойкие, является одной из самых обширных среди современных актуальных направлений технологии и материаловедения. В ней переплетаются научные аспекты, относящиеся к физике, химии, механике. Такие покрытия применяются во многих областях науки и техники, поэтому потребность в них постоянно возрастает. Многие требования, предъявляемые к промышленному изделию, в основном определяются свойствами поверхностного слоя материала, из которого оно изготовлено. Использование дорогих и дефицитных материалов для производства изделий часто бывает нецелесообразным. Поэтому на практике задача получения требуемых характеристик изделия решается за счет использования материалов со специальными покрытиями, обеспечивающими нужный комплекс свойств. Нанесение покрытий позволяет объединять свойства двух и более материалов (подложки и покрытия), в результате чего можно получать заданные характеристики, которыми не обладает один из материалов. Существуют упрочняющие, износостойкие, высокотемпературные, оптические, биосовместимые, декоративные покрытия. Среди множества различных методов нанесения покрытий особое место занимают вакуумные ионно-плазменные методы, в которых используется низкотемпературная газоразрядная плазма. Популярность этих методов обусловлена:

- достижением высокой чистоты покрытий и однородности их толщины;
- формированием сложных покрытий различного состава;
- нанесением высокоадгезионных покрытий;

- проведением процесса нанесения при низкой температуре подложки;
- высокой скоростью нанесения покрытий;
- регулированием технологических процессов и их полной автоматизацией;
- безопасностью для окружающей среды и экономической выгодой.

Кроме того, что в ионизованном или возбужденном состоянии атомы и молекулы легче взаимодействуют друг с другом, делая процесс нанесения покрытий более эффективным.

Методы получения покрытий классифицируются исходя из физической сущности процессов, лежащих в их основе и определяющих физико-механические и эксплуатационные свойства покрытий:

- по состоянию вещества для получения покрытий (твердое, жидкое, атомарное или ионизованное);
- по способу получения вещества для нанесения покрытий (CVD, PVD и комбинированные);
- по составу транспортной, защитной или реакционной атмосферы (вакуум, инертный газ, плазма, реактивный газ);
- по способу активации процесса формирования покрытий (термический, плазменный, ионная бомбардировка, электронная или фотонная стимуляция);
- по характеру процессов, протекающих в зоне формирования покрытий (физическая конденсация, химические или плазмохимические реакции, диффузионное насыщение и т. п.).

Такое большое число классификационных признаков обусловлено разнообразием методов нанесения и существенным отличием свойств покрытий, получаемых разными методами.

Наиболее часто методы вакуумного ионно-плазменного нанесения покрытий делятся по способу формирования потоков осаждаемых частиц на методы ассистированного плазмой химического газофазного осаждения (PACVD – plasma assisted chemical vapour deposition) и методы физического газофазного осаждения (PVD – physical vapour deposition). К первому классу относятся технологии, в которых покрытие образуется в результате химических

реакций, протекающих в плазме, возбуждаемой тлеющим, дуговым, ВЧ- или СВЧ-разрядом. Ко второй группе технологий относятся методы, в которых покрытие на подложке осаждается из паровой фазы, получаемой за счет распыления или испарения поверхности мишени из наносимого материала. Основными из них являются вакуумное дуговое распыление, лазерная абляция, распыление ионным пучком, магнетронное распыление и термическое испарение.

3.6 Электронно-лучевое нанесение покрытий

В основе метода лежит принцип испарения материала мишени за счет воздействия на него потока электронов. Этот поток фокусируется на мишени при помощи магнита. Электронный луч нагревает мишень до температуры плавления, а затем и испарения. Испарение происходит в высоком вакууме (до 10^{-8} Па), что обеспечивает чистоту процесса. Материал мишени обычно закладывают в тигель либо испарение осуществляют из жидкой лунки массивной мишени, что также исключает загрязнение материалом тигля. Принципиальная схема осаждения покрытий методом электронно-лучевого испарения и фотография установки представлены на рисунке 3.6.

Преимущества электронно-лучевого испарения обусловлены тем, что энергия подводится непосредственно к поверхности мишени, где формируется поток пара. В зоне действия электронов может развиваться температура до $10000\text{ }^{\circ}\text{C}$. Благодаря этому можно получать сверхтвердые покрытия на основе тугоплавких металлов – тантала, молибдена и др. При электронно-лучевом испарении капельная фаза практически отсутствует, так как нагревается поверхность мишени. Подложки, на которые наносят покрытия, не нагреваются в процессе испарения, поскольку они располагаются на большом расстоянии от испарителя (десятки сантиметров). Метод позволяет варьировать скорость осаждения покрытий от 1 нм до нескольких микрометров в минуту. Эффективность использования материала мишени достаточно высока по

сравнению с другими методами. Покрытия, полученные с помощью электронно-лучевого испарения, имеют хорошую адгезию.

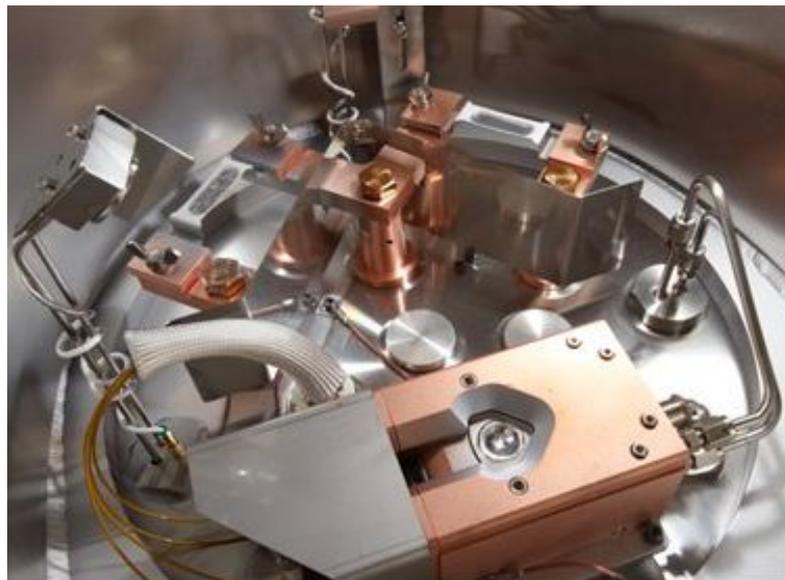
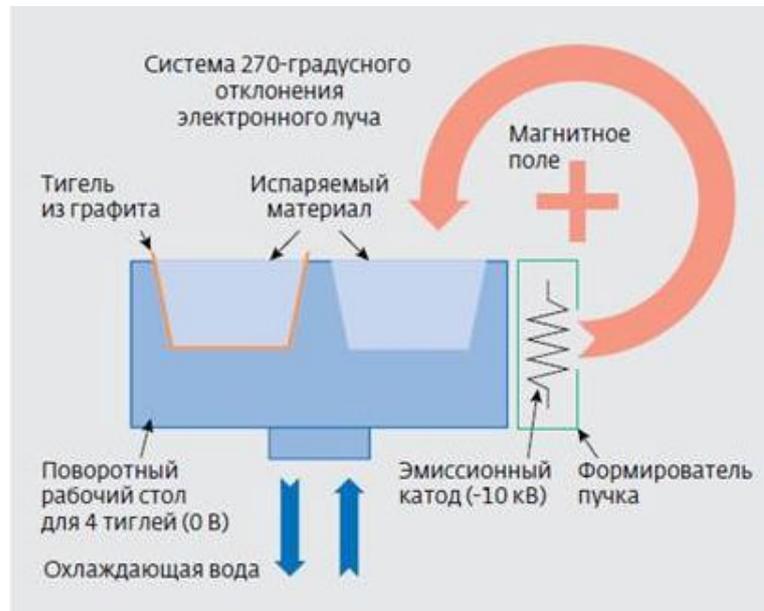


Рисунок 3.6 – Схема электронно-лучевого испарителя и фотография установки для электронно-лучевого испарения материалов

Данным методом получают покрытия из сплавов металлов, полупроводников и даже диэлектриков. При нанесении пленок сложного химического состава испарение вещества проводится в контролируемой газовой атмосфере, что позволяет избежать химического распада испаряемого вещества за счет выделения летучих компонентов. Например, напыление оксидных пленок

TiO₂–MnO₂ проводят в атмосфере, содержащей остаточный кислород. Электронно-лучевое испарение применяют при нанесении термостойких металлокерамических защитных покрытий для самолетов и лопастей турбин; коррозионно- и износостойких покрытий из TiC и TiB₂ для режущих инструментов; тонких покрытий TiO₂, ZrO₂, SiO₂ и HfO₂ в оптических приборах, солнечных элементах и датчиках; высококачественных эпитаксиальных покрытий в микроэлектронике.

3.7 Вакуумно-дуговое нанесение покрытий

В данном методе используется электрическая дуга для испарения материала из мишени-катода, затем атомы из газовой фазы конденсируются на подложке, образуя покрытие (рисунок 3.7). Между анодом, поджигающим электродом и катодом, выполненным из наносимого материала, подается напряжение. Поджигающий электрод служит для зажигания электрической дуги. Это действие производится кратковременным касанием поджигающего электрода поверхности катода.

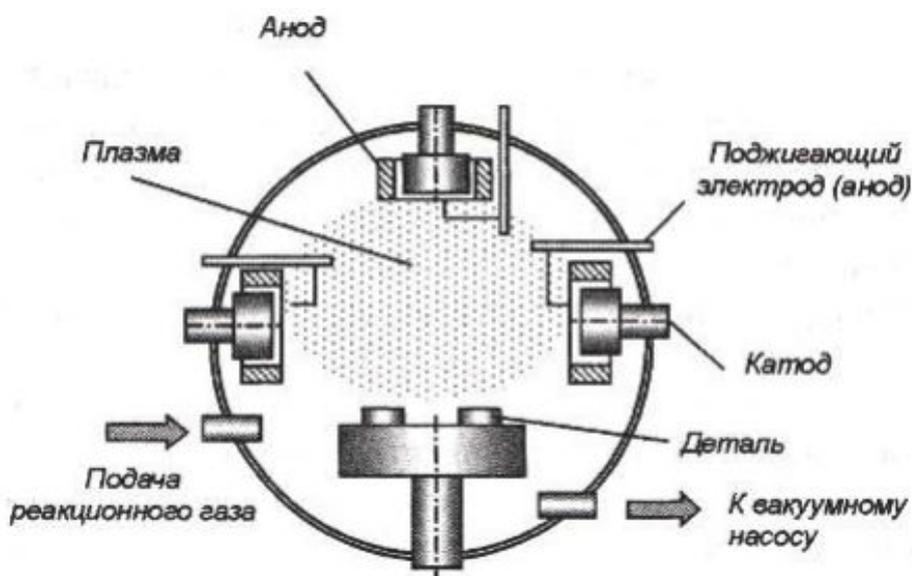


Рисунок 3.7 – Схема вакуумно-дугового нанесения покрытий

Локальная температура катодного пятна чрезвычайно высока (около 15000 °C), что вызывает интенсивное испарение и ионизацию в нем материала катода и образование высокоскоростных (до

10 км/с) потоков плазмы, распространяющихся из катодного пятна в окружающее пространство. Возникшая между анодом и катодом дуга устойчиво горит в парах материала катода при напряжении 20–30 В и силе тока 150–300 А. Испарение материала происходит из области катодных микропятен вакуумной дуги.

Наличие капель в газовой фазе является одним из основных недостатков электродугового нанесения покрытий (рисунок 3.8). При осаждении на подложку капли нарушают однородность пленки, ухудшают ее свойства. Для устранения капель в газовой фазе чаще всего применяют плазменные фильтры.

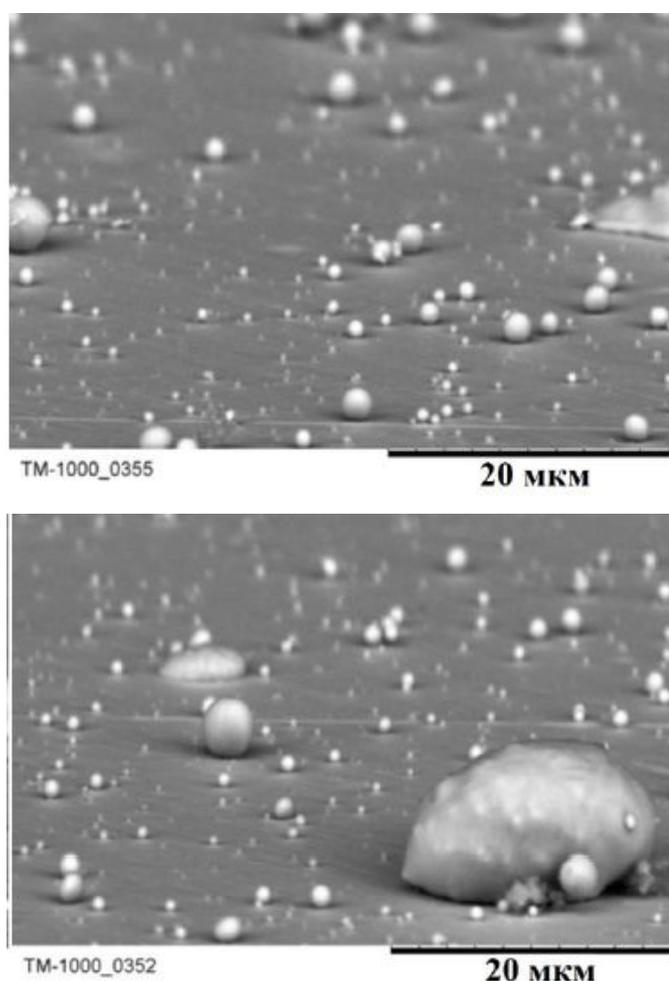


Рисунок 3.8 – Микрокапли на поверхности покрытия

Принцип работы большинства плазменных фильтров основан на том, что нейтральные атомы и макрочастицы, которые вылетают с катода, движутся прямолинейно и могут осаждаться на конструктивных элементах фильтра, при этом движением потоков

плазмы можно управлять с помощью магнитных и электромагнитных полей различных конфигураций. Магнитная сепарация плазменного потока вакуумно-дугового разряда от микрокапельной фракции используется уже более 30 лет. Первое из устройств очистки дуговой плазмы от макрочастиц, основанное на принципах плазменной оптики, представляло собой криволинейный плазмодовод в виде четверти тора. Внешними катушками, которые были размещены вдоль плазмодова, создавалось магнитное поле вдоль части соленоида. Плазменный источник с классическим криволинейным фильтром в виде четверти тора представлен на рисунке 3.9. Эти фильтры получили наибольшее распространение в научных лабораториях и используются при проведении исследований.

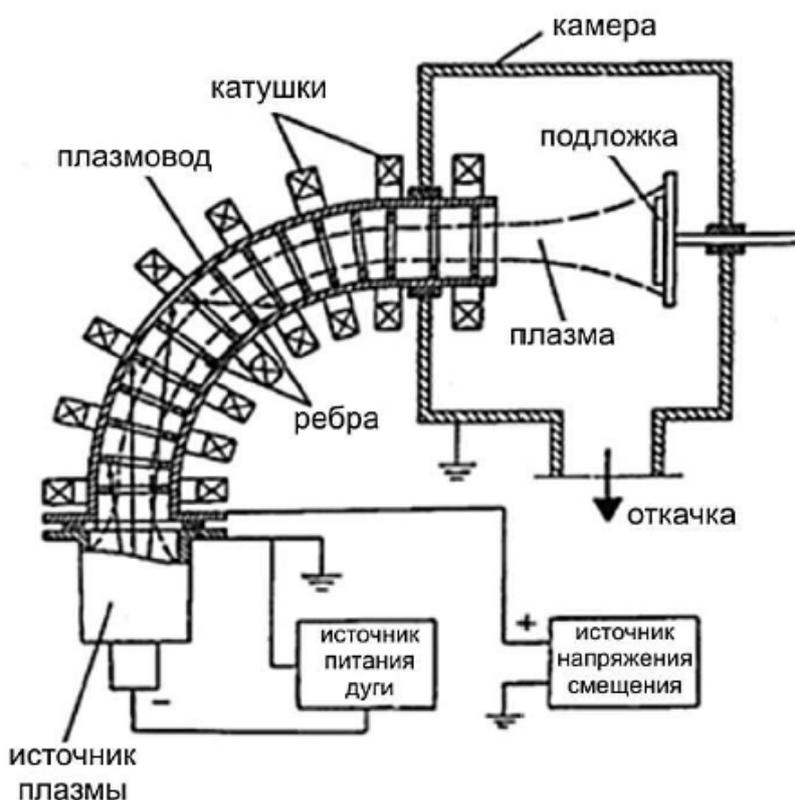


Рисунок 3.9 – Плазменный источник и криволинейный фильтр с плазмодоводом в виде четверти тора

Несмотря на простоту конструкции, фильтр имеет преимущество, связанное с тем, что макрочастицы вакуумной дуги пролетают между витками спирали, удаляясь из плазменного потока и не испытывая многократного отражения от стенок плазмодова.

Пример покрытия, нанесенного с применением такого фильтра, представлен на рисунке 3.10.

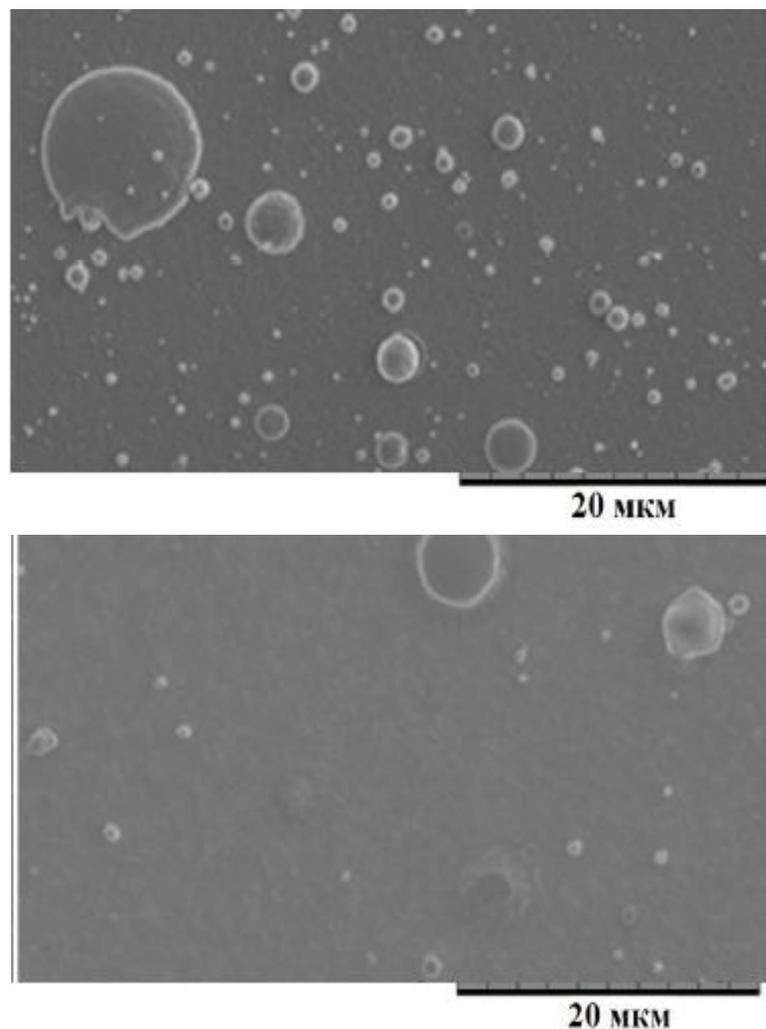


Рисунок 3.10 – Микрокапли на поверхности покрытия, нанесенного с применением фильтра

На рисунке 3.11 представлена конструкция дугового испарителя ДИ100.

Метод вакуумно-дугового нанесения покрытий применяют для нанесения покрытий на основе металлов, а также оксидов, нитридов и других материалов реактивным электродуговым осаждением в атмосфере, содержащей остаточный кислород (азот). Достоинствами метода являются возможности регулирования в широких пределах скорости нанесения покрытий, нанесения сложных по химическому составу покрытий (оксидов и др.), хорошая адгезия и стехиометрия получаемых покрытий. Электродуговое осаждение применяется для нанесения на поверхность

режущих инструментов износостойких и защитных покрытий, значительно продлевающих срок их службы.

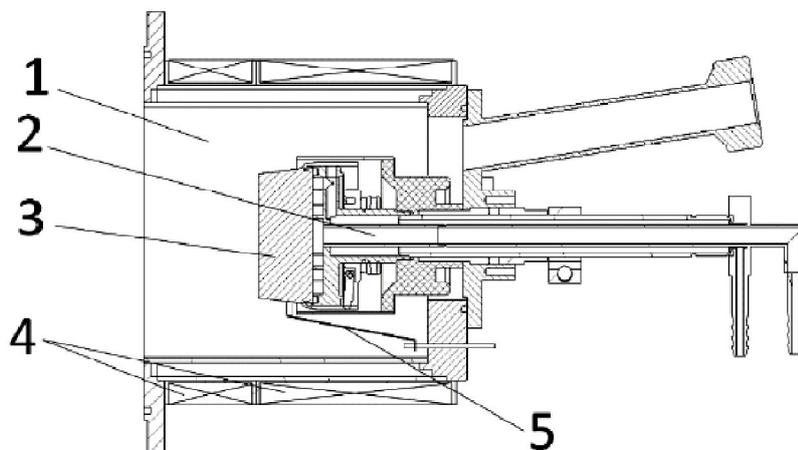


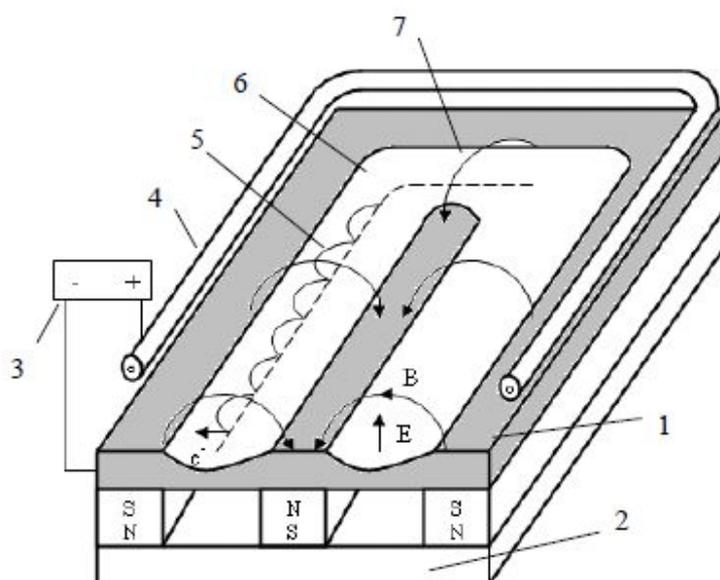
Рисунок 3.11 – Конструкция дугового испарителя ДИ100:
1 – водоохлаждаемый корпус; 2 – катододержатель; 3 – катод;
4 – катушки; 5 – поджигающий электрод. Ток разряда 45–250 А.
Напряжение горения разряда 22 – 40 В. Рабочее давление 0,01–1,3 Па.
Скорость напыления до 6 мкм/ч

При помощи данной технологии может быть синтезирован широкий спектр сверхтвёрдых и нанокompозитных покрытий, включая TiN, TiAlN, CrN, ZrN, AlCrTiN и TiAlSiN. Метод активно используется для нанесения декоративных покрытий. Например, покрытия из TiN напоминают золото.

3.8 Магнетронное распыление

В магнетроне с помощью электрического и магнитного полей плазма локализуется вблизи поверхности катода-мишени, что повышает эффективность распыления. Положительные ионы, образующиеся в разряде, ускоряются в направлении катода, бомбардируют его поверхность, выбивая частицы материала. Распыленные частицы мишени осаждаются в виде плёнки на подложке, а также частично рассеиваются на молекулах остаточных газов и осаждаются на стенках вакуумной камеры. Локализация плазмы вблизи катода позволяет достигать больших плотностей ионного тока при меньших рабочих давлениях и соответственно обеспечивать высокие скорости распыления. Магнетронное и катодное распыление

проводят как на постоянном (DC Sputtering), так и на переменном (RF Sputtering) токе. Распыление на постоянном токе применяют в случае проводящих мишеней. Для примера схема магнетронной распылительной системы с плоским катодом и параметры ее работы представлены на рисунке 3.12. Конструкция состоит из катода, магнитной системы, анода. Катод 1 охлаждается проточной водой. Напряжение, подаваемое на катод, равняется 300–700 В. Под катодом располагается магнитная система 2, состоящая из постоянных магнитов, закрепленных на магнитопроводе, изготовленном из магнитомягкого материала.



Давление, Па	10^{-2} –1
Напряжение на мишени, В	300–700
Удельная мощность, Вт/см ²	~100
Плотность ионного тока, мА/см ²	200
Расстояние до подложки, см	5–20
Скорость осаждения, нм/мин	До 3600
Степень использования материала мишени, %	До 80
Однородность толщины нанесенной пленки, %	$\leq \pm 1.2$
Площадь подложек, м ²	До 3.2×6

Рисунок 3.12 – Схема магнетронной распылительной системы с плоским катодом: 1 – катод-мишень; 2 – магнитная система; 3 – источник питания; 4 – анод; 5 – траектория движения электронов; 6 – зона распыления; 7 – силовая линия магнитного поля

Магнитная система создает над поверхностью катода магнитное поле 7. Составляющая этого поля параллельна плоскости катода. Анод 4 расположен над катодом и обеспечивает создание электрического поля, составляющая которого перпендикулярна плоскости катода. Из всех процессов распыления магнетронное получило наибольшее распространение, о чем говорит огромное количество публикаций, посвящаемых ему во всем мире. Несмотря на прогресс, который достигнут в развитии магнетронных распылительных систем, существует ряд проблем, препятствующих повышению эффективности этого оборудования и снижению стоимости продуктов, получаемых в результате его использования. Когда необходимо наносить диэлектрические пленки, часто применяется высокочастотное магнетронное распыление. Ранее предполагалось, что распыляемый материал обладает хорошей электропроводностью. При этом ударяющийся о катод ион рабочего газа нейтрализуется на нем и возвращается в вакуумный объем рабочей камеры. Если же распыляемый материал диэлектрик, то положительные ионы не нейтрализуются и за короткий промежуток времени после подачи отрицательного потенциала покрывают слоем мишень, создавая на ее поверхности положительный заряд. Поле этого заряда компенсирует первоначальное поле катода, находящегося под отрицательным потенциалом, и дальнейшее распыление становится невозможным, так как ионы из разряда не притягиваются к мишени. Поэтому диэлектрические мишени не могут распыляться в постоянном электрическом поле. Чтобы обеспечить распыление диэлектрической мишени, приходится нейтрализовать положительный заряд на ее поверхности подачей высокочастотного переменного потенциала. В промышленных установках ВЧ-распыление ведется на единственной разрешенной частоте 13,56 МГц, которая находится в диапазоне радиосвязи. Поэтому иногда ВЧ-распыление называют радиочастотным. В отличие от разряда на постоянном токе, в данном случае электроны не достигают анода, поскольку оба электрода находятся под отрицательным потенциалом относительно плазмы. Для нанесения пленок химических соединений (оксидов, нитридов) применяют реактивное магнетронное распыление. Требуемое химическое со-

единение получают, подбирая материал распыляемой мишени и рабочий газ. В данном методе в рабочую камеру в процессе распыления вводят определенное количество реактивных (химически активных) газов. Для нанесения пленок оксидов и нитридов в рабочий газ (аргон) добавляют соответственно кислород и азот. Недостаток реактивного магнетронного распыления – осаждение соединений на катоде, что существенно уменьшает скорость роста пленки. Так как условия реакции при нанесении диэлектрических пленок существенно зависят от постоянства в рабочем газе процентного содержания напускаемого реактивного газа, необходимо строго следить за его подачей. Для контроля за напуском газов в рабочую камеру используются электронные газовые натекатели.

3.9 Ионно-лучевое распыление

Ионно-лучевое распыление представляет собой значительно усовершенствованный вариант методов катодного и магнетронного распыления. Главное отличие метода в том, что ионы инертного газа подаются к распыляемому материалу (мишени) из отдельно расположенного независимого ионного источника в виде концентрированного потока с энергией 1–10 кэВ (рисунок 3.13). Процесс ведут в вакууме 10^{-3} – 10^{-2} Па. Поскольку образование ионного луча не связано с распыляемым материалом, то возможна реализация распыления как металлических, так и диэлектрических материалов (при использовании устройства, компенсирующего накопление положительного потенциала на поверхности мишени). Распыляемый ионами материал мишени может также ионизироваться и дополнительно ускоряться при подаче на подложку дополнительного потенциала смещения. Концентрация плазмы разряда внутри источника ионов позволяет избежать сильного разогрева материала подложки.

Недостатком метода ионно-лучевого распыления является сложность точного соблюдения химического состава осаждаемого покрытия. Это связано с тем, что при столкновении ионов с поверхностью мишени в ней протекает целый комплекс сложных процессов (преимущественное распыление, перемешивание,

радиационно-стимулированные диффузия и сегрегация, адсорбция Гиббса), которые могут изменять химический состав верхнего слоя мишени и напыляемого материала.

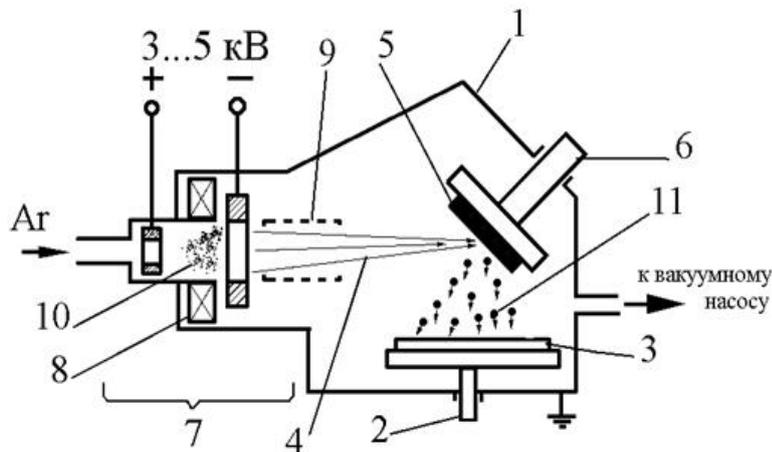


Рисунок 3.13 – Схема ионно-лучевого распыления:

- 1 – вакуумная камера; 2 – держатель подложки;
- 3 – подложка; 4 – концентрированный поток ионов;
- 5 – распыляемый материал; 6 – держатель мишени;
- 7 – ионно-лучевой источник; 8 – магнитная система концентрации плазмы тлеющего разряда;
- 9 – устройство фокусировки ионного луча;
- 10 – зона концентрации плазмы тлеющего разряда;
- 11 – поток частиц осаждающегося на подложку материала

Метод ионно-лучевого распыления применяется, в частности, для получения многослойных структур для нанoeлектроники с толщиной слоев 1–10 нм.

3.10 Технологии обработки поверхности металлических изделий сильноточным низкоэнергетическим электронным пучком

В настоящее время наибольшее распространение получили термические способы электронно-лучевой обработки. посредством электронно-лучевого нагрева выполняются следующие технологические операции:

- получение отверстий, резка металлов, диэлектриков, синтетических материалов;

– испарение металлов и оксидов с целью металлизации и напыления;

– сварка узлов электронных приборов, корпусов мощных полупроводниковых приборов, тугоплавких и химически активных металлов толщиной от нескольких десятых долей миллиметра до десятков и более миллиметров, крупногабаритных (более 100 мм) изделий ответственного назначения из различных металлов, когда необходимо глубокое и узкое проплавление, герметизация сваркой изделий электроники;

– получение сплавов особо чистых веществ;

– выращивание монокристаллов и т. д.

С технической точки зрения основными преимуществами электронно-лучевого нагрева следует считать: возможность в широких пределах плавно изменять удельную энергию в зоне нагрева; большую удельную мощность (от десятков ватт до нескольких мегаватт) в месте взаимодействия электронного луча с обрабатываемым изделием; управление пространственным положением луча с помощью магнитной системы; использование вакуума как рабочей среды; прецизионную (малоразмерную) зону воздействия электронного луча на обрабатываемый материал.

3.11 Электронно-лучевая сварка

Лучевые методы сварки находят успешное применение в различных отраслях промышленности. Среди этих методов наибольшее распространение получила электронно-лучевая сварка (ЭЛС), позволяющая соединять за один проход металлы и сплавы толщиной от 0,1 до 400 мм. Электронно-лучевая сварка относится к методам сварки высококонцентрированными источниками энергии и обладает широкими технологическими возможностями. Отклонение потока электронов в магнитном или электрическом поле осуществляется практически безынерционно. Это дает возможность перемещать пучок по поверхности свариваемой детали с помощью электромагнитной отклоняющей системы по прямой линии, окружности, прямоугольнику или другому сложному контуру. При

ЭЛС рабочее состояние можно изменять в значительных пределах без существенного изменения параметров шва.

Принцип действия электронной пушки с плазменным катодом основан на эмиссии электронов из плазмы под действием высоковольтного электрического поля (рисунок 3.14). Для генерации эмитирующей плазмы используется разряд типа пеннинговского (низковольтный отражательный разряд с полым катодом).

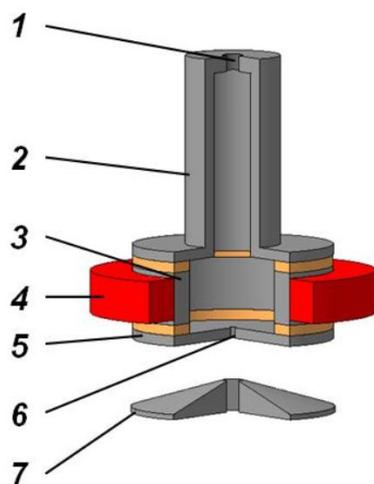


Рисунок 3.14 – Электродная схема пушки:
1 – канал в полым катоде; 2 – полый катод; 3 – анод;
4 – постоянный магнит; 5 – эмиттерный катод;
6 – эмиссионный канал; 7 – экстрактор

Разрядная камера образована полым катодом 2, цилиндрическим анодом 3 и эмиттерным катодом 5. Необходимое для зажигания и горения разряда напряжение прикладывается между катодами и анодом. В пространстве между полым и эмиттерным катодами постоянным магнитом 4 создается магнитное поле с индукцией $\sim 0,08-0,1$ Тл. Обычно используется низковольтная форма разряда с напряжением 350–450 В. Такой разряд существует при давлении газа в разрядной камере около $10^{-1}-10^{-2}$ мм рт. ст. Это более высокое давление, чем в вакуумной камере электронно-лучевой установки. Для поддержания такого давления в разрядную камеру через канал 1 в полым катоде напускается рабочий газ (воздух, гелий, азот, аргон и др.). Величина напуска газа невелика и обычно не превышает $20 \text{ см}^3 \cdot \text{атм/ч}$ (воздух). Разряд горит в непрерывном режиме. Ток разряда может меняться от 0,1 до 1,5–

1,8 А, что позволяет получать ток пучка от долей до сотен миллиампер. Изменение тока разряда приводит к изменению тока пучка. На этом основан принцип управления током электронной пушки с плазменным катодом. Ускоряющее электроны напряжение подается на катод 5 относительно заземленного экстрактора (ускоряющего электрода) 7. Выходящие из плазмы через канал 6 в эмиттерном катоде электроны формируются в пучок и фокусируются магнитным полем фокусирующей линзы.

На рисунке 3.15 для примера представлены электронные пушки компании ООО «ЭЛИОН».



Рисунок 3.15 – Пушка с плазменным катодом 30 кВ (слева) и пушка с плазменным катодом 60 кВ (справа)

Основные технические характеристики пушки с плазменным катодом 60 кВ:

- режим работы непрерывный, импульсный;
- рабочее давление в вакуумной камере 10^{-4} мм рт. ст.;
- ускоряющее напряжение до 60 кВ;
- ток пучка до 200 мА;
- максимальная мощность пучка 12 кВт;
- диаметр пучка в фокусе 0,3–0,6 мм;
- угол отклонения пучка, не менее 7 градусов;
- величина напуска газа (воздух) в разрядную камеру 12–20 см³·атм/ч.

3.12 Электронно-лучевая плавка

Плавка электронным лучом в вакууме применяется в тех случаях, когда необходимо получить особо чистые металлы. Переплавляемый материал может быть практически в любой форме (шихта, пруток, лом, спеченные штабики, губка). Важную роль при электронно-лучевой плавке играет вакуум. В вакууме происходит интенсивное удаление растворенных в металле газов, что значительно улучшает его механические свойства, особенно пластичность.

Многие сплавы на основе вольфрама, молибдена, ниобия и других химически активных металлов получили промышленное применение только благодаря тому, что их выплавляют в вакууме. Некоторые из вредных примесей (нитриды, карбиды, оксиды) при нагреве в вакууме разлагаются, при этом происходит вакуумное рафинирование переплавляемого металла. При плавке металла в вакууме непрерывно происходит удаление газообразных продуктов из зоны реакции, вследствие чего равновесие химических реакций $MeO + C = Me + CO$ сдвигается вправо, т. е. резко интенсифицируются раскислительные реакции. Это повышает качество выплавляемого в вакууме металла, значительно снижает в нем содержание газов, и прежде всего кислорода. Схема процесса переплавки металла с применением электронного пучка представлена на рисунке 3.16.

В промышленности применяют электронно-лучевую плавку с последующей заливкой в вакууме литейных форм. На различных электронно-лучевых установках для плавки в вакууме при давлении 10^{-7} – 10^{-4} Па получают слитки массой до 20 т. Локальный переплав обрабатываемых поверхностей с помощью электронного луча обеспечивает чрезвычайно высокие скорости кристаллизации металла в зоне плавления. Образующиеся при этом структуры значительно отличаются от структур, получаемых в обычных условиях: расширяются границы растворимости твердых растворов, измельчается микроструктура, значительно повышаются пластичность и твердость.

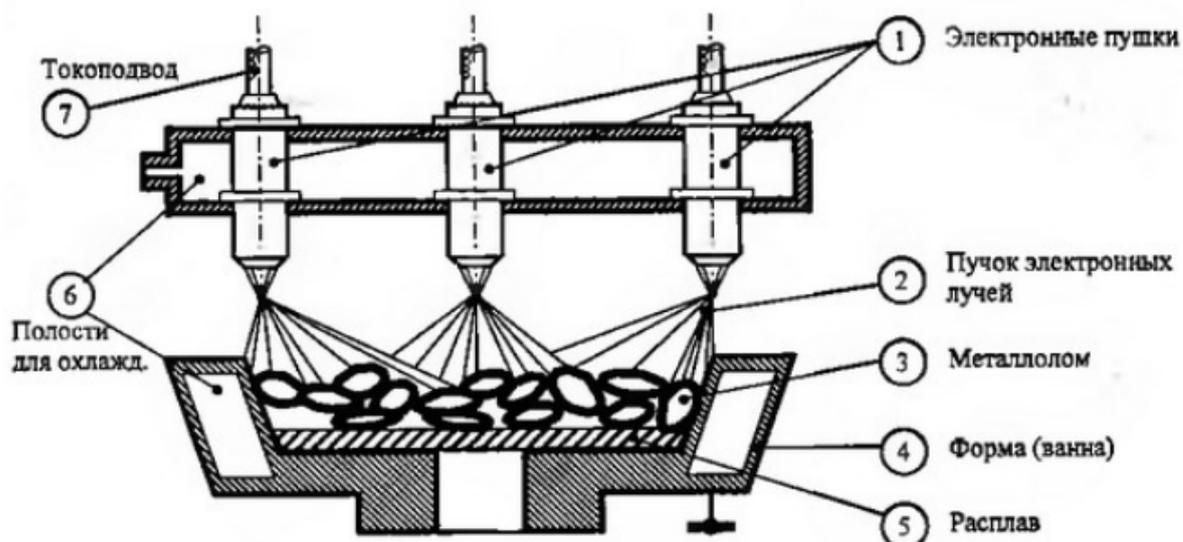


Рисунок 3.16 – Схема электронно-лучевой установки для переплавки металлолома: 1 – электронные пушки; 2 – электронные лучи; 3 – переплавляемый металлолом; 4 – водоохлаждаемая форма

Такое поверхностное оплавление материала называют «облагораживающим», что позволяет для изготовления ответственных конструкций с высокими показателями износостойкости использовать недорогие исходные металлы и сплавы.

3.13 Термическая размерная электронно-лучевая обработка

К термической размерной электронно-лучевой обработке относится группа способов микрообработки, при которых в результате локального нагрева, плавления или испарения материала происходит перестройка структуры или изменение формы облучаемого участка. Примерами такой обработки могут служить получение отверстий или пазов с заданным профилем, бесконтактная резка дефицитных и труднообрабатываемых материалов, фрезерование, полировка и т. д. Главная особенность размерной электронно-лучевой обработки заключается в том, что ее ход и результаты определяются не механическими свойствами материала, как при традиционных способах, а его теплофизическими свойствами. Это изменяет характер обработки, а иногда (например, для

хрупких, пластичных и твердых материалов) расширяет ее технологические возможности. Размерная обработка материалов выполняется посредством сфокусированных потоков электронов с плотностями мощности более 10^6 – 10^8 Вт/см². Принцип такой обработки основан на том, что при достаточно большой удельной поверхностной мощности скорость испарения обрабатываемого материала и давление пара возрастают настолько, что весь жидкий металл с потоком пара выбрасывается из зоны облучения. Строгое дозирование подводимой энергии осуществляется импульсным воздействием электронного луча на поверхность или его перемещением по поверхности с заданной скоростью. Можно выделить три режима размерной электронно-лучевой обработки.

1. Моноимпульсный режим – обработка ведется одиночным импульсом, т.е. отверстие получают за время действия одного импульса.

2. Многоимпульсный режим – отверстие получают воздействием на заданное место заготовки несколькими импульсами.

3. Режим обработки с перемещением электронного луча по заготовке с заданной скоростью.

Электронный луч нашел применение в первую очередь для размерной обработки твердых материалов – алмазов, кварца, керамики, кристаллов кремния и германия.

Особой разновидностью размерной электронно-лучевой обработки является перфорация (получение мелких сквозных отверстий) различных материалов. Таким способом изготавливают металлические и керамические элементы фильтров, пористый материал для охлаждения камер сгорания и лопаток турбин. Этот вид обработки используется для формирования планарных изображений, подгонки номиналов элементов тонкопленочных схем, обработки изделий микроэлектроники на основе ряда материалов: Si, Ge, керамики, ферритов, керметов и т. д. Мощность установок для этих целей в непрерывном режиме обычно не превышает 1 кВт, а в импульсном – 15 кВт. Длительность импульсов выбирают в диапазоне 0,1 мкс – 1 мс, реализуя моноимпульсный или многоимпульсный режим. Результат размерной обработки зависит от

теплофизических свойств материала (температуры плавления, теплопроводности, удельной теплоемкости и плотности).

В основе термической обработки лежат процессы уноса материала в результате испарения, взрывообразного выброса расплава или квазисублимации. Вместе с тем для обработки материалов, обладающих специфическими свойствами, можно использовать их непосредственный переход из твердой фазы в газообразную или удаление продуктов их разложения при последующем травлении в агрессивной среде. Достаточно широко применяют также способы обработки, основанные на тепловых превращениях при кратковременном локальном перегреве и последующем быстром остывании облученного участка. Короткое время пребывания материала в нагретом состоянии способствует существенному изменению микроструктуры обрабатываемой области (например, уменьшению размеров зерен, отжигу дефектов, разрушению сегрегаций и т. д.) и часто сопровождается появлением у материала нужных физико-химических свойств.

Все процессы, лежащие в основе различных методов термообработки, интенсивно протекают лишь при нагреве до температур, превышающих некоторое пороговое значение. Поэтому геометрия обработки определяется в основном той граничной поверхностью в объеме образца, на которой достигнута пороговая температура. Чтобы локализовать эту область, необходимо свести к минимуму распространение теплоты за ее пределы, т. е. обеспечить малую продолжительность воздействия электронного пучка в каждой точке. Для этого часто используют импульсный режим облучения. Можно также непрерывно перемещать пучок вдоль поверхности по заданному контуру обработки с достаточно большой скоростью.

Современное состояние технических средств позволяет получать при термической размерной обработке поверхности шероховатостью около 5 мкм и с допусками на размеры ± 5 мкм. Для многих отраслей промышленности, и в первую очередь для микроэлектроники, особый интерес представляет возможность размерной обработки пленок и покрытий, толщина которых не

превышает 10–100 нм. Задачей такой обработки является селективное удаление отдельных участков пленки без заметного повреждения подложки. Добиться этого не просто, так как даже при использовании минимально возможных для размерной обработки ускоряющих напряжений (20–50 кВ) глубина проникновения электронов значительно превосходит толщину пленки и основная часть тепловой мощности выделяется именно в подложке.

3.14 Электронно-стимулированное травление

Электронно-лучевые процессы требуют больших доз экспонирования (более 1 Дж/см², 10⁻² Кл/см²) по сравнению с фотостимулированными реакциями, но их можно использовать как возможный способ травления кремния. Для различных диэлектриков исследовалось увеличение скорости травления после бомбардировки (BEER – bombardment enhanced etching rate), когда кремний или диэлектрик с радиационными дефектами травится в плазме или жидкостном травителе значительно быстрее (более чем в 3 раза) по сравнению с необлученной областью. Для проведения BEER-процессов требуются большие дозы. Поэтому эффективность использования электронного пучка снижается при ужесточении требований на разрешение (менее 2 мкм). В последнее время стали применять установки экспонирования широким пучком с фотокатодом. Фотокатод в виде пленочного рисунка из Ti на стекле излучает электроны при УФ-облучении. Рисунок кристалла проецируется на кремниевую пластину. Время экспонирования кристалла снижается с часов до минут, однако эти установки имеют малое время жизни фотокатода и низкую точность совмещения. Основным критическим параметром в BEER-процессах является глубина проникновения и расплывание падающего пучка. В большинстве случаев электронный луч выступает в роли локализованного источника тепла, вызывающего физические и термохимические превращения в тонких пленках. Прямая обработка кремниевой пластины электронным лучом возможна при дозах свыше 1 Кл/см². При энергии пучка 25 кэВ наименьшая область, которую можно расплавить, имеет размер порядка 10 мкм, тогда

как при 50–100 кэВ этот размер в 2–3 раза больше. Сканирование непрерывным пучком может использоваться для осаждения аморфного кремния из паров его соединений.

3.15 Технологии нанесения полимерных покрытий

В вакуумной технологии нанесения тонких полимерных покрытий можно выделить два основных направления. К первому относятся наиболее разработанные и нашедшие достаточно широкое практическое применение методы осаждения полимерных покрытий на твердой поверхности в результате ионно-электронной бомбардировки адсорбированных на ней низкомолекулярных органических соединений. В соответствии с данными методами в вакуумную камеру напускается мономер (или другие низкомолекулярные соединения) до давления порядка 100 Па и ниже. Адсорбированные на поверхности подложки соединения подвергаются воздействию электронов, ионов или УФ-излучения. В результате происходит возбуждение электронных уровней молекул (их активация) с последующим протеканием реакций полимеризации. Такая технология требует применения систем напуска и специальных источников активационного воздействия. Кроме того, формирование покрытий происходит, как правило, с низкой скоростью роста, а их функциональные свойства очень сильно зависят от режима и условий синтеза, что создает ряд трудностей при реализации данных технологий.

Второй подход в технологическом отношении более прост. В качестве исходного материала используется полимер или олигомер в конденсированной фазе. Создание активной газовой среды происходит в результате воздействия на мишень (полимер или олигомер) концентрированного потока энергии (электронов, ионов, лазерного излучения или теплового нагрева за счет теплопроводности). В итоге наблюдается диспергирование (разрушение) материала мишени и образование летучих продуктов, которые поступают на поверхность подложки, и на ней создаются условия

для протекания реакции вторичной полимеризации. Важной особенностью данного технологического подхода является одновременное протекание двух основных стадий: образование летучих продуктов и их активация. Как правило, формирование покрытий из большого числа полимеров не требует дополнительного энергетического воздействия на подложку. Однако в ряде случаев, когда время жизни активных частиц достаточно мало, полезным является дополнительное инициирование реакций вторичной полимеризации, например путем создания в газовой фазе дополнительного электрического разряда. Отметим, что при больших плотностях концентрированного потока энергии, действующего на исходный полимер, возможно образование летучих фрагментов, имеющих высокую молекулярную массу. При этих режимах существенное влияние на кинетику роста и свойства покрытий оказывают процессы физической адсорбции тяжелых частиц. В технологии получения полимерных пленок и покрытий полимеризацией мономера в качестве основного инициирующего агента используют потоки электронов, тлеющий разряд, УФ-излучение. Образование активных молекул (ионов, радикалов), способных к полимеризации на поверхности, происходит в результате неупругого столкновения электронов с адсорбированными неактивными соединениями. При этом часть их, получив достаточную кинетическую энергию, десорбируется с поверхности и не участвует в процессах полимеризации. Технологическая установка для получения покрытий электронной бомбардировкой представляет собой вакуумную камеру, в которой достигается исходный вакуум ниже 10^{-2} Па (рисунок 3.17).

Внутри камеры находится источник электронов (электронная пушка) и подложка-мишень, на поверхности которой получают покрытие. Создание необходимого давления паров мономера (или более тяжелых соединений) происходит с помощью системы напуска. Для обеспечения устойчивой работы электронных пушек давление мономера устанавливают как можно более низким. Основными факторами, влияющими на скорость роста покрытий, являются: природа материала подложки и покрытия; энергия и

плотность потока электронов; состав и давление паров в камере; температура подложки.

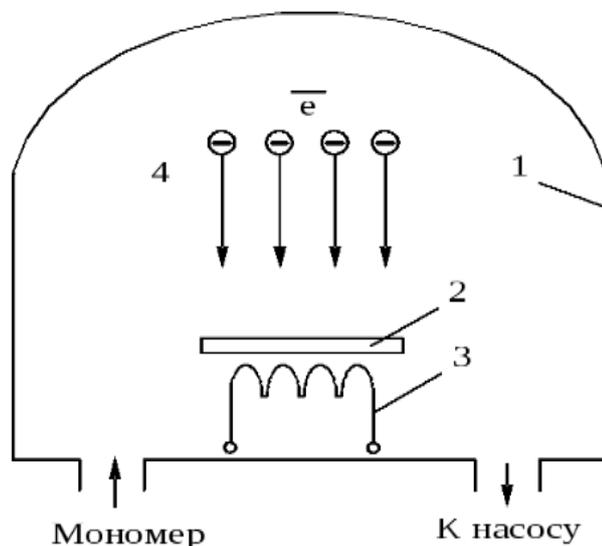


Рисунок 3.17 – Схема установки для получения полимерных покрытий

Природа материала подложки влияет на кинетику роста полимерных пленок только на начальных стадиях формирования полимеризационной фазы. Установлено, что падающий на поверхность подложки поток электронов вызывает вторичную электронную эмиссию, что сказывается на эффективности инициирования адсорбированных молекул. Поэтому при толщине слоя до 2,5 мкм скорость его роста, как правило, значительна (на один-два порядка выше скорости роста более толстых покрытий). Природа материала подложки оказывает заметное влияние и на поверхностную миграцию органических молекул и их комплексов, что наиболее сильно отражается на скорости роста покрытий при низких давлениях мономера и высоких температурах подложки. Если же на поверхности имеет место образование нескольких слоев адсорбированных молекул и плотность потока электронов достаточно высока, то скорость роста полимерных пленок практически не зависит от природы подложки. Рассмотрим нанесение полимерного покрытия на примере плазмохимического процесса (рисунок 3.18). Расход плазмообразующего газа (H_2/D_2) устанавливается с помощью регулятора расхода газа в интервале 0,3–0,4 л/ч. Пары

мономера (C_6H_6/C_6D_6) дозируются из термостатируемой ампулы через игольчатый натекатель с плавной регулировкой. Реакционная камера представляет собой кварцевый цилиндр, размещенный между двумя параллельными фланцами-электродами из нержавеющей стали. Внутри камеры помещается подложка параллельно электродам. После откачки камеры напускается смесь водорода и паров органического мономера в соотношении 2:1 в камеру до давления 100–200 Па и поджигается тлеющий разряд на частоте около 20 кГц.

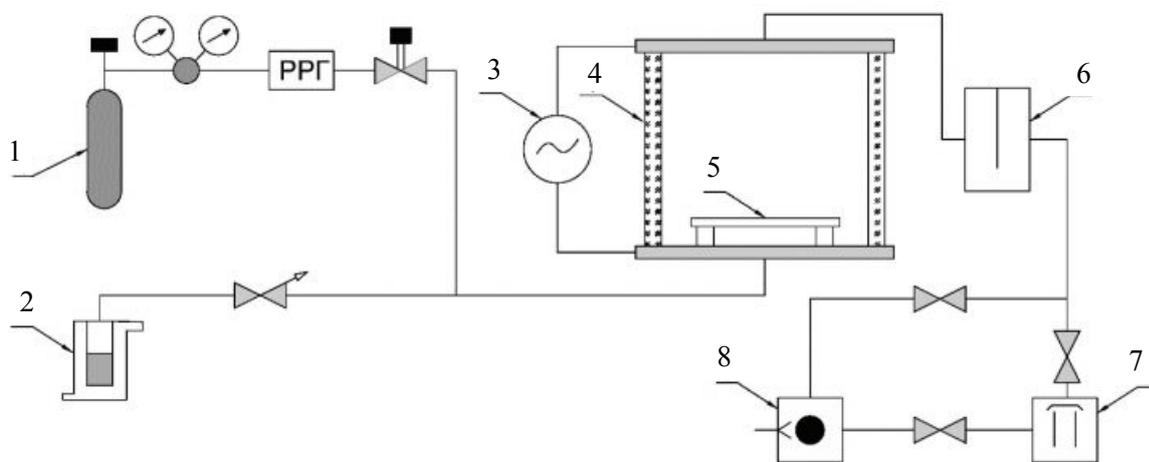


Рисунок 3.18 – Схема установки плазмохимической полимеризации:
 1 – баллон с плазмообразующим газом; 2 – ампула с мономером;
 3 – источник переменного напряжения; 4 – реакционная камера;
 5 – подложка; 6 – азотная ловушка; 7 – диффузионный насос;
 8 – форвакуумный насос

Скорость роста полимерной пленки напрямую зависит от концентрации реагентов в рабочей камере, однако при критическом пересыщении происходит образование бимодальных структур (появление конденсированной фазы в виде пленки и порошка).

Экспериментально установлен оптимальный расход бензола – 0,2 г/ч, при котором основная часть осаждаемого вещества напыляется в виде пленки со скоростью 0,5 мкм/ч.

Образцы полимеров представляют собой желто-коричневые пленки, обладающие высокой термостойкостью, не растворимые в органических растворителях и кислотах. Излом полимерной пленки, полученной за два цикла осаждения на стеклянной подложке,

показан на рисунке 3.19. Пленка имеет плотную структуру без пор, на поверхности видны микронеровности в виде бугорков.

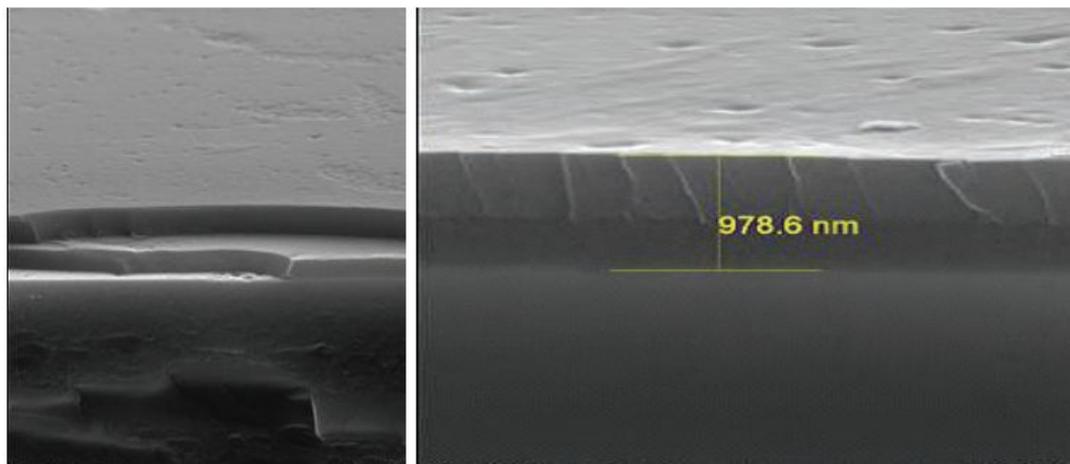


Рисунок 3.19 – Электронные микрофотографии излома полимерной пленки

Литература

1. Electron Beam Testing Technology / Editing by T. L. Thong. – New York: Plenum Press, 1993.
2. Добрецов, Л. Н. Эмиссия электронов / Л. Н. Добрецов, М. В. Гомоюнова. – М.: Физ.-мат.-лит., 1966.
3. Бронштейн, И. М. Вторичная электронная эмиссия / И. М. Бронштейн, Б. С. Фрайман. – М.: Наука, 1969.
4. Ono, A. Point to Ponder for Observation of Fine Surface Structure / A. Ono, K. Ueno, J. Ohyaama // Jeol News. – 1986. – Vol. 3, No 24E. – P. 40–44.
5. Mogami, A. Ultimate Spatial Resolution In Scanning Auger Electron Microprobe / A. Mogami // Jeol News. – 1986. – Vol. 3, No 24E. – P. 45–48.
6. Андреева, В. Д. Электронная микроскопия материалов: учеб. пособие / В. Д. Андреева, И. И. Горшков. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2016. – 139 с.
7. Ширкин, Л. А. Рентгенофлуоресцентный анализ объектов окружающей среды: учеб. пособие / Л. А. Ширкин. – Владимир: Изд-во Владим. гос. ун-та, 2009. – 65 с.
8. Gavrilov, N. V. Low-temperature nitriding of titanium in low-energy electron beam excited plasma / N. V. Gavrilov, A. S. Mamaev // Technical Physics Letters. – 2009. – Vol. 35, Iss. 8. – P. 713–716.
9. Harsha, K. S. S. Principles of Physical Vapor Deposition of Thin Films / K.S.S. Harsha. – Elsevier, Great Britain, 2006. – 400 p.
10. Laukaitis, G. Deposition of YSZ thin films using electron beam evaporation technique / G. Laukaitis, Ju. Dudonis, D. Milcius // Mater. Sci. – 2005. – Vol. 11. – P. 268–271.
11. Ceramic coating deposition by electron beam evaporation / E. M. Oks [et al.] // Surface & Coatings Technology. – 2017. – Vol. 325. – P. 1–6.
12. Колесников, Е. К. Влияние соотношения поперечных масштабов релятивистского электронного пучка и ионного канала на радиальную динамику плазменных электронов в режиме ионной фокусировки / Е. К. Колесников, А. С. Мануйлов // Журнал технической физики. – 2000. – Т. 70, вып. 7. – С. 127–129.

13. Nitriding of titanium in electron beam excited plasma in medium vacuum / A. V. Tyunkov [et al.] // Surface and Coatings Technology. – 2020. – Vol. 383. – P. 125241.

14. Светцов, В. И. Физическая электроника и электронные приборы: учеб. пособие / В. И. Светцов И. В. Холодков. – Иваново: Иван. гос. хим.-технол. ун-т, 2008. – 494 с.

15. Радиационно-стимулированные изменения структуры и механических свойств сплава Fe-Mo при электронном облучении / А. Б. Цепелев [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 2016. – № 5. – С. 5–10.

16. Генерация многозарядных ионов тугоплавких металлов в электронно-циклотронном резонансном разряде в прямой магнитной ловушке / А. В. Водопьянов [и др.] // Журнал технической физики. – 2005. – Т. 75, вып. 9. – С. 101–105.

17. Генерация многозарядных пучков ионов тяжелых металлов на основе плазмы вакуумной дуги короткой длительности / А. Г. Николаев [и др.] // Известия вузов. Физика. – 2018. – Т. 61, № 8-2. – С. 59–63.

18. Чибисов, М. И. Перезарядка и ионизация при столкновении атомов и многозарядных ионов / М. И. Чибисов // Письма в ЖЭТФ. – 1976. – Т. 24, № 2. – С. 56–60.

19. Перезарядка многозарядных ионов фтора и лития на атомах Ne / И. Л. Бейгман [и др.] // Квантовая электроника. – 2010. – Т. 40, № 6. – С. 545–550.

20. Источник широкого пучка быстрых атомов, получаемых при перезарядке ионов, ускоряемых между двумя областями, заполненными плазмой / С. Н. Григорьев [и др.] // ПТЭ. – 2009. – № 4. – С. 166–172.

21. Изготовление канавок на износостойкой диэлектрической поверхности с помощью широкого пучка быстрых атомов аргона / С. Н. Григорьев [и др.] // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2010. – № 6. – С. 23–27.

22. Вудраф, Д. Современные методы исследования поверхности : пер. с англ. / Д. Вудраф, Т. Делчар. – М.: Мир, 1989. – 564 с.

23. Влияние дефектов на механические свойства эпитаксиальных слоев кремния на сапфире / Н. О. Кривулин [и др.] // Вестник

Нижегородского университета им. Н. И. Лобачевского. – 2012. – № 3(1). – С. 30–33.

24. Изменение механических свойств углеродистой стали Ст. 3 в зависимости от средней плотности тока в пучке при импульсном облучении ионами аргона / В. Л. Воробьев [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 2012. – № 6. – С. 5–9.

25. Пичугин, В. Ф. Резонанс в эффективности формирования проводящего состояния кристаллического кварца ионной бомбардировкой / В. Ф. Пичугин, Т. С. Франгульян // Письма в ЖТФ. – 2000. – Т. 26, вып. 19. – С. 24–29.

26. Мурадкабилов, Д. М. Применение низкоэнергетической ионной имплантации для создания наноконтактов на поверхности ультратонких полупроводниковых пленок / Д. М. Мурадкабилов, Д. А. Ташмухамедова, Б. Е. Умирзаков // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2013. – № 10. – С. 58–62.

27. Снитовский, Ю. П. Ионная имплантация через слой SiO_2 и возможность ее применения при изготовлении полупроводниковых приборов / Ю. П. Снитовский // Взаимодействие излучений с твердым телом: материалы 12-й Междунар. конф., Минск, Беларусь, 19–22 сент. 2017 г. / редкол.: В. В. Углов (отв.ред.) [и др.]. – Минск: Изд. центр БГУ, 2017. – С. 476–478.

28. Модификация поверхностных свойств ПТФЭ методами ионного и электронно-лучевого воздействия / И. А. Курзина [и др.] // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2016. – Т. 13, № 4. – С. 473–484.

29. Элионные процессы и нанотехнологии: учеб.-метод. комплекс по тем. направлению деятельности ННС «Наноинженерия»: учеб. пособие для вузов / Ю. В. Панфилов ; ред. В. А. Шахнов. – М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2011. – 127 с.

30. Ученые записки Петрозаводского государственного университета: журнал / ред. А. В. Воронин. – Петрозаводск: Петрозаводский государственный университет (ПетрГУ), 2010. – № 2(107). – 116 с.

31. Андреев, А. А. Вакуумно-дуговое модифицирование поверхности стальных изделий / А. А. Андреев // Физическая инженерия поверхности. – 2007. – № 3-4. – С. 140–148.

32. Вершинин, Д. С. Низкотемпературное азотирование титана в плазме несамостоятельного дугового разряда низкого давления / Д. С. Вершинин, М. Ю. Смолякова // Физика и химия обработки материалов. – 2011. – № 5. – С. 15–20.

33. Винтизенко, Л. Г. Дуговые разряды низкого давления с полым катодом и их применение в генераторах плазмы и источниках заряженных частиц / Л. Г. Винтизенко, С. В. Григорьев, Н. Н. Коваль // Изв. вузов. Физика. – 2001. – № 9. – С. 28–35.

34. Вершинин, Д. С., Исследование влияния состава газовой смеси при низкотемпературном азотировании на структуру и свойства титана / М. Ю. Смолякова, Д. С. Вершинин // Перспективные материалы. – 2011. – № 12. – С. 478–482.

35. Плазменные покрытия (методы и оборудование): учеб. пособие / В. П. Кривобоков, Н. С. Сочугов, А. А. Соловьёв. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2008. – 104 с.

36. Ионное азотирование титанового сплава ВТ1-0 в дуговом разряде с термоэмиссионным катодом / В. А. Белоус [и др.] // Труды 5-й Междунар. конф. «HighMatTech», 5–8 октября 2015 г., Киев, Украина. – 2015. – С. 75.

37. Теория и технология азотирования / Ю. М. Лахтин [и др.]. – М.: Металлургия, 1991. – 320 с.

38. Арзамасов, Б. Н. Ионная химико-термическая обработка сплавов / Б. Н. Арзамасов. – М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 1999. – 400 с.

39. Брус, В. В. Оптические свойства тонких пленок TiO_2-MnO_2 , изготовленных по методу электронно-лучевого испарения / В. В. Брус, З. Д. Ковалюк, П. Д. Марьянчук // Журнал технической физики. – 2012. – Т. 82, вып. 8. – С. 110–113.

40. Применение форвакуумных плазменных источников электронов для обработки диэлектриков: моногр. / А. С. Климов [и др.]. – Томск: Изд-во Томск. гос. ун-та систем упр. и радиоэлектроники, 2017. – 186 с.

41. Movchan, B. A. EB-PVD technology in the gas turbine industry: present and future / B. A. Movchan // *Journal of Materials*. – 1996. – No 11. – P. 40–45.

42. Singh J. Ion-beam assisted, electron beam physical vapor deposition / J. Singh // *ASM Journal*. – 1996. – V. 12. – P. 27–28.

43. Свистова, Т. В. Лучевые и плазменные технологии: учеб. пособие [Электронный ресурс]. – Электрон. текстовые и граф. данные (2,26 Мб) / Т. В. Свистова. – Воронеж: ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет», 2016.

44. Anders A. Cathodic Arcs: From Fractal Sports to Energetic Condensation / A. Anders. – New York: Springer, 2008. – 543 p.

45. Martin, P. M. Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings: Science, Applications and Technology / P. M. Martin. – William Andrew, 2009. – 936 p.

46. Дунюшкина, Л. А. Введение в методы получения пленочных электролитов для твердооксидных топливных элементов: моногр. / Л. А. Дунюшкина. – Екатеринбург: УРО РАН, 2015. – 126 с.

47. Ионно-лучевая и ионно-плазменная модификация материалов / К.К. Кадыржанов [и др.]. – М., 2005. – 640 с.

48. Ehrhardt, G. J. Therapeutic use of 90Y microspheres / G. J. Ehrhardt, D. E. Day // *Nucl. Med. Biol.* – 1987. – Vol. 14. – P. 233–242.

49. Параметры плазмы в эмиссионном канале плазменного эмиттера / В. А. Груздев [и др.] // *Журнал технической физики*. – 1990. – Т. 60, № 4. – С. 168–170.

50. Полевой, С. Н. Упрочнение металлов / С. Н. Полевой, В. Д. Евдокимов. – М.: Машиностроение, 1986. – 320 с.

51. Акулич, Н. В. Процессы производства черных и цветных металлов и их сплавов / Н. В. Акулич. – Гомель, 2008.

52. Технология конструкционных материалов: учеб. для машиностроительных специальностей вузов / А. М. Дальский [и др.]; под общ. ред. А. М. Дальского. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Машиностроение, 1985. – 448 с.

53. Рыкалин, Н. Н. Основы электронно-лучевой обработки материалов / Н. Н. Рыкалин, И. В. Зуев, А. А. Углов. – М.: Машиностроение, 1978. – 239 с.
54. Плазменная технология в производстве СБИС / под ред. Н. Айнспрука, Д. Брауна. – М.: Мир, 1987. – 420 с.
55. Данилин, Б. С. Применение низкотемпературной плазмы для травления и очистки материалов / Б. С. Данилин, В. Ю. Киреев. – М.: Энергоатомиздат, 1987. – 264 с.
56. Ткачук, Б. В. Получение тонких полимерных пленок из газовой фазы / Б. В. Ткачук, В. М. Колотыркин. – М.: Химия, 1987. – 158 с.
57. Брук, М. А. Полимеризация на поверхности твердых тел / М. А. Брук, С. А. Павлов. – М.: Химия, 1990. – 130 с.
58. Аброян, И. А. Физические основы электронной и ионной технологии: учеб. пособие для вузов / И. А. Аброян, А. Н. Андронов, А. И. Титов. – М.: Высшая школа, 1984.
59. Берлин, Е. В. Плазменная химико-термическая обработка поверхности стальных деталей / Е. В. Берлин, Н. Н. Коваль, Л. А. Сейдман. – М.: Техносфера, 2012. – 464 с.
60. Ивановский, Г. Ф. Ионно-плазменная обработка материалов / Г. Ф. Ивановский, В. И. Петров. – М.: Радио и связь, 1986.
61. Лазерная и электронно-лучевая обработка материалов: справ. – М.: Машиностроение, 1985.
62. Перспективные радиационно-пучковые технологии обработки материалов / В. А. Грибков [и др.]. – М.: Круглый стол, 2001. – 527 с.
63. Рябухин, Ю. С. Ускоренные пучки и их применение / Ю. С. Рябухин, А. В. Шальков. – М.: Атомиздат, 1980. – 192 с.
64. Электронно- и ионно-лучевая технология: сб. ст. / под ред. Р. Бакиша. – М.: Металлургия, 1968. – 443 с.
65. Войценья, В. С. Воздействие низкотемпературной плазмы и электромагнитного излучения на материалы / В. С. Войценья, С. К. Гужова, В. И. Титов. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 224 с.
66. Никитин, М. М. Технология и оборудование вакуумного напыления / М. М. Никитин. – М.: Металлургия, 1992. – 112 с.

67. Воздействие концентрированных потоков энергии на материалы: сб. ст. / под ред. Н. Н. Рыкалина. – М.: Наука, 1985. – 246 с.

68. Диденко, А. Н. Мощные электронные пучки и их применение / А. Н. Диденко, В. П. Григорьев, Ю. П. Усов. – М.: Атомиздат, 1966. – 280 с.

69. Моряков, О. С. Элионная обработка / О. С. Моряков. – М.: Высшая школа, 1990. – 128 с.

70. Бугаев, С. П. Электронные пучки большого сечения / С. П. Бугаев, Ю. Е. Крейндель, П. М. Щанин. – М.: Энергоатомиздат, 1984. – 112 с.

71. Сильноточные импульсные электронные пучки в технологии: сб. ст. / под ред. Г. А. Месяца. – Новосибирск: Наука, 1983. – 169 с.

72. Молоковский, С. И. Интенсивные электронные и ионные пучки / С. И. Молоковский, А. Д. Сушков. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 304 с.

73. Зорин, Е. И. Ионное легирование полупроводников / Е. И. Зорин, П. В. Павлов, Д. И. Тетельбаум. – М.: Энергия, 1975. – 128 с.

74. Лясников, В. Н. Технологическое оборудование для плазменного напыления / В. Н. Лясников, В. М. Райгородский. – М.: ЦНИИ «Электроника», 1992. – 55 с.

75. Лясников, В. Н. Плазменное напыление полимерных материалов / В. Н. Лясников, Ю. М. Новак. – М.: ЦНИИ «Электроника», 1991. – 43 с.

76. Хокинг, М. Металлические и керамические покрытия / М. Хокинг, В. Васантасри, П. Сидки. – М.: Мир, 2000. – 518 с.

77. Овчинников, К. А. Измерительные приборы в лабораторном практикуме по общей физике. Приложение к сборнику лабораторных работ: учеб.-метод. пособие / К. А. Овчинников. – М.: МФТИ, 2003. – 48 с.

78. Сивухин, Д. В. Общий курс физики: учеб. пособие для вузов. В 5 т. Т. 2. Термодинамика и молекулярная физика / Д. В. Сивухин. – 3-е изд., испр. и доп. – М.: Физматлит, 2013. – 792 с.

79. Лабораторный практикум по общей физике: учеб. пособие. В 3 т. Т. 1. Термодинамика и молекулярная физика / А. Д. Гладун [и др.]. – 3-е изд., испр. – М.: МФТИ, 2012. – 292 с.
80. Умрас, В. Основы вакуумной технологии / В. Умрас (ред.). – 7-е изд. – Кёльн: Oerlikon Leybold Vacuum GmbH, 2007. – 225 с.
81. Грошковский, Я. Техника высокого вакуума / Я. Грошковский. – М.: Мир, 1975. – 622 с.
82. Шешин, Е. П. Вакуумные технологии / Е. П. Шешин. – Догопрудный: Интеллект, 2009. – 504 с.
83. Плисковский, В. Я. Конструкционные материалы и элементы вакуумных систем / В. Я. Плисковский. – М.: Машиностроение, 1976. – 64 с.
84. Рот, А. Вакуумные уплотнения / А. Рот. – М.: Энергия, 1971. – 464 с.
85. Сивухин, Д. В. Общий курс физики: учеб. пособие для вузов. В 5 т. Т. 1. Механика / Д. В. Сивухин. – 6-е изд., стер. – М.: Физматлит, 2013. – 560 с.

Оглавление

1 Основные физические процессы взаимодействия ускоренных частиц и плазмы с веществом	
1.1 Особенности и основные преимущества обработки вещества потоками ускоренных частиц и плазмой	3
1.2 Методы элионной и плазменной обработки	14
1.2.1 Обработка материалов электронным пучком	14
1.2.2 Обработка материалов ионным пучком	20
1.2.3 Обработка материалов плазмой	24
1.3 Эффекты взаимодействия частиц с поверхностью	30
1.3.1 Взаимодействие ускоренных электронов с веществом	30
1.3.2 Взаимодействие ускоренных ионов с веществом	46
2 Физические принципы работы пучкового и плазменного технологического оборудования	
2.1 Понятие вакуума	60
2.2 Физические принципы вакуумной откачки	61
2.2.1 Общие сведения	61
2.2.2 Поток газа	63
2.2.3 Быстрота откачки, быстрота действия насоса	64
2.2.4 Сопротивление и пропускная способность трубопровода	65
2.2.5 Проводимость отверстия в стенке	68
2.2.6 Основное уравнение вакуумной техники	68
2.2.7 Время откачки	70
2.3 Средства получения вакуума	71
2.4 Процессы на поверхности твёрдых тел	74
2.4.1 Физическая адсорбция	74
2.4.2 Хемосорбция	76
2.4.3 Коэффициент прилипания	77
2.4.4 Площадь поверхности	77
2.4.5 Изотермы адсорбции	78
2.4.6 Капиллярные силы	80
2.4.7 Конденсация	81
2.4.8 Десорбция	82
2.4.9 Тепловая десорбция	83
2.4.10 Фотоактивация	83
2.4.11 Ультразвуковая десорбция	84
2.4.12 Десорбция с электронной и ионной стимуляцией	84
2.5 Основные виды вакуумных насосов и их параметры	86

2.5.1	Механические вакуумные насосы	86
2.5.2	Объемная откачка	87
2.5.3	Двухроторные вакуумные насосы	92
2.5.4	Мембранный (диафрагменный) насос	93
2.6	Молекулярная откачка	94
2.6.1	Принципы молекулярной откачки	94
2.6.2	Конструкции молекулярных насосов	96
2.6.3	Пароструйная откачка	98
2.7	Физико-химические методы получения вакуума	102
2.7.1	Общая характеристика	102
2.7.2	Ионная откачка	103
2.7.3	Хемосорбционная откачка	104
2.7.4	Конструкции испарительных насосов	106
2.7.5	Криоконденсационная откачка	108
2.7.6	Криoadсорбционная откачка	108
2.7.7	Конструкции криогенных насосов	109
2.7.8	Ионно-сорбционная откачка	112
2.7.9	Конструкции ионно-сорбционных насосов	112
2.8	Средства измерения вакуума	116
2.8.1	Основные типы вакуумметров	116
2.8.2	Жидкостный U-образный манометр	118
2.8.3	Терморезисторный вакуумметр (Пирани)	118
2.8.4	Термопарный вакуумметр	120
2.8.5	Магнетронный вакуумметр (с холодным катодом)	120
2.8.6	Термоэлектронный вакуумметр (с накаливаемым катодом)	122
3	Промышленные электронно-ионно-плазменные технологии	
3.1	Преимущества вакуумных технологий	124
3.2	Технология плазменного азотирования металлических изделий	125
3.3	Азотирование металлических изделий в плазме вакуумного дугового разряда	128
3.4	Азотирование металлических изделий в плазме тлеющего разряда	134
3.5	Технологии нанесения сверхтвердых и износостойких покрытий на изделия из металлов	136
3.6	Электронно-лучевое нанесение покрытий	138
3.7	Вакуумно-дуговое нанесение покрытий	140
3.8	Магнетронное распыление	144
3.9	Ионно-лучевое распыление	147

3.10 Технологии обработки поверхности металлических изделий сильноточным низкоэнергетическим электронным пучком.....	148
3.11 Электронно-лучевая сварка	149
3.12 Электронно-лучевая плавка.....	152
3.13 Термическая размерная электронно-лучевая обработка.....	153
3.14 Электронно-стимулированное травление	156
3.15 Технологии нанесения полимерных покрытий	157
Литература.....	162