



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21)(22) Заявка: **2011136384/28, 01.09.2011**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
01.09.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **01.09.2011**(45) Опубликовано: **27.01.2013** Бюл. № 3(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **US 7161677 B2, 09.01.2007. US 7514275 B2, 07.04.2009. JP 61257478 A, 14.11.1986. RU 2061950 C1, 10.06.1996. RU 2330350 C2, 27.07.2008. US 2010/0311103 A1, 09.12.2010.**

Адрес для переписки:

105005, Москва, ул. 2-я Бауманская, 5, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ЦЗИС, директору (для В.М. Башкова)

(72) Автор(ы):

**Башков Валерий Михайлович (RU),
Городничев Виктор Александрович (RU),
Калашников Евгений Валентинович (RU),
Михалев Павел Андреевич (RU),
Федотов Юрий Викторович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана" (RU)**(54) СПОСОБ ОЦЕНКИ КИНЕТИКИ ОБРАЗОВАНИЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ ПЛЕНОК И ИЗМЕНЕНИЯ ИХ ОПТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК**

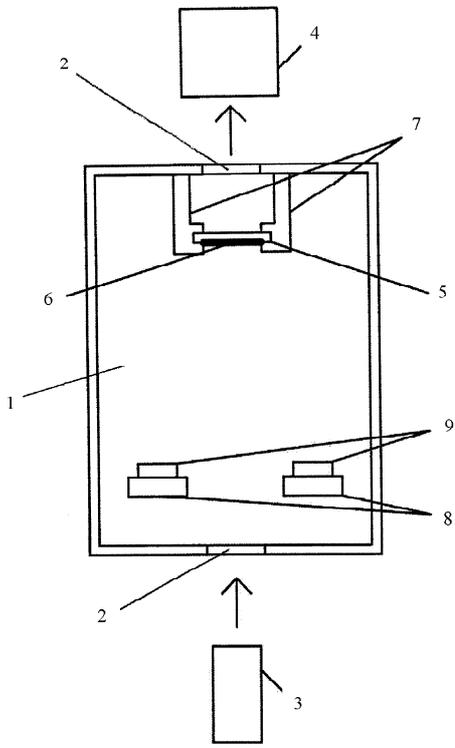
(57) Реферат:

Изобретение относится к анализу оптических характеристик наноразмерных пленок, образующихся при конденсации продуктов газовой выделенной нагретых неметаллических материалов в вакууме. Способ заключается в термовакуумном воздействии при определенной температуре на образцы материалов, помещенные в специальные изотермические контейнеры, и в улавливании выделившихся из образцов легко конденсирующихся веществ на конденсирующих пластинах. Потерю массы определяют по разности масс образца до и после воздействия, таким же образом

аналогично определяют и содержание летучих конденсирующихся веществ. Испытуемый образец нагревают до температуры на 0,1% ниже минимального порога температуры, при которой начинается деструкция неметаллического материала, при этом происходит непрерывное облучение образца стекла монохроматическим потоком и регистрация энергетических и частотных характеристик монохроматического потока. Кинетику определяют по изменению коэффициента пропускания. Изобретение позволяет увеличить количество контролируемых параметров конденсирующихся пленок. 1 ил.

RU 2 4 7 3 8 8 6 C 1

RU 2 4 7 3 8 8 6 C 1



Фиг.1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
G01N 21/27 (2006.01)
B82Y 35/00 (2011.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2011136384/28, 01.09.2011

(24) Effective date for property rights:
01.09.2011

Priority:

(22) Date of filing: 01.09.2011

(45) Date of publication: 27.01.2013 Bull. 3

Mail address:

105005, Moskva, ul. 2-ja Baumanskaja, 5, MGTU
im. N.Eh. Baumana, TsZIS, direktoru (dlja V.M.
Bashkova)

(72) Inventor(s):

**Bashkov Valerij Mikhajlovich (RU),
Gorodnichev Viktor Aleksandrovich (RU),
Kalashnikov Evgenij Valentinovich (RU),
Mikhalev Pavel Andreevich (RU),
Fedotov Jurij Viktorovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija
"Moskovskij gosudarstvennyj tekhnicheskij
universitet imeni N.Eh. Baumana" (RU)**

(54) **METHOD OF EVALUATING KINETICS OF FORMATION OF NANOSIZED FILMS AND MEASURING OPTICAL CHARACTERISTICS THEREOF**

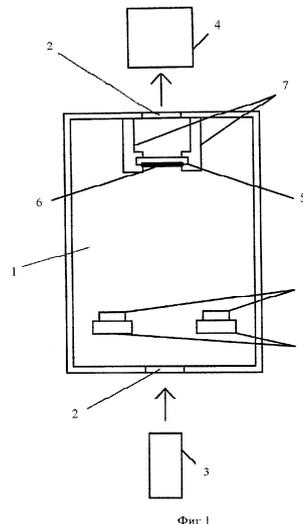
(57) Abstract:

FIELD: physics.

SUBSTANCE: method involves thermal-vacuum action at a given temperature on samples of material placed in special heat-insulated containers, and trapping easily condensed substances released from the samples on condensing plates. Mass loss is determined from the difference between the mass of the sample before and after exposure. Content of volatile condensed substances is determined likewise. The test sample is heated to temperature which is 0.1% lower than the minimum temperature threshold where decomposition of non-metallic material begins, wherein the glass sample is continuously irradiated with monochromatic flux and energy and frequency characteristics of the monochromatic flux are recorded. Kinetics are determined from change in the transmission coefficient.

EFFECT: invention increases the number of inspected parameters of condensable films.

1 dwg



Изобретение относится к способу оценки кинетики образования и изменения оптических характеристик наноразмерных пленок, образующихся при конденсации продуктов газовой выделенной нагретых неметаллических материалов в вакууме.

5 В настоящее время, исходя из технико-экономических соображений, большинство вновь разрабатываемых космических аппаратов конструируются в бескорпусном исполнении. При этом воздействию космических факторов, таких как высокий вакуум, циклически меняющаяся температура, высокоэнергетические излучения, поток микрометеоритов и др., подвергаются все блоки космического аппарата, 10 расположенные вне гермоотсеков. Это приводит к увеличению количества продуктов газовой выделенной и сублимации различных материалов, т.е. к увеличению плотности собственной внешней атмосферы (СВА). Осаждение частиц СВА приводит к ряду негативных последствий, но прежде всего, к снижению светопропускания и появлению ложных срабатываний оптических приборов. Наиболее актуальна эта проблема для 15 космических аппаратов, снабженных оптическими приборами с охлаждаемыми светочувствительными элементами. В этом случае возникают более благоприятные условия осаждения на поверхности светочувствительных элементов паразитных пленок, обладающих более плотной структурой и состоящих из большого числа органических частиц и радикалов. 20

Существует несколько методов решения данной проблемы. Их можно разделить на две основные группы. Методы первой группы преследуют цель снижения роста либо удаления существующих загрязняющих пленок на оптических поверхностях. Методы 25 второй группы направлены на снижение плотности СВА за счет уменьшения газовой выделенной и сублимации материалов. К методам этой группы относят метод оценки и отбора неметаллических материалов по параметрам загрязняющих пленок, образованных продуктами их газовой выделенной.

Известен способ обезгаживания изделий (патент РФ №2061950, 1992 г.). Способ 30 заключается в том, что испытуемое изделие помещают в вакуумную камеру и вакуумируют при непрерывном нагреве и подаче в камеру подпиточного газа. Подпиточный газ подается непрерывно с начала процесса обезгаживания изделия в зону защищаемой поверхности, а количество подаваемого газа пропорционально потоку газовой выделенной изделия, подвергаемого обезгаживанию. Способ рекомендуется 35 применять для обезгаживания изделий, содержащих в своем составе неметаллические материалы (пластмассы, резины, герметики, лаки, краски, изоляционные материалы и т.п.), а также элементы (узлы, детали, сборки), подлежащие защите от продуктов газовой выделенной (стекла, зеркала, линзы, электронные схемы и др.).

40 Основным недостатком способа является то, что в ходе обезгаживания не контролируются параметры процессов газовой выделенной, не применяются конденсационные экраны, на которых осаждались бы продукты газовой выделенной. Отсутствие информации о процессах газовой выделенной и образовании загрязняющих пленок не позволяет сделать обоснованный отбор материалов для космических 45 аппаратов.

Наиболее близким к предлагаемому способу является способ моделирования влияния молекулярных загрязняющих пленок на свойства оптических систем. Данный способ описан в патенте США №7,514,275 (2009 г.). В патенте описаны способ и 50 установка, предназначенные для активации процессов газовой выделенной и пленкообразования, при этом контроль продуктов газовой выделенной ведется методами спектроскопии. Контроль оптических свойств системы производится методом измерения спектров поглощения оптического излучения. Установка предусматривает

проведение испытаний при изменении температуры и давления.

Основным недостатком способа является узость его функциональных возможностей, а именно то, что в процессе газовыделения контролируют только спектры поглощения и химический состав, при этом не производят контроль физико-химических параметров осаждаемой пленки.

Основная задача способа заключается в увеличении количества контролируемых параметров конденсирующихся пленок, позволяющих значительно расширить функциональные возможности способа.

Технический результат достигается тем, что способ оценки кинетики образования наноразмерных пленок и изменения их оптических характеристик заключается в термовакуумном воздействии при определенной температуре на образцы материалов, помещенные в специальные изотермические контейнеры, и в улавливании выделившихся из образцов легко конденсирующихся веществ на конденсирующих пластинах. Потерю массы определяют по разности масс образца до и после воздействия, таким же образом аналогично определяют и содержание летучих конденсирующихся веществ. Причем конденсирующие пластины из кварцевого стекла помещают в специальный держатель, охлаждаемый до температур в диапазоне от минус 30 до плюс 50°C; в нижнем окне вакуумной камеры располагают источник монохроматического излучения с длинами волн в диапазоне от 140 до 3300 нм, а в верхнем окне - приемник излучения. Окна камеры расположены соосно с противоположных сторон испытуемого образца так, что ось, проходящая через центр окна, совпадает с центром образца; испытуемый образец нагревают до температуры на 0,1% ниже минимального порога температуры, при которой начинается деструкция неметаллического материала, при этом происходит непрерывное облучение образца стекла монохроматическим потоком и регистрация энергетических и частотных характеристик монохроматического потока. Кинетику образования пленок и изменений оптических характеристик определяют по изменению коэффициента пропускания, а также частотных характеристик излучения, прошедшего через конденсационную пластину с загрязняющей пленкой.

Фиг.1 - Схема установки для реализации предлагаемого способа.

На фиг.1 номерами позиций обозначены: 1 - камера; 2 - окна; 3 - источник излучения; 4 - приемник излучения; 5 - образец кварцевого стекла; 6 - загрязняющая пленка; 7 - охлаждающие держатели; 8 - нагревательные столики; 9 - газящие образцы испытуемого материала.

Образец 9 испытуемого материала помещают в вакуумную камеру 1 на нагревательный столик 8. Производят откачку камеры 1. Затем производят разогрев образца материала 9 до температуры 120°C. В камере 1 расположен образец из кварцевого стекла 5, который охлаждается в диапазоне температур от минус 10 до плюс 30°C на специальных охлаждающих держателях 7. В камере 1 имеются два окна 2, расположенные соосно с противоположных сторон испытуемого образца кварцевого стекла 5. При этом ось, проходящая через окна, совпадает с центром образца 5. В нижнем окне 2 камеры 1 расположен источник монохроматического излучения 3 с диапазоном длин волн, перекрывающим инфракрасный (ИК) (1...33 мкм), ультрафиолетовый (УФ) и диапазон видимого света (140-1000 нм), а в верхнем окне 2 расположен приемник излучения 4.

Образец 9 испытуемого материала нагревают до температуры на 0,1% ниже минимального порога температуры, при котором начинается деструкция неметаллического материала. При этом происходит непрерывное облучение образца

кварцевого стекла 5 монохроматическим потоком излучения и регистрация энергетических и частотных характеристик монохроматического потока излучения. После окончания процесса газовой выделения кинетику образования загрязняющих пленок 6 на стекле 5 определяют по изменению энергетических и частотных характеристик излучения. При этом происходит совмещение процессов газовой выделения- пленкообразования и исследования физико-химических и оптических параметров пленки 6 в едином процессе, т.е. происходит исследование параметров пленки 6 в процессе ее роста (in situ).

Таким образом, достигается протекание процессов газовой выделения испытуемого образца 9, осаждения и образования на кварцевом стекле 5 его наноразмерной пленки 6 и одновременно с этими процессами определение физико-химических параметров осажденной пленки 6 для оценки кинетики ее образования, а также ее оптических характеристик.

Достижение протекания процессов газовой выделения испытуемого образца 9, осаждения и образования на кварцевом стекле 5 его наноразмерной пленки 6 и одновременно с этими процессами определение физико-химических параметров осажденной пленки 6 для оценки кинетики ее образования, а также ее оптических характеристик при моделировании воздействия факторов космического пространства приводят к повышению достоверности оценки пригодности материалов для использования в условиях открытого космоса.

Исследуемыми параметрами сконденсировавшихся пленок, характеризующими изменение оптических свойств кварцевых светочувствительных элементов в результате газовой выделения и пленкообразования конструкционных материалов, являются следующие:

- толщина пленки (h);
- сплошность пленки (s);
- шероховатость поверхности;
- химический состав;
- коэффициенты преломления (n) и поглощения (k);
- оптические коэффициенты пропускания (T) и отражения (R) пленки.

Исследование физико-химических параметров пленки производят различными методами:

- Атомно-силовая микроскопия (АСМ) (определение рельефа поверхности, толщины и сплошности пленки);
- ИК-спектроскопия (ИК-СЭ) (определение толщины пленки, химического состава, оптических констант);
- Спектрометрия комбинационного рассеяния (КРС) (определение химического состава пленки);
- Оптическая микроскопия (определение сплошности пленки).

Исследование оптических характеристик (коэффициентов пропускания T и отражения R) производят методами спектрофотометрии и спектральной эллипсометрии в следующих диапазонах длин волн:

- ИК-диапазон (1-33 мкм);
- УФ-диапазон и диапазон видимого света (140-1000 нм).

По результатам проводимых исследований определяют параметры модели прогнозирования изменения оптических характеристик кварцевых светочувствительных элементов. В основе модели прогнозирования лежит оптическая модель исследуемой структуры, с помощью которой получают зависимость

спектрального коэффициента пропускания T от времени t и длины волны λ . Варьируя значения параметров времени и длины волны получают зависимость оптических характеристик пленки от толщины и сплошности пленки. Входными данными для модели являются толщины, рельеф поверхности (шероховатость, сплошность) и коэффициенты преломления и поглощения (n и k) пленок. Толщины, рельеф поверхности, коэффициенты преломления и поглощения, химический состав получают исходя из изменения энергетических и частотных характеристик излучения, прошедшего через пленку.

Формула изобретения

Способ оценки кинетики образования наноразмерных пленок и изменения их оптических характеристик, заключающийся в термовакуумном воздействии при определенной температуре на образцы материалов, помещенные в изотермические контейнеры, и в улавливании выделившихся из образцов легко конденсирующихся веществ на конденсирующих пластинах, потерю массы определяют по разности масс образца до и после воздействия, таким же образом определяют и содержание летучих конденсирующихся веществ, отличающийся тем, что конденсирующие пластины из кварцевого стекла помещают в держатель, охлаждаемый до температур в диапазоне от минус 30°C до плюс 50°C; в нижнем окне вакуумной камеры располагают источник монохроматического излучения с длинами волн в диапазоне от 140 нм до 3300 нм, а в верхнем окне - приемник излучения, причем окна камеры расположены соосно с противоположных сторон испытуемого образца так, что ось, проходящая через центр окна, совпадает с центром образца; испытуемый образец нагревают до температуры на 0,1% ниже минимального порога температуры, при которой начинается деструкция неметаллического материала, при этом происходит непрерывное облучение образца стекла монохроматическим потоком и регистрация энергетических и частотных характеристик монохроматического потока; кинетику образования пленок и изменений оптических характеристик определяют по изменению коэффициента пропускания, а также частотных характеристик излучения, прошедшего через конденсационную пластину с загрязняющей пленкой.