

На правах рукописи

Ханбеков Иван Фэритович

**СОКРАЩЕНИЕ ВРЕМЕНИ ТЕРМОВАКУУМНОЙ ОБРАБОТКИ
МАГНЕТРОНОВ МИЛЛИМЕТРОВОГО ДИАПАЗОНА ДЛИН ВОЛН ЗА
СЧЕТ УЛЬТРАЗВУКОВОГО АКТИВИРОВАНИЯ ДИФФУЗИОННЫХ И
ДЕСОРБЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ**

05.27.06 – Технология и оборудование для производства полупроводников,
материалов и приборов электронной техники

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание учёной степени
кандидата технических наук



Москва 2021

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетного образовательном учреждении высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)» (МГТУ им Н.Э. Баумана).

Научный руководитель: **Михайлов Валерий Павлович**
доктор технических наук, доцент, профессор кафедры
электронных технологий в машиностроении
МГТУ им. Н.Э. Баумана

Официальные оппоненты: **Одинокоев Вадим Васильевич**,
доктор технических наук, профессор,
АО «Научно-исследовательский институт
точного машиностроения»

Коновалов Павел Игоревич
Кандидат технических наук, ФГУП
«Всероссийский научно-исследовательский
институт автоматики им. Н.Л. Духова»

Ведущая организация: **Акционерное общество «НПП «АЛМАЗ»**

Защита диссертации состоится «23» Декабря 2021 г. в _____ часов
на заседании диссертационного совета Д 212.141.18 в Московском
государственном техническом университете имени Н.Э. Баумана по адресу:
105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1.

Телефон для справок +7-499-267-09-63.

Ваш отзыв на автореферат в двух экземплярах, заверенных печатью
организации, просим направлять на имя ученого секретаря Диссертационного
Совета по указанному адресу.

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке
Московского государственного технического университета имени
Н.Э. Баумана, на сайте www.bmstu.ru

Автореферат разослан «__» _____ 20 г.

Учёный секретарь
диссертационного совета Д 212.141.18
к.т.н., доцент



Мешков С.А.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Важнейшей задачей производства вакуумных СВЧ приборов, в частности магнетронов миллиметрового диапазона длин волн, являются повышение их надежности и срока службы, а также увеличение производительности оборудования. Эти критерии, в равной мере, зависят не только от механической точности изготовления приборов и их сборки, но и от того, насколько качественно они были откачаны. Откачка (термовакuumная обработка) – наиболее длительный и ответственный технологический процесс, в ходе которого изделие формируется как электровакуумный прибор. Наибольшие сложности возникают при откачке магнетронов миллиметрового диапазона длин волн, что объясняется малой зоной взаимодействия и наличием плохо прокачиваемых областей и поверхностей. Длительность откачки магнетронов миллиметрового диапазона длин волн находится в интервале от десятков часов до нескольких суток. При этом существующая технология откачки не гарантирует достаточного качества обезгаживания прибора и в некоторых случаях оказывает негативное влияние на работоспособность изделия. Объясняется это тем, что во время длительной термовакuumной обработки на внутренних поверхностях, покрытых масляными и пылевыми загрязнениями, под действием повышенной температуры образуются термостойкие соединения, приводящие к снижению эмиссионных характеристик катода. Такие соединения полностью не удаляются во время откачки, более того, они препятствуют обезгаживанию поверхности и приповерхностного слоя внутренних деталей магнетрона. Эти соединения активно разрушаются во время работы магнетрона под действием электронной и ионной бомбардировок, а также во время длительного складского хранения. Это приводит к повышению давления внутри прибора, ухудшению его рабочих характеристик и выходу из строя.

Повышение производительности оборудования в основном связано с необходимостью сокращения времени термовакuumной обработки магнетронов без потери качества вакуума в полости изделия во время работы магнетрона. При этом необходимо удалить большее количество газовых компонентов с поверхностей и из приповерхностного слоя всех внутренних деталей магнетрона. Для реализации этой задачи необходимо применение новых физических методов активирования диффузии и десорбции в вакуумной арматуре, поскольку термический метод себя исчерпал, т.к. при увеличении температуры начинается разрушение элементов магнетрона.

Ультразвуковое (УЗ) активирование диффузионных и десорбционных процессов в металлах в вакууме позволяет сократить время термовакuumной обработки изделия за счет удаления большего количества газовых компонентов за меньшее время. Кроме того, при этом эффективно удаляются загрязнения с поверхности вакуумной арматуры прибора. Сокращение времени термовакuumной обработки магнетронов миллиметрового диапазона длин волн является чрезвычайно актуальной задачей, ее решение позволит не только

минимизировать образование термостойких соединений на внутренних поверхностях, но и увеличить производительность откачных постов.

Ранее Остроумовым Г.А. и Федотовым Г.А. была описана возможность применения УЗ при откачке электровакуумных приборов и его положительное влияние на характеристики изделий. В 60-х годах процесс УЗ обработки не мог быть реализован во время термической откачки ЭВП. В то время не было пьезоэлектрических преобразователей, способных работать при температуре выше 500°C. Ранее идея не нашла своего развития и применения. Также проведенные эксперименты не предполагали описание процессов, возникающих при УЗ обработке электровакуумных приборов и их влияние на скорость диффузии и десорбции в вакууме не изучалось. Позже Смирнов Л.И. теоретически описал возможность переноса атомов внедрения водорода в металлах упругой волной. Также Бекман И.Н. в своих трудах описывал эффект супердиффузии газов, который возникает в процессе упругой деформации волокон металлов, что, в свою очередь, схоже с упругой деформацией, возникающей при прохождении объемной акустической волны. Yongdong Jiang описывал применение УЗ для ускорения десорбции метана из угольных пластов. Процесс выделения газа из минералов, скорее всего, протекает по механизму перколяции, чем за счет десорбции. Производительность технологии УЗ активирования диффузионных и десорбционных процессов оказалась очень высока.

Несмотря на высокую эффективность, до настоящего времени, технология УЗ активирования диффузионных и десорбционных процессов в производстве ЭВП так и не была реализована.

Объектом исследования является технологический процесс термовакуумной обработки магнетронов миллиметрового диапазона длин волн.

Предметом исследования является метод ультразвукового активирования диффузионных и десорбционных процессов в вакууме во время откачки магнетронов.

Цель диссертационной работы

Целью настоящей работы является разработка, а также исследование методов УЗ активирования процессов диффузии и десорбции для ускорения газовыделения при термовакуумной обработке магнетронов миллиметрового диапазона длин волн.

Основные задачи исследования

Для достижения цели были поставлены и решены следующие задачи:

1. Проведен анализ действующей технологии откачки магнетронов миллиметрового диапазона длин волн и описаны перспективы ее развития.
2. Сформулированы теоретические основы откачки магнетронов при термическом и УЗ активировании диффузионных и десорбционных процессов.
3. Определены средства и методы экспериментальных исследований диффузионных и десорбционных процессов при откачке магнетронов миллиметрового диапазона длин волн, разработана и изготовлена экспериментальная установка.

4. Проведены экспериментальные исследования УЗ активирования процессов диффузии и десорбции во время откачки магнетронов миллиметрового длин волн.

5. Разработана технология откачки магнетронов миллиметрового диапазона длин волн с применением УЗ активирования десорбционных и диффузионных процессов.

Научная новизна работы состоит в следующем:

1. Впервые при откачке магнетронов миллиметрового диапазона длин волн зарегистрирован эффект УЗ активирования диффузионных и десорбционных процессов.

2. Разработана методика расчета общего давления при термическом и УЗ активировании диффузионных и десорбционных процессов в кристаллитах, межкристаллитных границах металлов и на их поверхностях во время откачки магнетронов.

3. Разработана методика определения количества откачанного газа при термическом и УЗ активировании диффузионных и десорбционных процессов в вакууме, основанная на измерении общего и парциальных давлений, скорости и времени откачки магнетрона.

Практическая значимость работы состоит в следующем:

1. Разработана более производительная технология откачки магнетронов миллиметрового диапазона длин волн с применением термического и УЗ воздействия на корпус прибора и жестко связанные с ним детали. Количество удаляемого газа при использовании данной технологии в 2,45 раза превышает количество газа, удаляемого в технологии классической термовакuumной обработки.

2. Применение технологии УЗ термовакuumной обработки позволило увеличить общее количество откачек на 36% в месяц.

3. Разработана технологическая оснастка и модулятор питания для откачки магнетронов миллиметрового диапазона длин волн с применением УЗ пьезоэлектрических преобразователей.

4. Даны рекомендации по подбору частоты УЗ колебаний для откачки магнетронов различных типов в зависимости от массогабаритных характеристик.

На защиту выносятся:

1. Способ регистрации эффекта УЗ активирования процессов диффузии и десорбции при откачке магнетронов миллиметрового диапазона длин волн методом накопления газа в объеме прибора.

2. Методика расчета общего давления при термическом и УЗ активировании диффузионных и десорбционных процессов в кристаллитах и межкристаллитных границах металлов во время откачки магнетронов.

3. Методика определения количества откачанного газа при термическом и УЗ активировании диффузионных и десорбционных процессов в вакууме, основанная на измерении общего и парциальных давлений, скорости и времени откачки магнетрона.

4. Технология откачки магнетронов миллиметрового диапазона длин волн с применением УЗ активирования процессов диффузии и десорбции газа.

Методы исследования

Физико-химической основой исследования влияния УЗ колебаний на скорость диффузионных и десорбционных процессов во время откачки магнетронов является химическая теория последовательных реакций. Экспериментальные исследования проводились на специальном откачном посту, созданном на предприятии АО Плутон. Откачной пост оснащен аналитической вакуумной камерой, широкодиапазонным вакуумметром, датчиком Пирани, вакуумметрическим преобразователем с холодным катодом и квадрупольным масс-спектрометром.

Достоверность полученных результатов и сформулированных в работе научно-технических положений, выводов и рекомендаций обоснована теоретическими и экспериментальными данными, которые не противоречат известным положениям вакуумной науки и техники. Достоверность экспериментальных данных обеспечивается использованием современных поверенных средств измерений и стандартных методик проведения исследования, которые заключаются в регистрации суммарного и парциальных давлений газа.

Реализация результатов работы

Результаты работы позволили создать более производительную современную технологию откачки магнетронов, которая позволяет удалить более количество газа за меньшее время. Разработанная технология откачки магнетронов миллиметрового диапазона длин волн проходит стадию внедрения на предприятии АО Плутон, г. Москва.

Апробация работы

Результаты работы докладывались и обсуждались на научных семинарах кафедры «Электронных технологий в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, регулярно докладывались на конференциях: Научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника XXV» Крым, Судак, 2018 г.; Научно-техническая конференция с международным участием «Вакуумная техника и технологии 25» Санкт Петербург, 2018 г.; Международная научно-техническая конференция «Вакуумная техника, материалы и технология XII» Москва, 2017 г.; Конференция молодых специалистов АО Плутон в 2016, 2017, 2018 г.; Центральный дом ученых РАН секция «Машиностроение» в 2018, 2019 г.; «Вакуумная наука и техника XXVIII» Крым, Судак, 2021 г.

Публикации

Результаты проведенных исследований по теме диссертации содержатся в 9 научных работах, в том числе: 3 статьи в научных изданиях, рекомендованных ВАК РФ для публикации результатов диссертационных работ, 2 работы опубликованы в журналах, рецензируемых в системе Scopus, получен 1 патент РФ на изобретение, 3 статьи в трудах профильных конференций.

Личный вклад автора

Автором разработана и создана экспериментальная установка для откачки магнетронов с УЗ активированием процессов диффузии и десорбции, проведен аналитический обзор действующей технологии и возможностей ее усовершенствования. Проведены эксперименты, позволяющие оценить вклад УЗ колебаний, проходящих через корпус и жестко соединенные с ним детали откачиваемого магнетрона на скорость и количество удаленного газа в ходе операции откачки. Дано описание физических и химических процессов, протекающих при откачке магнетронов. Дано описание механизмов УЗ активирования процессов диффузии и десорбции.

Структура и объём диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов по работе, списка литературы (99 наименований) и двух приложений. Работа изложена на 161 страницах машинописного текста, содержит 56 рисунков и 8 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во Введении обоснована актуальность работы. Приведены недостатки действующей технологии термовакuumной обработки магнетронов миллиметрового диапазона длин волн и описаны возможности ее модернизации, основанные на применении колебаний УЗ диапазона. Определена цель и поставлены основные задачи работы, сформулированы положения, определяющие научную новизну и практическую значимость полученных результатов, положения, выносимые на защиту, обоснование достоверности полученных результатов и информация об апробации работы. Актуальность выбранной темы свана с высоким уровнем технологических потерь, отбраковок после пролеживания, и выходов из строя после непродолжительного времени работы. Все перечисленные факторы объясняются недостаточным обезгаживанием магнетронов.

В Главе 1 проведен обзор и анализ действующей технологии производства магнетронов миллиметрового диапазона длин волн. Описано назначение и принцип действия магнетронов миллиметрового диапазона длин волн. Описаны материалы, применяемые в производстве магнетронов, способы формообразования корпуса и деталей внутренней арматуры и их влияние на состав и давление остаточной газовой атмосферы внутри изделия.

Описаны оксидные и автоэмиссионные катоды, применяемые в магнетронах миллиметрового диапазона длин волн. Приведены основные реакции и микрометаллургические процессы, протекающие в катодах во время их активирования в вакууме под воздействием высокой температуры.

Проведен анализ действующей технологии штенгельной откачки магнетронов на полуавтоматическом откачном посту – Рисунок 1. Основными недостатками действующей технологии является негарантированное обезгаживание поверхности и приповерхностного слоя, несмотря на продолжительность технологического цикла откачки. Это объясняется наличием загрязнений на внутренних поверхностях, при нагреве они могут превращаться в термостойкие соединения, которые не только снижают

эмиссионные характеристики катода, но и являются мощными источниками газов в процессе работы магнетрона. Такие соединения препятствуют удалению адсорбированного газа, находящегося в монослоях на поверхности и растворенного в объеме деталей внутренней арматуры. Перечисленные проблемы определяют сравнительно небольшой объем выхода годных изделий (60-80%) и сказываются на их долговечности.

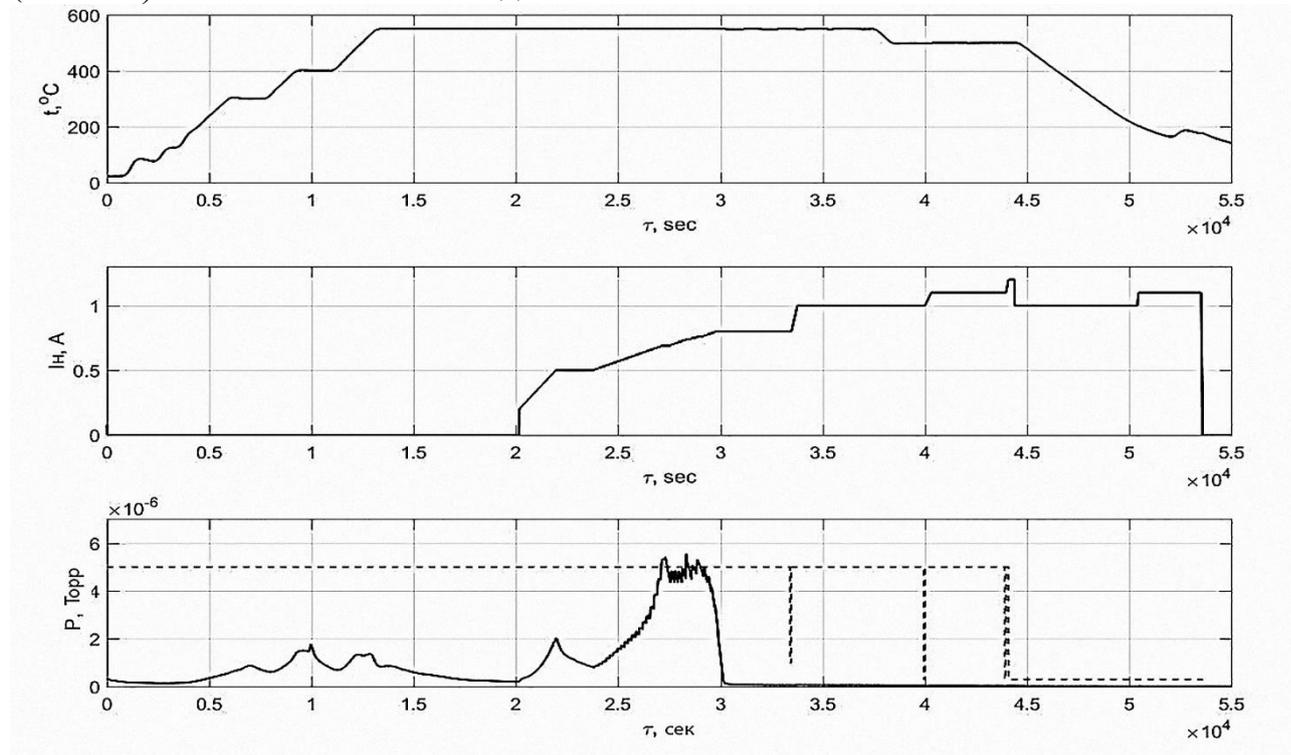


Рисунок 1. Графики изменения температуры, тока нагрева катода и остаточного давления в вакуумной полости магнетрона миллиметрового диапазона длин волн во время термовакуумной обработки.

Описано влияние технологических факторов откачки магнетронов на состав и давление остаточных газов в их вакуумной полости. Дано описание влияния состава и концентрации остаточных газов на работоспособность и долговечность магнетронов миллиметрового диапазона длин волн.

Описана конструкция и вакуумная схема стандартного откачного поста.

Рассчитана цикловая производительность оборудования при условии, что за один цикл выпускается одно изделие. Стандартные откачные посты, предназначенные для откачки различных типов магнетронов, в месяц могут откачать 143 изделия. В настоящий момент 44% рабочего времени, затраченного на откачку магнетронов, является холостым прогоном оборудования ввиду ограниченного выхода годных изделий.

Поставлена цель и задача работы, которые сконцентрированы на сокращении длительности термовакуумной обработки без потери качества вакуума за счет применения УЗ – альтернативного термическому виду активирования десорбционных и диффузионных процессов в вакууме.

В Главе 2 Сформулированы теоретические основы откачки магнетронов при термическом и УЗ активировании диффузионных и десорбционных процессов, основанные на теории последовательных физико-химических

реакций. Суть метода разделения времен заключается в разделении всего процесса на отдельные реакции, между которыми возникают индукционные периоды. Описан метод ускорения откачки за счет применения УЗ активирования диффузионных и десорбционных процессов. Описана разработанная методика расчета остаточного давления при УЗ активировании диффузионных и десорбционных процессов в вакууме.

Описаны механизмы активирования десорбционных и диффузионных процессов во время откачки магнетронов.

Первым механизмом, повышающим интенсивность тепловой десорбции при прохождении УЗ колебаний через материал откачиваемого объема, является стимуляция отделения от поверхностей коллоидных частиц за счет сообщения им механического ускорения. Подобная механическая очистка внутренних поверхностей препятствует образованию термостойких соединений во время длительной термовакуумной обработки. Эта гипотеза подтверждается наличием соответствующего пика десорбции на графике откачки серийного магнетрона с УЗ активированием диффузии и десорбции.

Вторым механизмом, повышающим интенсивность тепловой десорбции при прохождении УЗ колебаний через материал корпуса откачиваемого объема, является увеличение диффузии газов, растворенных в межкристаллитных границах.

Удельный поток газовой выделенной q_i из толщи материала лимитируется процессом диффузии, который в данном случае описывается вторым законом Фика:

$$q_i = \frac{8d \cdot N_v}{\pi^2} \left(1 - e^{-\frac{D\pi^2}{4d^2} \cdot t} \right) \quad (1)$$

где d - половина толщины металлической детали; N_v - начальная молекулярная концентрация газа в металле; D - коэффициент диффузии газа в металле.

Для качественной оценки коэффициента диффузии газа в металле запишем его следующим образом:

$$D = \frac{1}{6} a \cdot \bar{u} \cdot e^{-\frac{E_d^*}{RT^*}} \quad (2)$$

где a - постоянная кристаллической решетки металла; \bar{u} - средняя тепловая скорость атомов; E_d^* - энергия активации диффузии газа при УЗ воздействии; T^* - суммарная температура, R - газовая постоянная.

Если на диффундирующие атомы действует внешняя сила F , то вероятность их перескока в направлении действия силы возрастает, и первый закон Фика в векторном виде с учетом внешних сил принимает вид:

$$\bar{j} = -D \text{grad} C + N(v)_F \quad (3)$$

Где \bar{j} - вектор плотности диффузного потока $(v)_F$ - средняя дополнительная скорость атома за счет внешней движущей силы, N - концентрация диффузанта, D - коэффициент диффузии, C - концентрация диффузанта.

Энергия активации диффузии газа при УЗ воздействии $E_d^* = E_d - \Delta E_d$ где E_d - энергия активации диффузии газа, ΔE_d - уменьшение энергии активации диффузии газа за счет ослабления сил межатомного взаимодействия при приложении инерционных сил УЗ поля. Также, энергия, переносимая упругими УЗ колебаниями, увеличивает коэффициент диффузии D за счет дополнительного локального нагрева, который можно записать как $T^* = T + \Delta T$, где T^* - суммарная температура, T - температура термического воздействия, а ΔT - приращение температуры локального нагрева за счет энергии, передаваемой атому внедрения упругой волной.

Удельный поток десорбции газа с поверхности определяется следующим образом:

$$q'_{\text{дес}} = 1,384 \cdot 10^{-23} \cdot \frac{N_{\text{пов}} \theta}{t_s} \cdot T \quad (4)$$

$N_{\text{пов}}$ - количество мест для сорбции молекул газа на единичной поверхности металла;

θ - коэффициент заполнения поверхности металла адсорбированным газом;

t_s - время пребывания молекулы газа в адсорбированном состоянии;

T - температура поверхности металла.

Время пребывания молекулы газа в адсорбированном состоянии определяется уравнением Френкеля:

$$t_s = \tau_0 e^{E_{\text{дес}}/R_0 T} \quad (5)$$

τ_0 - коэффициент, связанный с периодом колебаний атомов на поверхности металла;

где $E_{\text{дес}}$ - энергия десорбции;

R_0 - газовая постоянная.

Для качественной оценки десорбции газа с поверхности металла при термическом и УЗ воздействии (по аналогии с процессом диффузии) запишем значение энергии десорбции $E_{\text{дес}}^* = E_{\text{дес}} - \Delta E_{\text{дес}}$, где $E_{\text{дес}}$ - энергия десорбции газа, $\Delta E_{\text{дес}}$ - уменьшение энергии десорбции газа за счет ослабления сил межмолекулярного взаимодействия при приложении инерционных сил УЗ поля. Энергия, переносимая упругими УЗ колебаниями, увеличивает десорбцию газа также за счет дополнительного локального нагрева, который можно записать как $T^* = T + \Delta T$, где T^* - суммарная температура, T - температура термического воздействия, а ΔT - приращение температуры локального нагрева за счет энергии, передаваемой молекуле упругой волной.

При диффузии и десорбции газа из деталей магнетрона в процессе откачки происходит повышение общего давления в корпусе прибора. Для инженерных расчетов суммарного давления при откачке для фиксированной температуры прогрева и УЗ воздействия на разных частотах разработана методика, описывающая процесс УЗ активирования процессов диффузии и десорбции во

время термовакuumной обработки. При использовании статистических методов планирования эксперимента математическое описание процесса обычно представляется в виде полинома

$$Y = b_0 + \sum_{j=1}^k b_j X_j + \sum_{j \neq u}^k b_{ju} X_j X_l + \sum_{j=1}^k b_j X_j^2 \quad (6)$$

В этом случае учитывается влияние на функцию отклика исследуемого процесса не только каждого фактора в отдельности, но и их взаимодействия.

Определение числа опытов:

$$N = u^k = 2^2 = 4 \quad (7)$$

где $u=2$ – число уровней каждого фактора (должно быть на 1 больше порядка полинома), $k=2$ – число исследуемых факторов.

Для линейной модели и двух исследуемых факторов достаточно провести 4 опыта, т.е. опытные точки располагаются в вершинах квадрата факторного пространства, а модель будет иметь вид:

$$Y = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_{12} X_1 X_2 \quad (8)$$

Где b_0 – значение функции отклика в центре плана, коэффициенты b_1 и b_2 характеризуют степени влияния соответствующих факторов на функцию отклика, а b_{12} характеризует влияние взаимодействия факторов.

Математическое моделирование эксперимента, в котором проведено сравнение дисперсии адекватности и дисперсии воспроизводимости, показало, что полученная математическая модель описывает процесс УЗ активирования диффузии и десорбции при откачке магнетронов.

Третий механизм, повышающий интенсивность тепловой десорбции при прохождении УЗ колебаний через материал корпуса откачиваемого объема, заключается в том, что газовые атомы внедрения (H, C, N, O) в твердом растворе с металлом захватываются акустической волной и участвуют в направленном переносе со скоростью, относительно большей скорости тепловой диффузии. Увеличение подвижности атомов внедрения при прохождении акустической волны через твердое тело относится к объемным эффектам и связано с повышением температуры в локальных микрообъемах кристаллической решетки металла, в которых образовались твердые растворы внедрения газовых атомов. Схематически данный процесс можно изобразить следующим образом – Рисунок 2.

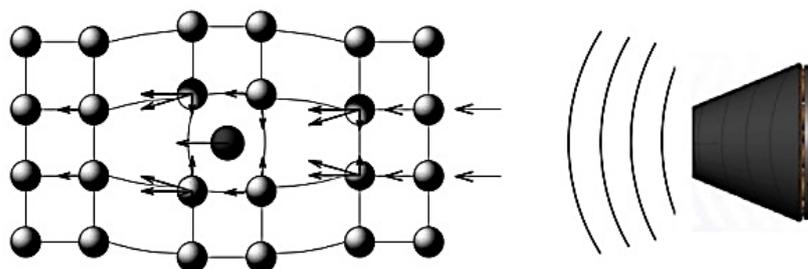


Рисунок 2. Схема диффузии атомов водорода в кристаллической решетке меди под действием УЗ волны.

В Главе 3 описываются средства и методы экспериментальных исследований диффузионных и десорбционных процессов при откачке магнетронов. Приведены аналитические методы, используемые в технологии откачки магнетронов миллиметрового диапазона длин волн.

Произведен подбор измерительного оборудования. Выбраны вакуумметрические и масс-спектрометрические средства измерения. В качестве основного вакуумметра применен широкодиапазонный прибор Televac CC-10, имеющий одну из самых высоких точностей среди датчиков подобного типа $\pm 15\%$. В качестве масс-спектрометра использовался Extorr XT 200 с разрешающей способностью лучше чем 0,5 а.е.м и минимальным детектируемым давлением для азота при регистрации ЦФ - 10^{-11} Торр, ЭУ - 10^{-14} Торр.

Разработана методика эксперимента. Для регистрации эффекта УЗ активирования процессов диффузии и десорбции необходимо создать условия, в которых два образца вакуумного объема будут последовательно откачиваться одинаковыми средствами откачки при комнатной температуре до остаточного давления $5 \cdot 10^{-7}$ Торр. После чего, откачанный объем, оснащенный вакуумметром и масс-спектрометром, необходимо отключить от высоковакуумного насоса клапаном с медным уплотнением и произвести регистрацию естественного повышения давления и повышения давления при УЗ воздействии на испытуемый образец. Сравнение скоростей повышения давления позволит оценить вклад УЗ метода обезгаживания при комнатной температуре. Как известно, мощный УЗ может применяться для разогрева деталей и даже для их сварки между собой. Для того чтобы избежать нагрева (поскольку в этом случае возникнут не столько УЗ активированные потоки процессов диффузии и десорбции, сколько потоки термодесорбционных газов) эксперименты необходимо проводить на частоте наибольшего прохождения УЗ энергии через корпус испытуемого образца с постоянным контролем температуры. Температура образца не должна подниматься выше той температуры, при которой испытывался образец без акустической оснастки.

Произведен подбор источников УЗ колебаний. В качестве источников УЗ колебаний в экспериментах применялся монокристалл лангасита $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$. Это соединение не относится к природным соединениям, оно полностью синтетическое. Для промышленных целей монокристаллы лангасита выращивают вытягиванием из расплава в контролируемой газовой среде по методу Чохральского. Данный материал обладает пьезоэлектрическими свойствами и не теряет их на высоких температурах поскольку у него отсутствует точка Кюри. Низкотемпературные эксперименты проводились с использованием пьезокерамики ЦТС-19.

Описан разработанный источник питания для пьезоэлектрических преобразователей. Применение принципа прямоходового преобразователя позволило создать источник питания выдающий однополярный или двуполярный меандр, с амплитудой 10-1200 В и регулируемой частотой в диапазоне от 10 до 1500 кГц со скважностью 1-80%.

В качестве УЗ оснастки применялись конические концентраторы акустических колебаний с закрепленными на плоской поверхности пьезоэлектрическими преобразователями. Концентраторы снабжены соответствующим креплением для монтажа на серийный магнетрон – Рисунок 3.

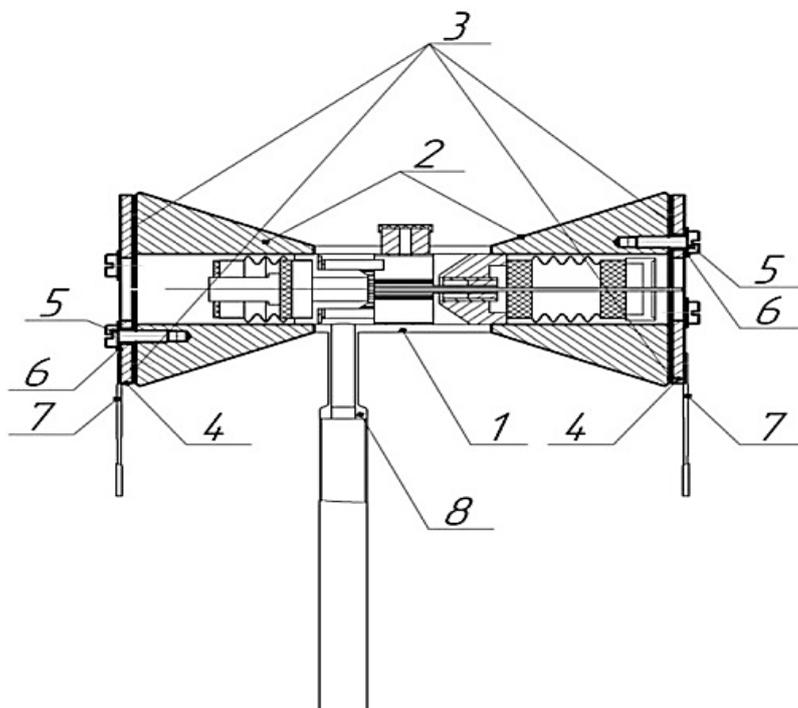


Рисунок 3. Сборочный чертеж магнетрона с прикрепленной УЗ оснасткой.
 1 – Вакуумплотный корпус магнетрона, 2 – концентраторы акустического поля,
 3 – пластины ПЭП, 4 - прижимные шайбы, 5 – винт, 6 – контактная пластина, 7 –
 траверса питания, 8 – штенгель.

Описана модернизация серийного откачного поста, которая заключается в установке дополнительной высоковакуумной камеры, снабженной широкодиапазонным вакуумметром и масс-спектрометром.

В Главе 4 описываются экспериментальные исследования УЗ активирования диффузионных и десорбционных процессов. На графике (Рисунок 4) показана временная зависимость повышения давления остаточных газов в объеме двух одинаковых серийных магнетронов, предварительно откачанных при комнатной температуре до давления $5 \cdot 10^{-7}$ Торр, после отключения высоковакуумного насоса. Кривая 1 – показывает повышение давления без акустического воздействия, кривая 2 – с акустическим воздействием, соответственно. Точки а и в условно обозначают одинаковое насыщение вакуумного объема десорбированными газами за разное время.

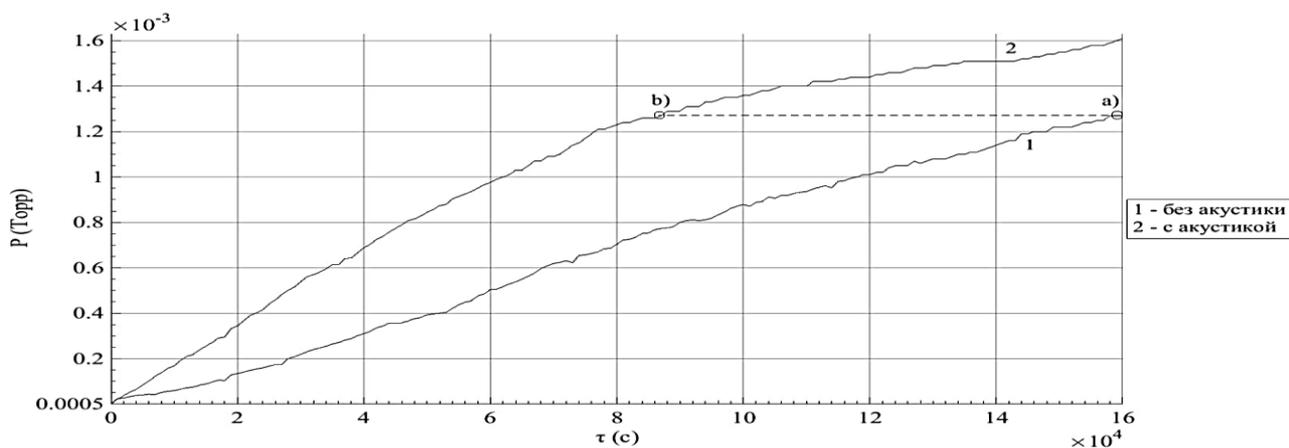


Рисунок 4. График временной зависимости давления остаточных газов в объеме магнетрона при комнатной температуре.

После регистрации эффекта УЗ активирования процессов диффузии и десорбции при комнатной температуре последовали аналогичные измерения на новых двух серийных магнетронах с прогревом корпуса изделия. На графике (Рисунок 5) показано повышение давления остаточных газов в объеме корпуса магнетрона при возрастании температуры по линейному закону со скоростью $9 \text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$ в интервале $20 \div 393 \text{ }^\circ\text{C}$. Залповый выброс десорбированных молекул воды при термической десорбции, пик a) проявился через 37,5 минут при температуре $357 \text{ }^\circ\text{C}$, а при УЗ активированной диффузии и десорбции пик b) проявился через 17,7 мин при температуре $182 \text{ }^\circ\text{C}$. Следовательно, температура эффективной десорбции молекул воды снижается на 175°C , т.е. \sim в 2 раза.

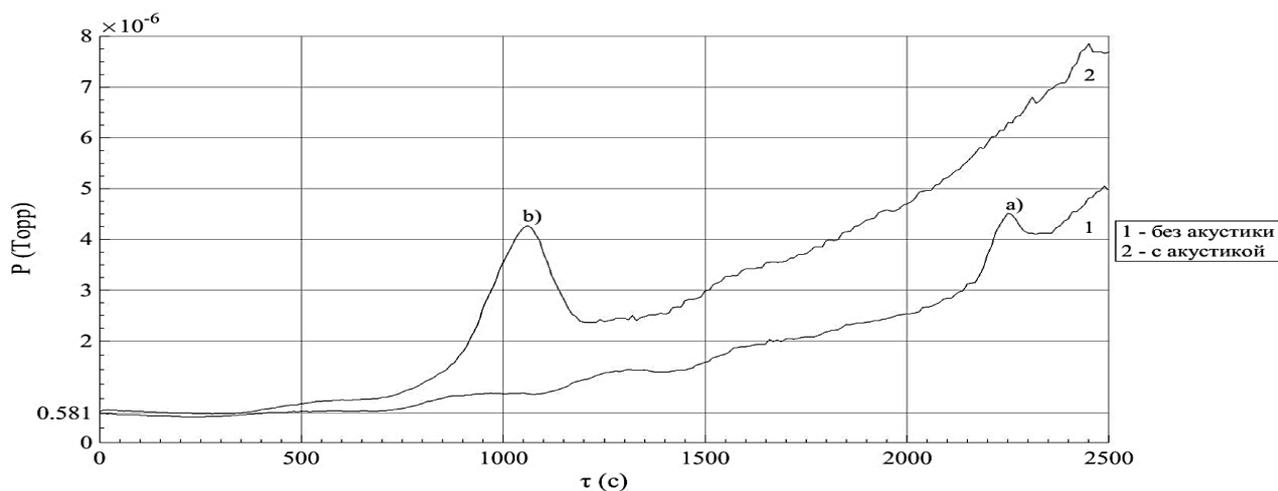


Рисунок 5. График временной зависимости давления остаточных газов в объеме магнетрона с прогревом.

Проведенные испытания действительно позволили зарегистрировать эффект УЗ активирования процессов диффузии и десорбции, который оказался достаточно заметным даже в сравнении с термодесорбцией. Таким образом, можно сделать вывод об эффективности УЗ активирования процессов диффузии и десорбции при термовакuumной обработке. Подобное решение позволит повысить интенсивность десорбции газовых компонентов с внутренних поверхностей обрабатываемого изделия и сократить продолжительность времени откачки электровакуумных приборов. Также, УЗ

активирование процессов диффузии и десорбции позволит удалить большее количество газовой компонентой при откачке магнетронов. Описано исследование влияния УЗ колебаний на скорость десорбционно-диффузионных процессов в зависимости от частотных характеристик используемого акустического поля, в ходе которого обнаружено, что частота колебаний влияет на скорость удаления различных газовых компонентов. Так, при проведении четырех откачек аналогичных модельных образцов к ним прикладывались различные частоты УЗ колебаний. Более равномерная и длительная десорбция водорода возникала на частотах 55 кГц и 300 кГц. Вероятнее всего такое явление напрямую зависит от кристаллической структуры материала, которая имеет резонансные гармоники в диапазонах используемых частот УЗ колебаний.

В Главе 5 описана разработанная технология откачки серийных магнетронов миллиметрового диапазона длин волн, основанная на УЗ активировании диффузионных и десорбционных процессов. За основу была взята действующая технология термовакуумной обработки магнетронов. На изделия размещались УЗ концентраторы и подавались УЗ колебания с частотой 36 кГц на протяжении всего цикла откачки от атмосферного давления до высокого вакуума. График газоотделения из серийного магнетрона баз активирования катода приведен на Рисунке 6. Цифрами 1-19 отмечены различные реакции газоотделения, для сравнения эффективности предложенной технологии УЗ откачки с классической технологией термовакуумной обработки.

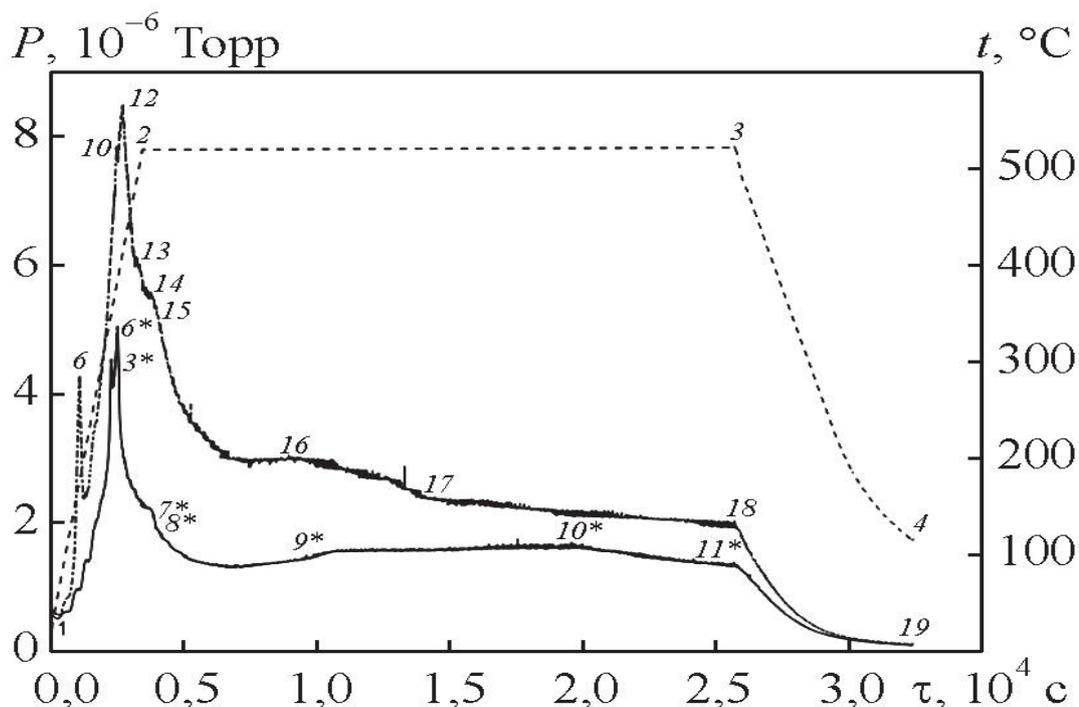


Рисунок 6. Изменение остаточного давления при термовакуумной обработке (I) и термовакуумной обработке с УЗ активированием процессов диффузии и десорбции (II) в серийном магнетроне. Пунктирная линия — режим термообработки.

Количество откачанного газа, в зависимости от способа воздействия на корпус вакуумного объема, определяется по формуле:

$$S(\text{Pt})\text{TpАк} / S(\text{Pt})\text{Tp} = 6,70 \cdot 10^{-5} / 2,76 \cdot 10^{-5} = 2,43 \quad (7)$$

Где $S(\text{Pt})\text{TpАк}$ – суммарного количества откачанного газа для термовакuumной обработки с УЗ активированием процессов диффузии и десорбции, $S(\text{Pt})\text{Tp}$ – суммарное количество откачанного газа при термовакuumной обработке без УЗ.

Из полученных результатов следует, что термовакuumная обработка с УЗ активированием процессов диффузии и десорбции приводит к интенсификации десорбционных и диффузионных процессов, в результате чего увеличивается газовая нагрузка на средства откачки. В нашем случае прохождение акустической волны УЗ диапазона сквозь корпус вакуумного объема одновременно с его нагревом увеличивает количество откачанного газа по сравнению с нагревом без УЗ активирования процессов диффузии и десорбции в 2,43 раза.

Реализация предложенной технологии откачки позволяет сократить время обезгаживания и удалить большее количество газов. Время, затраченное на классическую термовакuumную обработку одного из серийных магнетронов, составляет 19 часов. В то время как при термовакuumной обработке с УЗ активированием процессов диффузии и десорбции требуется 13 часов – Рисунок 7. Цикл откачки сокращается на 5 часов. Более того, во время обезгаживания и тренировки катода через прибор продолжает проходить УЗ волна, что способствует не только сокращению длительности откачки но и удалению большего количества газа за весь технологический цикл.

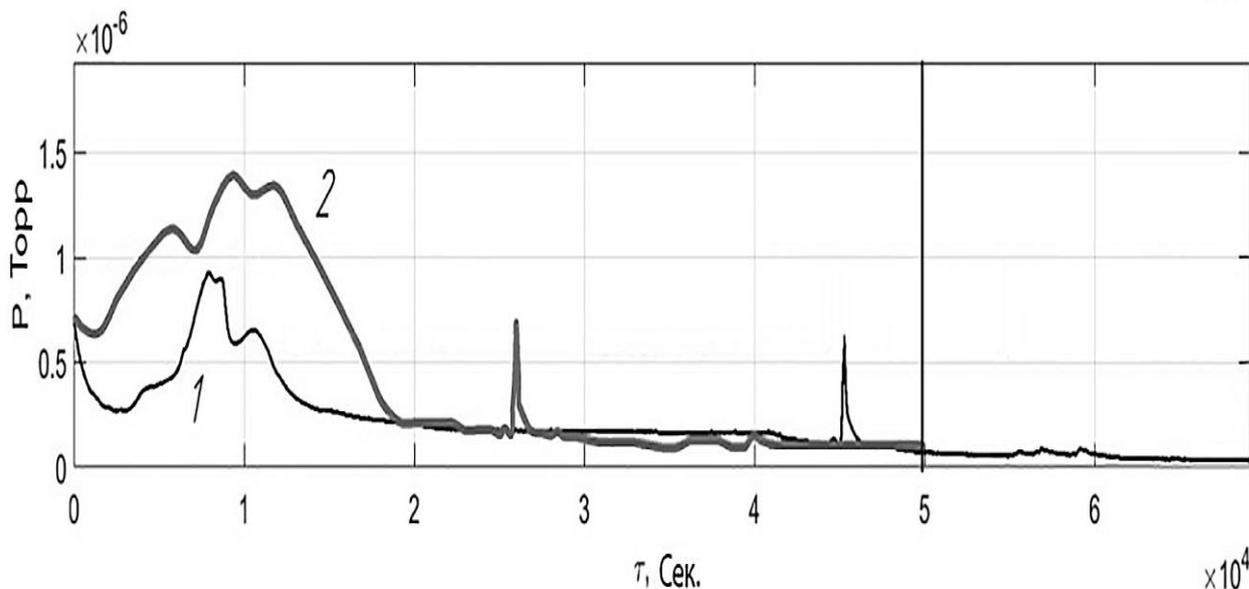


Рисунок 7. Изменение остаточного давления в вакуумной полости магнетрона миллиметрового диапазона длин волн во время технологического процесса термовакuumной обработки с применением УЗ активирования процессов диффузии и десорбции при откачке серийного магнетрона с активированием катода.

Кривая 1 показывает изменение давления в вакуумной полости прибора во времени при классической термовакуумной обработке, кривая 2 показывает изменение давления в вакуумной полости прибора при термовакуумной обработке с УЗ активированием процессов диффузии и десорбции.

Реализованная на заводе Плутон технология термовакуумной обработки с УЗ активированием диффузионных и десорбционных процессов показала свою высокую эффективность и в настоящий момент проходит стадию внедрения в серийное производство.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

1. Проведенный в работе аналитический обзор технологии производства магнетронов миллиметрового диапазона длин волн подтвердил необходимость сокращения времени термовакуумной обработки без потери качества вакуума в полости изделия. Для реализации этой задачи необходимо применение новых физических методов активирования диффузии и десорбции, поскольку термический метод себя исчерпал и дальнейшее его развитие не целесообразно.

2. Эксперименты показали, что УЗ активирование процессов диффузии и десорбции в вакууме эффективно с точки зрения интенсификации газовой выделения. Причем как на температурах основного цикла обезгаживания 550 °С, так и на более низких температурах - близких к 20 °С. Количество откачанного по технологии УЗ термовакуумной обработки превышает 2,45 раза количество газа, откачанного по классической технологии термовакуумной обработки.

3. УЗ активирование диффузионных и десорбционных процессов во время откачки магнетронов возникает за счет упругой деформации кристаллической решетки кристаллитов и межкристаллитных границ, а также за счет передачи энергии акустических волн газовым атомам внедрения непосредственно на атомарном уровне.

4. Разработанные методики расчета общего давления и нахождения количества откачанного газа позволили оценить вклад термодесорбции и УЗ активированной десорбции, произвести сравнительный анализ эффективности различных методов обезгаживания. Полученные данные имеют большое значение в серийном производстве магнетронов, поскольку основным критерием продолжительности службы магнетрона является скорость повышения давления в его вакуумной полости. Скорость повышения давления зависит от качества обезгаживания деталей внутренней арматуры.

5. При разработке технологии термовакуумной обработки с УЗ активированием процессов диффузии и десорбции для каждого нового изделия рекомендуется производить ряд тестовых откачек без активирования катода на частотах в интервале от 30 до 300 кГц с шагом 10 кГц. При этом необходимо регистрировать повышение давления в вакуумном объеме изделия. Используя описанный в работе метод определения количества откачанного газа, необходимо найти оптимальный режим УЗ активирования процессов диффузии и десорбции для каждого типа изделия.

6. Предложенная технология термовакуумной обработки с УЗ активированием процессов диффузии и десорбции имеет большой спектр применения и пригодна для обезгаживания различных изделий и исследуемых образцов.

7. Предложенная методика УЗ активирования процессов диффузии и десорбции при откачке магнетронов себя положительно зарекомендовала и проходит стадию внедрения в серийное производство на заводе Плутон.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ

1. Исследование процессов на поверхности и в объеме материалов магнетрона в условиях термического и термоакустического воздействия на его корпус при откачке воздушной атмосферы / И.Ф.Ханбеков [и др.] // Физика и химия обработки материалов, 2020. № 1. С. 42-49.

(0,5 п.л. /0,46 п.л.).

2. I.F. Khanbekov, I.P. Li, V.S. Petrov, V.P. Mikhailov, E.A. Deulin. Research of acoustically stimulated thermal desorption in electrovacuum microwave devices // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering: Conf. Series 387 – (2018) 012032.(0,37п.л. /0,3п.л.).

3. Термическое активирование геттеров в технологии производства магнетронов / И.Ф. Ханбеков [и др.] // Известия вузов электроника – 2019. том 24. №4. С. 370-382. (0,81п.л. /0,6 п.л.).

4. A.M. Bazinenkov, I. F. Khanbekov, A. P. Rotar', D. A. Ivanova and V. P. Mikhailov. Vacuum characteristics of magnetorheological elastomers // IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1313 (2019) 012005 (0,31 п.л. /0,15 п.л.).

5. Способ откачки ЭВП а.с.2644553 РФ. / И.Ф. Ханбеков, И.П. Ли, Н.Д. Лифанов, В.С. Петров; заявл. 23.09.2016; опубли. 13.02.2018. Бюлл. №5. (0,56 п.л. /0,23 п.л.).

6. Определение механизмов химических реакций при активировании прессованного палладий-бариевого катода / И.Ф. Ханбеков [и др.] // Наноиндустрия спецвыпуск. 2020. том 13. №S2. С. 282-296. (0,87 п.л. /0,31п.л.)
Автором проводились масс-спектрометрические исследования.

7. Влияние акустических колебаний УЗ диапазона на скорость обезгаживания материалов в производстве электровакуумных приборов / И.Ф. Ханбеков [и др.] // Вакуумная наука и техника: Материалы науч. тех. конф. 2018. С. 303-307. (0,31 п.л. /0,25).

8. Применение акустически стимулированной термодесорбции в производстве электровакуумных СВЧ приборов / И.Ф. Ханбеков [и др.] // Вакуумная техника, материалы и технология: Материалы науч. тех. конф.. 2017. С. 71-75. (0,31 п.л. /0,23).

9. Ханбеков И.Ф., Михайлов В.П. Исследование процессов ультразвукового активирования диффузии и десорбции в электровакуумных приборах // Вакуумная наука и техника: Материалы науч. тех. конф. 2021. С 307-310. (0,31 п.л. /0,27).