

Doc vs Internet + Library

95.11% Originality	4.89% Similarity	28 Sources
--------------------	------------------	------------

Web sources: 26 sources found

1. http://ela.kpi.ua/bitstream/123456789/3498/1/02.pdf	2.14%
2. http://eco.com.ua/sites/eco.com.ua/files/lib1/konf/3vze/zb_m/t1/tom_1_s03_p_264_266.pdf	0.84%
3. http://eco.com.ua/content/perspektivi-i-problemi-sonyachnoi-energetiki	0.84%
4. http://www.fhotm.kpi.ua/sworks/06/kyrychenko_article_2011.pdf	0.33%
5. http://vant.kipt.kharkov.ua/ANNOTAZII_2014/annotazii_2014_1_27.html	0.31%
6. http://vant.kipt.kharkov.ua/ARTICLE/VANT_2014_1/article_2014_1_27.pdf	0.3%
7. https://studwood.ru/2105980/tovarovedenie/elektronno_promeneve_napilennyya	0.24%
8. https://revolution.allbest.ru/manufacture/00346848_0.html	0.24%
9. http://nadoest.com/laboratorna-robota-vivchennyya-elektronno-promenevogo-ustatkuva	0.21%
10. http://www.vmest.ru/nuda/laboratorna-robota-vivchennyya-elektronno-promenevogo-ustatkuva/main..	0.21%
11. http://vmest.ru/nuda/laboratorna-robota-vivchennyya-elektronno-promenevogo-ustatkuva/main.html	0.21%
12. http://ed.kpi.ua/wp-content/uploads/conferences/2017/2017-127-132.pdf	0.2%
13. http://vant.kipt.kharkov.ua/ARTICLE/VANT_2017_2/article_2017_2_41r.pdf	0.17%
14. http://ni.biz.ua/18-2/5449.html	0.14%
15. http://um.co.ua/2/2-7/2-72471.html	0.08%
16. https://studopedia.su/8_52449_tehnologichne-zastosuvannya-elektronno-promenevogo-nagrivann..	0.08%
17. http://oplib.ru/random/view/1158888	0.08%
18. http://irbis-nbuv.gov.ua/cgi-bin/irbis_nbuv/cgiirbis_64.exe?C21COM=2&I21DBN=UJRN&P21DBN...	0.08%
19. http://dspace.nbuv.gov.ua/bitstream/handle/123456789/79966/14-Lavrikov.pdf?sequence=1	0.06%
20. http://dspace.nbuv.gov.ua/handle/123456789/79966	0.06%
21. http://vant.kipt.kharkov.ua/ARTICLE/VANT_2014_2/article_2014_2_89r.pdf	0.06%
22. http://nadoest.com/laboratorna-robota-2-vimiryuvannya-ta-aproksimaciya-polojennyya	0.06%
23. https://oai.org.ua/index.php/record/view/458756	0.06%
24. http://ed.kpi.ua/wp-content/uploads/conferences/2015/79-82_Moduliuvannyya_chasu_zapalennyya_ro..	0.06%
25. https://leksii.org/14-34517.html	0.06%
26. http://events.pstu.edu/konkurs-energy/wp-content/uploads/sites/2/2018/03/%D0%A1%D0%BE%...	0.06%

Library sources: 2 sources found

Перваков М.О..pdf	0.09%
Тиндирика Ю О.docx	0.06%

ВСТУП

Технології електронно-променевого випаровування знаходять широке впровадження у різних галузях промисловості, зокрема, у машинобудуванні, приладобудуванні, авіакосмічній промисловості та в електронній промисловості. Особливо велике значення має нанесення керамічних плівок, які містять газові складові, зокрема кисень, азот або більш складні активні газові речовини. Наприклад в електронній промисловості керамічні плівки широко застосовуються як ізоляційні покриття, а також як багатопаровий діелектричні дзеркала сучасних лазерів.

Проблема електронно-променевого нанесення таких покриттів полягає у тому, що у разі наявності активних газів у технологічній камері вони можуть проникати у камеру гармати електронно-променевого випарника, що у разі використання розжарюваних катодів призводить до їх отруєння хімічно активними газами, та виходу з ладу. Враховуючи велику вартість традиційних джерел електронів з розжарюваними катодами, це підвищує вартість виробів та знижує ефективність їх виробництва [1]. Цю проблему сьогодні розв'язують різними способами. Найбільш простими з них є використання розв'язування за тиском технологічної камери та камери гармати із окремим відкачуванням гармати потужними іонно-сорційними, або кріогенними насосами, але цей спосіб є дорогим та не дуже ефективним. Тому сьогодні проблеми нанесення керамічних покриттів у виробництві електронних виробів вирішуються також шляхом проведення наукових та інженерних робіт з розробки джерел електронів, які працюють на нових фізичних принципах. Це можуть бути джерела електронів з фотоемісією, автоелектронною емісією, або емісією електронів із газового розряду. Серед джерел електронів, в яких емісія здійснюється із газового розряду, розрізняють плазмові джерела електронів та джерела на основі високовольтного тліючого розряду (ВТР). В плазмових джерелах електронів емісія електронів здійснюється із плазми низьковольтного розряду. Електрони прискорюються електричним полем, яке формується з використання електродної системи відповідної геометрії. Такі джерела електронів є досить потужними та мають велику густину струму з поверхні плазмового емітера, але їх недоліками є відносна складності конструкції та низька стабільність роботи. Тому такі джерела електронів можуть використовуватися лише для випаровування тугоплавких матеріалів за умови забезпечення високої стабільності параметрів електронного пучка. В електронній промисловості використання плазмових джерел електронів зазвичай не є ефективним [2].

Навпаки, джерела електронів на основі ВТР мають такі техніко-економічні переваги над традиційними термокатодними джерелами:

- можливість роботи у низькому вакуумі в діапазоні тиску 0,1 – 10 Па в середовищі різних газів, включаючи інертні та активні;
- простота вакуумного обладнання для відкачування електронних гармат ВТР;
- відносна простота конструкції гармат ВТР та можливість заміни їх окремих вузлів під час профілактичних робіт;
- відносно високий термін роботи холодних катодів ВТР;
- відносна простота керування струмом розряду, яке може здійснюватися газодинамічним або електричним способом;
- низький діапазон прискорювальної напруги та відносна простота вакуумного напілювального обладнання.

Тому сьогодні розробка джерел електронів ВТР для нанесення діелектричних плівок в електронній промисловості є важливою та актуальною науково-технічною проблемою. Ця проблема ускладнюється тим, що фізичні процеси у розрядному проміжку ВТР є досить складними та недостатньо вивчені та досліджені. Тому іншою важливою науковою проблемою є формування точних та адекватних математичних моделей розрядного проміжку ВТР.

Дослідження останніх років показали, що для зменшення тиску в розрядній камері гармати та для випаровування комплексних керамічних сполук із різних матеріалів перспективним є застосування тріодних електронних гармат ВТР, які можуть працювати у неперервному або

імпульсному режимі роботи. Особливості формування математичних моделей тріодних гармат ВТР, зокрема імпульсних, були розглянуті у роботах [13 – 17]. Проте недоліком цих моделей є те, що в них не аналізуються термодинамічні параметри анодної плазми, яка в моделях джерел електронів ВТР розглядається як джерело іонів та як рухомий, прозорий для електронного пучка електрод, потенціал якого є близьким до анодного та залежить від потенціалу іонізації газу. У моделях джерел електронів ВТР, які сьогодні використовуються, термодинамічні параметри плазми, зокрема температура електронів та їх концентрація, а також об'єм анодної плазми, зазвичай визначається через літературні данні [10 – 13]. Це ускладнює формування таких моделей та потребує формування складних комп'ютерних баз даних. Тому важливою є розробка таких математичних моделей розрядного проміжку ВТР, у яких термодинамічні параметри анодної плазми розраховуються через умови рівноваги плазмової межі, за заданих фізичних умов горіння ВТР. Такі алгоритми зазвичай є не аналітичними, а ітераційними, і орієнтованими на проведення комп'ютерних розрахунків. Розробка такого алгоритму є основною задачею даної роботи.

Зазвичай електронно-променевої випарники розробляються для конкретного технологічного процесу. В електронній промисловості таким процесом може бути нанесення оксидних діелектричних покриттів, наприклад покриттів із оксиду алюмінію. Тому однією із задач роботи також було моделювання термодинамічного процесу випаровування алюмінію із охолоджуваного водою тигля за умови визначеного тиску у технологічній камері випарника. Це дозволило підібрати відповідну потужність електронного пучка та визначити робочий тиск електронної гармати.

Всі проведені розрахунки були перевірені експериментально на виготовленню макети електронно-променевої гармати. Робота гармати перевірялась як в неперервному, так і в імпульсному режимах. Отримані залежності струму гармати від прискорювальної напруги, тиску в розрядній камері та напруги керувального розряду. Для імпульсного режиму роботи отримані залежності струму гармати від частоти, амплітуди та шпаруватості (скважності) керувальних імпульсів.

Проведені теоретичні та експериментальні дослідження зайвий раз підтвердили, що електронні гармати ВТР можуть бути використані в виробництві електронної техніки для нанесенні хімічно-складних діелектричних покриттів, у склад яких входять активні гази.

1 ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВІ ВИПАРНИКИ

1.1 Принципи пристрою і типи електронно-променевих випарників

1.1.1 Загальні принципи побудови електронно-променевих випарників

До складу електронно-променевого випарника входять електронна гармата і технологічна камера, в якій розташований тигель. У багатьох випадках електронну установку доповнюють пристосуваннями для підживлення розплаву в тиглі випаровуваним матеріалом, цей пристрій розташовується в технологічній камері. У більшості конструкцій випарників вузли генерації електронного пучка, його проведення і тигель конструктивно об'єднані в одному корпусі технологічної камери [1]. Електронно-променевої випарники можуть бути побудовані за різними принципами, найбільш важливі з яких представлені на рис.1. У простих діодних пристроях з нагріванням електронним бомбардуванням катод розташований поблизу матеріалу який випаровується, або поблизу тигля. Під дією прискорювальної напруги між катодом і тиглем потік електронів направляєється на матеріал, що випаровується. Для того, щоб потік електронів, відповідав певному діаметру тигля, застосовують керуючий електрод, який знаходиться під потенціалом катода, наприклад, якщо катод кільцевий, то і керуючому електроду надають форму кільця, що концентрично охоплює тигель. Коли катод розміщений близько до матеріалу, що випаровується, при випаровуванні можливе забруднення отриманого шару матеріалом катода. Підбором форми керуючого електрода вдається уникнути прямого попадання матеріалу катода на підкладку. Розміщення деталей, що знаходяться під високою напругою, на близькій

відстані від джерела пару призводить до високовольних пробоїв і до запалювання тліючого розряду в проміжку між катодом і тиглем. Зазвичай керуючий електрод розташовується в термокатодних гарматах біля катода та має відповідну геометричну форму.

а – випарник з нагрівом електронним бомбардуванням, з лінійним катодом і електростатичним фокусуванням; б – випарник з нагрівом електронним бомбардуванням, з кільцевим катодом і електростатичним фокусуванням; в – випарник з аксіальною пушкою і довгофокусним електростатичним фокусуванням; г – випарник з нагрівом електронним бомбардуванням, з кільцевим катодом, електростатичним фокусуванням і відхиленням пучка; д – випарник з аксіальною пушкою, магнітним фокусуванням і магнітним поворотом пучка на 90° ; е – випарник з плоскопроменевою пушкою і магнітним поворотом пучка на 180° ; 1 – катод; 2 – електрод під потенціалом катода; 3 – електронний пучок; 4 – потік пари; 5 – матеріал, що випаровується; 6 – охолоджуваний водою тигель; 7 – керуючий електрод; 8 – анод; 9 – магнітна лінза; 10 – поперечне магнітне поле; 11 – кільцевий електрод; 12 – кільцевий катод.

Рис.1 Принципи побудови електронно-променевих випарників.

Небезпека появи таких порушень режиму роботи напилюваного обладнання зростає зі збільшенням швидкості випаровування і прискорювальної напруги. Тиск пари поблизу матеріалу що випаровується, таких кільцевих джерел не повинно перевищувати $10^{-1} - 10^{-2}$ Па. Прискорювальні напруги вибирають не більше 10 кВ, а в більшості випадків вони дорівнюють всього 3 – 5 кВ. Через це потужності термокатодних кільцевих джерел електронів обмежуються значенням приблизно 3 кВт. Максимальна швидкість випаровування залежить від властивостей матеріалу, потужності і геометрії випарника. Швидкості конденсації, які досягаються в випарниках цього типу, лежать в межах 1 – 10 нм/с при відстані між випарником і підкладкою, що дорівнює 250 мм. Це істотно звужує можливості їх застосування. Надаючи керуючому електроду спеціальну форму, можна, крім фокусування, домогтися здійснювати і відхилення потоку електронів. Такий прийом, наприклад, повністю затіняє катод від потоку пара. Переваги такої форми електродів виражаються в тому, що різко знижується забруднення розплаву і підвищується пробивна електрична міцність системи [2].

Якщо в просторі між тиглем і керуючий електродом з катодом помістити ще і анод, то електронний потік буде формуватися в пучок. Істотна перевага такої схеми полягає в тому, що простір між генератором пучка і джерелом пари є вільним від полів, тобто області генерації електронного пучка і випаровування просторово розділені. У найпростішому випадку пучок направляють на випаровуваний матеріал зверху прямою чи під косим кутом до поверхні (рис. 1.1 (а, в)). Щоб при великих відстанях між гарматою і тиглем отримати пучок малого діаметра і тим самим потрібну питому поверхневу потужність на поверхні матеріалу, який випаровується, використовують довгофокусні генератори електронних пучків.

Інший спосіб фокусування пучків – це використання магнітних лінз. Недоліком розміщення гармати над тиглем є те, що гармата знаходиться в прямому потоці пари. До шкідливих наслідків цього відносяться не тільки напилення матеріалу, який випаровується на деталі гармати, а й обмеження корисного місця для розміщення підкладки через затінення частини технологічної камери гарматою. Зазначених недоліків можна уникнути, розміщуючи гармату горизонтально і відхиляючи електронний пучок на випаровуваний матеріал за допомогою електростатичних або електромагнітних систем. Просторове розділення генератора пучка і тигля, магнітне відхилення пучка з його напрямком на матеріал який випаровується та застосування лінійних катодів, стало основою для розробки випарників і гармат так званого плоскопроменевого типу. У них електронний пучок повертається на кут не менше 180° , а в більшості конструкцій – на кут 270° . Завдяки своїм перевагам з усіх розглянутих вище схем найбільшого поширення в електронно-променевих технологіях випаровування гарматами отримали випарники з гарматами аксіального і плоскопроменевого типів.

1.1.2 Електронно-променеві випарники з аксіальними гарматами

Діапазон потужності термокатодних аксіальних гармат зазвичай становить 5 – 500 кВт. Для малопотужних випарників розроблені пристрої з вбудованими гарматами. Найкращим чином

зарекомендували себе випарні пристрої, що містять аксіальну пушку, систему магнітного відхилення пучка і тигель в конструктивному варіанті з розділеними гарматою і технологічним об'ємом. Поділ гармати і тигля дозволяє провести оптимізацію вузла гармати і вузла тигля окремо один від одного.

Застосовуючи в пристроях з роздільними гарматою і технологічною камерою ділянки променепроводу з підвищеним опором течії газу або роздільну відкачку випромінювача, неважко реалізувати розв'язку вузлів генератора і власне випарника по вакууму. Такий поділ по вакууму особливо часто використовується при проведенні реакційного напилення, напилення з розсіюванням в газі і іонного нанесення (плакування), які вимагають в технологічному обсязі тиску 10^{-1} Па і вище. Такий поділ стає необхідним, коли при високій швидкості випаровування, особливо у випарників з гарматами потужністю більше 50 кВт, з точки зору технології є допустимим тиск залишкового газу в технологічній камері 10^{-1} Па, або коли перед гарматою виникає хмара пари з високим парціальним тиском. На рис.1.2 показана схема випарного пристрою з аксіальної гарматою великої потужності і магнітною системою відхилення пучка, виконана по роздільній схемі.

1 – масивний катод; 2 – анод; 3-аксіальна гармата винесеного типу; 4 магнітна лінза; 5 – технологічна камера; 6 – електронні пучки (траєкторії змінюються в полі повороту пучка в дві фази відхилення); 7 – стрічка-підкладка; 8 – полюсний наконечник системи повороту пучка на 90° ; 9 – матеріал, що випаровується; 10 – до вакуумної системи; 11 – водоохолоджувальний тигель з керамічною вставкою і матеріалом який випаровується; 12 – магнітна відхиляюча система (за напрямками x, y); 13 – магнітна лінза; 14 – допоміжний катод.

Рис. 1.2 Схема випарного пристрою з аксіальної гарматою потужністю 250 кВт.

Прискорювальна напруга 30 кВ.

Гармата кріпиться до технологічної камери за допомогою фланців; в камері розміщені тигель і магнітна відхиляюча система. Діаметр пучка d_f регулюють таким чином, щоб він був малим у порівнянні з розмірами поверхні випаровування. Відхиляючись в магнітному полі, пучок за заданою програмою переміщується по поверхні матеріалу, який випаровується. Для цього за допомогою змінного магнітного поля, що переміщує пучок перпендикулярно до осі гармати, варіюється кут і місце входу пучка в постійне відхиляюче поле, так що пучок, пройшовши це поле, може бути розгорнутий по всій ширині тигля [21].

1.1.3 Тиглі електронно-променевих випарників

В тиглі знаходиться матеріал, який випаровується. Вибір матеріалу і технічного рішення тигля визначаються основними особливостями електронно-променевого нагріву: передачею енергії на поверхні матеріалу, який випаровується, і питомою поверхневою потужністю електронного пучка.

Матеріал тигля повинен мати низьку пружність до пари і малу схильність до реакцій з матеріалом, що випаровується, і з газом в технологічній камері при високій температурі. Занадто інтенсивні ерозія і випаровування матеріалу тигля не лише забруднюють речовину, що випаровується і одержуваний шар на підкладці, але і скорочують термін служби тигля, знижуючи тим самим техніко-економічні показники процесу [1].

Залежно від вимог конкретної технології застосовують або водоохолоджувальні, або так звані гарячі тиглі, тобто. тиглі з водяним охолодженням і з керамічними внутрішніми вставками (рис. 1.3). Крім того, в ряді спеціальних випадків застосовують безтигельне випаровування.

а – мідний водоохолоджуваний; б – «гарячий»; 1 – мідний водоохолоджуваний тигель; 2 – потік пара; 3 – електронний пучок; 4 – матеріал що випаровується; 5 – тигельна вставка.

Рис. 1.3 Типи тиглів електронно-променевих випарників Найбільш поширені мідні водоохолоджувальні тиглі. Висока теплопровідність міді допускає надзвичайно великі перепади температур між стінкою тигля і матеріалом що випаровується. У таких тиглях можна випаровувати як тугоплавкі речовини, наприклад вольфрам, при температурах 3000 – 4000 К, так і хімічно високоактивні, наприклад титан.

1.2 Електронно-променеві гармати на основі високовольтного тліючого розряду з анодною плазмою

Випарники даного типу створені на базі електронних гармат з холодним катодом і прианодною плазмою. У таких гарматах (рис. 1.4) запалюється щільний тліючий розряд, для якого характерне значення тиску порядку 1 – 10 Па на відстані між електродами (високовольтний тліючий розряд – ВТР). В такому розряді за умови стабільного значення тиску у разі збільшення напруги зростає струм розряду. При постійній силі струму напруга горіння зменшується з ростом тиску P , тоді розряд заповнює всі перетини розрядного проміжку. За областю катодного падіння розташована анодна плазма негативного світіння, яка різко обмежена з боку катода. В області, укладеній між катодом і межею анодної плазми, відбувається спрямований рух електронів та іонів. Електричне поле в цій області, яка називається областю катодного падіння, визначається прикладеною напругою, положенням плазмової межі, геометрією електродів і просторовим зарядом рухомих частинок. Емісія електронів з поверхні холодного катода є результатом її бомбардування потоком іонів і швидких нейтральних атомів, що утворюються в результаті перезарядки іонів, які рухаються із плазми, із атомами залишкового газу.

Для забезпечення необхідної щільності струму в пучку потрібна компресія електронного потоку, який емітується холодним катодом. Тому в ГРЕП з анодною плазмою зазвичай використовується увігнутий катод. Анодна плазма утворюється в результаті іонізації газу прискореними електронами, розсіяними на молекулах залишкового газу і відбитими від стінок анода.

1 – холодний катод; 2 – анод; 3 – плазма; 4 – магнітна лінза; 5 – електронний промінь; 6 – зразок.

Рис. 1.4 Модель розрядного проміжку ВТР.

Потенціал плазми незначно відрізняється від потенціалу анода і її межа в області катодного падіння може розглядатися як прозорий анод. Як матеріал холодного анода можуть бути використані чисті метали, сплави і металокераміка. Внаслідок невеликої величини коефіцієнта вторинної електронно-іонної емісії, щільність струму з холодного катода в ВТР не перевищує $0,1 \text{ см}^2$. Величина струмів, які забезпечуються гарматами з такими катодами, становить до десятків ампер при прискорюючих напругах 5 – 30 кВ.

Загальна потужність таких гармат не перевищує сотен кВт, питома потужність становить близько $10^{15} \text{ Вт / см}^2$, ККД гармат 70 – 90%.

Кут збіжності електронних пучків, що формуються гарматами з розвиненою поверхнею катода, становить близько 10^{-1} рад [3]. Виведення таких пучків з гармати і їх транспортування в технологічну камеру здійснюється за допомогою несиметричних магнітних лінз, як забезпечують отримання довгофокусних пучків. При цьому можливо магнітне відхилення пучків в технологічній камері на кут до 180° . Керування режимом роботи гармати з анодною плазмою може здійснюватися шляхом зміни прискорювальної напруги або щільності плазми. Останнє проводиться або зміною тиску в гарматі, або електрично за допомогою допоміжного розряду, для чого в плазму поміщається керуючий електрод, який може мати позитивний або негативний потенціал відносно анода.

Газорозрядні електронно-променеві гармати на основі високо-вольтного тліючого розряду з анодною плазмою відрізняються низкою таких переваг, як можливість роботи в низькому вакуумі, некритичність до складу газового середовища, надійність і довговічність холодного катода, можливість формування профільних пучків (здійснюється зміною геометрії катода), гнучкість управління параметрами пучка, порівняння простота конструкції.

Можливість формування гарматами на основі ВТР з анодною плазмою декількох пучків в одній системі дозволяє одночасно здійснювати випаровування з декількох тиглів без переміщення електронного променя. ГРЕГ тріодного типу, що забезпечують модуляцію пучка з частотою в сотні герц – одиниці кілогерц, перспективні для імпульсного електронно-променевого випаровування. Також тріодні гармати можна використовувати для зменшення тиску у розрядній камері відповідно до вимог технологічного процесу.

Якість плівок, одержуваних шляхом електронного випаровування в вакуумі, в значній мірі залежать від типу гармати і її конструкції. Вимоги до гармати для випаровування визначаються

особливостями технологічного процесу і умовами її роботи. Основною особливістю процесу реактивного напилення є застосування в якості робочого середовища активних газів при робочих тисках в камері порядку долей Па. Крім того, на характеристики гармати впливають властивості матеріалів, що випаровуються, необхідна швидкість випаровування, кількість матеріалу, який випаровується за один цикл, вихідна форма розпилюваної речовини, а також ряд інших факторів, характерних для процесу термічного випаровування у вакуумі. Виходячи з цього, сформульовані наступні вимоги, яким повинна задовольняти електронна гармата для нанесення діелектричних покриттів:

- стійкість роботи в різноманітних газових середовищах, включаючи активні, в діапазоні тисків в технологічній камері десятки – соті долі Па;
- забезпечення високої стабільності енергетичних і геометричних параметрів пучка;
- забезпечення достатньої загальної та питомої потужності електронного пучка в зоні випаровуваного матеріалу;
- достатньо великий термін служби без заміни катоду, протягом якого гармата здатна забезпечити в заданих межах необхідні режими випаровування;
- в процесі роботи не мають виникати летючі речовини, здатні забруднювати напилювані плівки, або мають бути прийняті спеціальні заходи, ускладнюючі їх проникнення в технологічну камеру;
- малі габарити гармати порівняно з розмірами установки, що сприяє зручності при експлуатації і надійності роботи гармати;
- робота при порівняно невеликій прискорювальній напрузі, що не перевищує напругу, використану в установках для напилення покриттів.

Порівняльна характеристика різних видів технологічних джерел електронів наведена в таблиці 1.1

Виходячи з наведеної нижче порівняльної характеристики видно, що для розроблюваного випарника найкраще використовувати газорозрядну електронну гармату з холодним катодом.

1 – катод; 2 – високовольтний ізолятор; 3 – верхня основа; 4 – корпус; 5 – керуючий електрод; 6 – анод; 7 – нижня основа; 8 – променепровід; 9 – фокусувальна магнітна лінза; 10 – система відхилення; 11 – кришка; 12 – низьковольтні ізолятори; 13 – прикатодний електрод.

Рис. 1.5 Газорозрядна електронна гармата

На катод через високовольтний ізолятор подається висока прискорююча напруга порядку – 10 кВ (звичайний діапазон 5 – 30 кВ; 50 кВ це верхня границя існування ВТР). ВТР існує при низькому вакуумі, це означає що якщо без додаткового розряду діапазон тиску становить від 1 до 10 Па. При запалюванні додаткового розряду може бути 10^{-1} – 10 Па. При подачі прискорювальної напруги між катодом і анодом виникає (запалюється) високовольтний тліючий розряд. Розряд має дві основні області – анодну плазму і область анодного падіння потенціалу. Основна іонізація газу відбувається в анодній плазмі, повільними електронами, які емітують з поверхні катода. Іони газу емітуються анодною плазмою, яка має яскравовиражену границю і рухаються в напрямку до катоду. Прискорені іони бомбардують катод, за рахунок цього виникає емісія електронів з поверхні катода, такий процес називається вторинною іонно-електронною емісією. Додатковим джерелом електронів являються прискорені атоми газу, які виникають в об'ємі розряду в результаті перезарядки. Сформований електронний пучок прискорюється в електричному полі катодного падіння потенціалу, і виводиться через променепровід (система транспортування пучка) до виробу що оброблюється. В випарниках пучок направляється на речовину що випаровується, яка знаходиться в тиглі.

Фокусувальна магнітна лінза використовується для фокусування пучка (рис 1.5 (8)), а відхиляюча – для сканування пучка в просторі (рис 1.5 (10)). Система транспортування має подвійну функцію – забезпечення проведення пучка з пушки в технологічну камеру та забезпечення перепаду тиску між пушкою та технологічною камерою. Процес випаровування ведеться при постійному відкачуванні технологічної камери, а в пушку напускається робочий газ. Для випаровування композитних матеріалів використовують імпульсні електронні пучки. В

даному випадку змінювати потужність пучка можна за допомогою допоміжного розряду. Допоміжний розряд забезпечує додаткову іонізацію газу і за рахунок цього підвищується потужність електронного пучка. Крім того при запалюванні допоміжного розряду можна зменшити тиск в розрядній камері пушки, тим самим змінювати тиск в технологічній камері.

1.3 Математичні моделі високовольтного тліючого розряду

Математичні моделі ВТР в різних поєднаннях включають всі основні експериментальні фактори, що характеризують розряд. Однак комплексний аналіз ВТР, придатний для інженерної практики, поки що не проведений. Існуючі моделі враховують геометричну форму електродів: одновимірну – плоску, циліндричну, сферичну; двовимірну – площина і діафрагма, площина і циліндр. Розподіл нейтральних атомів в проміжку береться одновимірним і незалежним від струму розряду і температури. Баланс заряджених частинок або умова стаціонарності розряду забезпечуються: незалежною інжекцією іонів з фіксованої поверхні анода; незалежною інжекцією іонів з поверхні рухливого плазмового анода, утвореного зовнішнім джерелом іонізації; інжекцією іонів з поверхні рухливого плазмового анода, утвореного електронами розряду. Крім цього, враховується утворення електронів на катоді і в катодному падінні, в якому зосереджене сильне електричне поле. Приймається, що нульове поле існує в області, де утворюються анодна і катодна плазма, а критичне значення максимальної напруженості поля визначається граничними умовами на катоді. Просторовий заряд в плазмі часто не враховується. Швидкість руху швидких електронів визначається пройденою різницею потенціалів, вони рухаються прискорено в катодному падінні і з постійною швидкістю в плазмі, втратами їх енергії при одноразових зіткненнях і релятивістськими ефектами нехтують. Для іонів звичайно припускають, що вони рухаються в режимі сильної рухливості і їх швидкість пропорційна напруженості електричного поля в розглянутій точці. У деяких роботах замість середньої швидкості іонів і електронів використовують їх функції розподілу за швидкостями [2, 3, 4].

Процеси зіткнень часток з поверхнями і в об'ємі описують емпіричними залежностями для іонно-електричної емісії, непружним відбиттям електронів, перетинами електронно-та іонно-атомних зіткнень. Основний тип зіткнень іонів в області катодного падіння потенціалу при середній енергії іонів до 10–30 кеВ – перезарядка. Її поперечний переріз у певному інтервалі енергій іонів і напруженості електричного поля вважають постійною або наближено апроксимують степеневу функцією [2,3]:

де $A = Q_{i0max}$ – максимальний переріз перезарядження іонів на обраній ділянці енергії при $E(x) = E_0$; E_0 – напруженість електричного поля, еквівалентна енергії іона, при якій переріз перезарядження максимальний. Її значення визначають експериментально і з енергетичних співвідношень для іона

звідки $E_0 = U_{i0} p_{ao} A$. Тут V_{i0} – швидкість іона, U_{i0} – еквівалентний потенціал, при якому переріз перезарядження максимальний [2,3].

На поверхні катода γ -емісію вважають незалежною від напруженості поля і температури, сорбції та десорбції атомів. Коефіцієнт емісії усереднюють по енергіях іонів і атомів і використовують його емпіричну залежність від напруги горіння розряду, наприклад, виду [2,3]:

Основними рівняннями для розряду і його частинок в електричному полі будуть наступні рівняння: Пуассона для електричного поля, безперервності для струму заряджених частинок, рухливості і рівняння балансу потужності з відповідними граничними умовами. За допомогою методики аналізу рівнянь для стаціонарних розрядів у газах низького тиску між холодними плоскими електродами можна отримати всі основні співвідношення між параметрами розряду [4,5,6]. Більш простим, але досить цінним може бути аналіз співвідношень для фізичних меж існування даного типу розряду, отриманих на основі прийнятої моделі, загальних закономірностей елементарних процесів, властивостей матеріалів та інших умов. Так, характерні особливості ВТР визначаються граничними умовами, що накладаються на значення електричних полів, концентрацію нейтральних і заряджених частинок, їх швидкості, переріз взаємодії, температуру електродів, умови стаціонарності та інші параметри. Тільки накладені граничні умови виділяють ВТР із загального класу розрядів з холодними електродами. Для

інженерних розрахунків знання цих умов часто виявляється більш важливим, ніж знання певної залежності між параметрами всередині області існування розряду. Це пов'язано з тим, що можливості аналітичних методів розв'язання складних систем рівнянь обмежені, тому, маючи аналітичні вирази для граничних умов, можна провести чисельні розрахунки більш складної, реальної моделі ВТР. Граничні умови також використовують при експериментальній розробці систем з ВТР, так як взаємозв'язок параметрів всередині області їх існування для складної геометрії електродів визначають експериментально на макеті.

Для зовнішніх характеристик ВТР (вольт-амперних, запалювання та ін.) існують деякі емпіричні співвідношення, отримані на основі експериментальних даних для різних умов розряду. У цілому можна будь-які експериментальні залежності представити у вигляді емпіричних співвідношень. Недоліки емпіричних формул відомі: неможливість проведення повного аналізу, труднощі виявлення фізичного взаємозв'язку процесів і порівняно вузька область застосування, що пов'язано з визначеністю умов конкретного експерименту. Крім того, за аналогією зі звичайним тліючим розрядом наявні емпіричні формули для ВТР зазвичай включають в себе внутрішній параметр розряду – відстань катод-плазма, так як необхідно додатково використовувати умову стаціонарності, яку важко визначити емпірично. Тому загальні аналітичні співвідношення, навіть для спрощених моделей розряду, становлять великий практичний інтерес.

Враховуючи вищесказане, найбільш цікавим є створення аналітичної моделі гармати ВТР, в якій розрахунок параметрів електронного пучка можна було б здійснювати з урахуванням термодинамічних параметрів анодної плазми. Найбільш важливим з цих параметрів є температура електронів плазми та їх концентрація. У разі проведення комп'ютерних розрахунків така модель може бути ітераційною, проте будувати її необхідно на основі простих аналітичних співвідношень [6, 7, 8].

2 МОДЕЛЮВАННЯ ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВОГО ВИПАРНИКА

2.1 Розрахунок положення плазмової межі

З теорії ВТР відомо, що анодна плазма утворюється в результаті іонізації газу декількома групами електронів. Умовно можна виділити групу швидких електронів, прискорених в області катодного падіння потенціалу і непружно відбитих від анода з втратою енергії, і групу повільних електронів, що утворюються при іонізації атомів газу в об'ємі плазми. Втрата повільних заряджених частинок відбувається внаслідок їх відходу на електроди в процесі дифузії. Як відомо, особливість роботи тріодних електродних систем ВТР полягає в тому, що, за рахунок введення керуючого електрода, в розрядному проміжку запалюється додатковий, несамостійний розряд з порожнистим катодом [2, 3]. Тому дифузію іонів з плазми на анод ВТР необхідно розглядати як амбіполярну, оскільки, крім звичайного дифузійного розсіювання, на них діє сила електричного поля, що формується між керуючим електродом і анодом ВТР. Під дією прискорених іонів з поверхні анода ВТР, що є також катодом допоміжного розряду, емітуються повільні електрони, які іонізують плазму значно ефективніше, ніж швидкі електрони пучка, прискорені в розрядному проміжку ВТР [14, 15].

Схема тріодної електродної системи ВТР при позитивному потенціалі на керуючому електроді приведена на рис. 2.1.

1 – катод; 2 – анод ВТР, що є катодом допоміжного розряду; 3 – кільцевий електрод для запалювання допоміжного розряду; 4 – анодна плазма; 5 – електронний пучок.

Рис. 2.1 Схема тріодного високовольтного розрядного проміжку.

Рівняння балансу іонів в анодній плазмі для діодних систем ВТР в загальному вигляді записується наступним чином [2, 3]:

де – ефективність іонізації газу швидкими електронами, – ефективність іонізації газу повільними електронами, – ефективність виходу частинок з плазми за рахунок дифузії.

Ефективність іонізації газу швидкими електронами визначається густиною струму електронного пучка i , в першу чергу, залежить від умов його взаємодії із залишковим газом та з поверх-

нею анода. Для аналітичних оцінок ступеня іонізації газу анодній плазмі ВТР швидкими електронами пучка можна використовувати співвідношення:

де j_e – густина струму електронів на поверхні катода, l – поздовжній розмір анодної плазми (рис. 2.1), p – приведений тиск в розрядному проміжку, U – прискорювальна напруга, i_0 – коефіцієнти відбиття електронів від анода по струму і по енергії відповідно, α – коефіцієнт прозорості анода, β – перетин розсіювання електронів на іонах залишкового газу, γ – коефіцієнт подовження траєкторій електронів, δ , ϵ – напівемпіричні коефіцієнти.

Ефективність іонізації залишкового газу повільними електронами плазми визначається зі співвідношення [2, 3]:

де n_e – концентрація електронів в плазмі, n_0 – усереднений перетин іонізації газу повільними електронами плазми, який визначається наступним чином [2]:

де $n_0 = 2,7 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-3}$ – постійна Лошмідта, ϕ – потенціал іонізації газу, A – емпірична постійна для даного газу.

З умови самостійності горіння ВТР без допоміжного розряду для ефективності дифузійного розсіювання електронів в анодній плазмі було отримано співвідношення [2, 3]:

де μ – рухливість іонів в анодній плазмі для даного газу.

З рівняння (2.1), з урахуванням (2.2 – 2.5), можна отримати співвідношення для розрахунку концентрації іонів в діодному розрядному проміжку ВТР [2, 3]. Співвідношення (2.2 – 2.5) можна використовувати також для опису процесів, що визначають іонізацію газу в тріодному розрядному проміжку при запалюванні несамостійного розряду.

Для тріодної системи ВТР, з урахуванням горіння допоміжного розряду, перепишемо рівняння балансу іонів (2.1) наступним чином:

Для амбіполярної дифузії в тріодній системі ВТР, аналогічно наведеною на рис. 2.1, кількість іонів, що виникають у допоміжному розряді, можна обчислити за формулою [10, 11]:

де U_d – напруга горіння допоміжного розряду, T_e – температура електронів в плазмі з урахуванням її нагрівання електронним пучком, r – поперечний розмір розрядного проміжку (рис. 2.1), L – довжина вільного пробігу електронів, α – коефіцієнт вторинної іонно-електронної емісії з поверхні анода ВТР, або катода допоміжного розряду. Для оцінки довжини вільного пробігу електронів в умовах низьковольтного несамостійного розряду можна використовувати напівемпіричне аналітичне співвідношення:

Досить складно визначити коефіцієнт вторинної іонно-електронної емісії α , який залежить від матеріалу який використовується для анода ВТР і від робочого газу. Завдання ускладнюється тим, що емісія відбувається під впливом різномірних потоків прискорених заряджених і нейтральних частинок з різними енергіями. Тому на практиці частіше за все використовують узагальнений коефіцієнт вторинної іонно-електронної емісії $\alpha_{\text{заг}}$, який враховує вплив всіх потоків [10, 11]. Тоді, з точністю порядку 40%, для обчислення узагальненого коефіцієнта вторинної іонно-електронної емісії можна використовувати напівемпіричні співвідношення [11]:

де η – робота виходу для металу, що використовується, ϕ – потенційний бар'єр, який повинен подолати електрон. Хоча співвідношення (2.9) виконується лише для чистих металів, з його допомогою можна проводити оцінки узагальненого коефіцієнта вторинної іонно-електронної емісії на етапі попереднього аналізу особливостей роботи тріодних джерел електронів ВТР.

З іншого боку, концентрацію іонів в анодній плазмі можна визначити з умови самостійності горіння ВТР [2]:

Вирішуючи рівняння (2.6) для балансу заряджених частинок в анодній плазмі з урахуванням (2.10), можна визначити її поперечний розмір. Підставляючи в рівняння (2.6) співвідношення (2.2 – 2.5, 2.7, 2.10), запишемо рівняння балансу іонів в анодній плазмі наступним чином:

Для отримання рішення цього рівняння (2.11) спочатку зведемо його до канонічного вигляду:

де p і q – шукані коефіцієнти канонічного рівняння (2.12) [7]. Введемо наступні позначення:

де i_0 і i_1 – коефіцієнти відбиття електронів від анода ВТР по току і по енергії відповідно, α – коефіцієнт подовження траєкторій електронів, f – коефіцієнт прозорості анода ВТР, β – перетин розсіювання електронів на іонах залишкового газу, L – довжина вільного пробігу електронів, δ – коефі-

цієнт вторинної іонно-електронної емісії з поверхні анода ВТР, T_e – температура електронного газу, α – рухливість електронів в анодній плазмі, ϕ – потенціал іонізації газу, k – постійна Больцмана – постійна Лошмидта, β – напівемпірична постійна, що є константою для даного газу, γ_0 , γ_1 – напівемпіричні коефіцієнти, де C_y, D_y – коефіцієнти рівняння, D_{yp} – дискримінант рівняння, а p, q, u, v и y – допоміжні змінні.

Тоді рівняння (2.11) зводиться до вигляду:

де

Для приведення отриманого кубічного рівняння (2.14) до канонічного вигляду (2.12) необхідно провести заміну змінних і обчислити шукані коефіцієнти і з співвідношень [7]:

Тоді рівняння (14), з урахуванням (15, 16), можна вирішити аналітично, використовуючи формулу Кордано [15]:

Де – дискримінант рівняння (2.14), який вираховується з урахуванням підстановок (2.13, 2.15, 2.16), а α и β – допоміжні змінні.

Рішення системи рівнянь (2.8, 2.13, 2.15 – 2.17) проводилося з використанням математичних і графічних засобів системи *MatLab* [8, 9]. Отримані залежності положення межі анодної плазми від тиску в розрядному проміжку і від напруги горіння допоміжного розряду наведені на рис. 2.2, а залежно положення анодної плазми від напруги горіння допоміжного розряду і від прискорювальної напруги відповідно на рис. 2.3. У електродній системі, яка моделювалась розрахунки проводилися для алюмінієвого катода і мідного анода, в якості робочого газу розглядався азот. Відповідно до цього при проведенні розрахунків в формулах (2.8, 2.13) були взяті такі коефіцієнти [15]: Якщо відповідні емпіричні коефіцієнти були невідомі, то вони визначалися шляхом вимірювання вольт-амперних і енергетичних характеристик ВТР і апроксимації експериментальних даних за допомогою відповідних функцій. Дані на рис. 2.2 і рис. 2.3 наведені для відстані плазма-катод $d_{пк}$, яке, відповідно до рис. 2.1, обчислюється із співвідношення:

Це пов'язано з тим, що саме параметр $d_{пк}$ має істотне значення при аналізі розподілу електричного поля в розрядному проміжку і траєкторій заряджених частинок [17].

Моделювання розрядного проміжку проводилося для діапазону робочих тисків при прискорюючих напругах і напругах горіння допоміжного розряду $U_{гор}$, при цьому розміри модельованої системи становили $d_{пк}$ и $d_{пк0}$.

Рис. 2.2 Залежність положення межі анодної плазми від тиску в розрядному проміжку і від напруги горіння допоміжного розряду, $U_{уск} = 10$ кВ.

Рис. 2.3 Залежність положення межі анодної плазми від напруги горіння допоміжного розряду і від прискорюючої напруги, $p_{а0} = 0,5$ Па.

2.2 Моделювання енергетичних характеристик джерела електронів

Узагальнена конструктивна схема імпульсної тріодної електродної системи ВТР з позначеними геометричними розмірами і електричними параметрами моделі джерела електронів приведена на рис. 2.4. Основними геометричними параметрами модельованої тріодної електродної системи ВТР є: довжина розрядного проміжку l , поздовжня довжина анодної плазми $d_{пз}$, відстань від кордону плазми до поверхні катода $d_{пк}$, поперечний розмір розрядного проміжку $d_{ппр}$ і поперечний розмір катода $r_{к}$. Важливим вихідним геометричним параметром моделі є радіус формованого електронного пучка $r_{п}$. Основними електричними параметрами даної моделі розрядного проміжку є прискорююча напруга $U_{уск}$, а також значення керуючої напруги $U_{упр}$. Для імпульсних джерел електронів розглядається два значення керуючої напруги: керуючу напругу в імпульсі $U_{п1}$ і в паузі між імпульсами $U_{п0}$. Важливим внутрішнім параметром модульованої електродної системи ВТР є наведений тиск $p_{а0}$. Крім того, для імпульсних джерел електронів ВТР розглядають два значення положення межі анодної плазми відносно катода. Значення $d_{п1}$ и $d_{п0}$ відповідають положенням межі анодної плазми в імпульсі, а значення $d_{п1}$ и $d_{п0}$ – її положенню в паузі між імпульсами керуючої напруги [18].

1 – катод; 2 – анод ВТР; 3 – кільцевої електрод для запалювання допоміжного розряду; 4 – низковольтний ізолятор; 5 – високовольтний ізолятор; 6 – анодна плазма; 7 – електронний

пучок; 8 – низьковольтне джерело керуючої напруги, 9 – оброблюваний виріб, 10 – високовольтне джерело живлення.

Рис. 2.4 Схема тріодного джерела електронів ВТР (рис.2.1) з підключеними ланцюгами живлення та управління струмом розряду.

Розрахунок положення межі анодної плазми в квазіодномірній тріодній електродній системі ВТР, проводиться виходячи з рівняння балансу іонів в об'ємі плазми з урахуванням іонізації газу швидкими електронами пучка і повільними, відбитими від анода електронами. При цьому необхідно врахувати дифузію іонів з плазми на анод ВТР, а також вплив допоміжного розряду. Тоді, беручи до уваги умову самостійності горіння ВТР, можна використовувати систему рівнянь (2.8, 2.13, 2.15, 2.16, 2.17), наведену в підрозділі 2.1, для визначення відстані від кордону плазми до катода $d_{\text{кп}}$:

Знаючи поперечний розмір анодної плазми $d_{\text{п}}$, концентрацію іонів в ній, струм ВТР, струм допоміжного розряду і енергетичну ефективність джерела електронів можна визначити з співвідношень:

де S_1 і S_2 – допоміжні змінні, n_i – концентрація іонів в плазмі, I_p – ток ВТР, $I_{\text{дп}}$ – струм допоміжного розряду, $\eta_{\text{т}}$ – енергетична ефективність тріодного джерела електронів, $\eta_{\text{дп}}$ – енергетична ефективність діодного джерела електронів з відповідними геометричними розмірами та умовами горіння ВТР [15, 16].

2.3 Розрахунок температури електронного газу і рухливості електронів в анодній плазмі

Температура електронів в анодній плазмі ВТР може бути визначена за умови перегріву електронного газу для ідеальної плазми [10–13]:

де $\nu_{\text{еі}}$ – частота зіткнення електронів з атомами газу, $\nu_{\text{еі}}$ – частота зіткнення електронів з іонами газу, $\nu_{\text{еі}}$ – частка енергії, що передається атомами електронам, $\nu_{\text{еі}}$ – частка енергії, що передається іонами електронам. Для слабоіонізованої квазінейтральної плазми ВТР, з урахуванням того, що, співвідношення (2.22) можна переписати у вигляді [10–13]:

де m_i – маса іонів газу. Виражаючи поперечний розмір області катодного падіння потенціалу через температуру електронного газу T_e в явному вигляді, співвідношення (2.23) можна переписати таким чином:

Рухливість електронів в анодній плазмі ВТР залежить від температури електронного газу T_e і від частоти зіткнень електронів з атомами залишкового газу $\nu_{\text{еа}}$, яка для фізичних умов горіння ВТР може бути оцінена з співвідношення [10–12]:

При відомій температурі електронів T_e і частоті зіткнення їх з атомами залишкового газу $\nu_{\text{еа}}$, які визначаються з співвідношень (2.24, 2.25), враховуючи те, що функція розподілу швидкостей електронів в анодній плазмі ВТР підкоряється закону Максвелла, можна записати наступний аналітичний вираз для рухливості електронів [10–12]:

де коефіцієнт $K_{\text{оп}}$ описує процес термодинамічної взаємодії електронного пучка з анодною плазмою і, відповідно до (2.25), визначається із співвідношення:

Рішення рівняння (2.26) для багатьох газів, наприклад для азоту і для повітря, коли інтеграл зіткнень електронів з атомами залишкового газу записується у вигляді

де $\nu_{\text{еа}}$ – функція розподілу швидкостей електронів, можна записати у вигляді спрощеної лінійної залежності [12]:

де a , b – напівемпіричні коефіцієнти.

Фізичний сенс рівняння (2.29) полягає в тому, що рухливість електронів в плазмі прямо пропорційна тиску газу і обернено пропорційна величині електричного поля в області катодного падіння потенціалу.

2.4 Чисельний алгоритм моделювання тріодних електродних систем високовольтного тліючого розряду

Очевидно, що система рівнянь (2.21, 2.22, 2.24, 2.25, 2.26, 2.29) не має аналітичного рішення і може бути вирішена тільки чисельно. Це пов'язано з тим, що рівняння (2.21, 2.22) записані виходячи з аналізу процесів, що протікають в області катодного падіння потенціалу, а рівняння (2.24

– 2.29) – виходячи з аналізу процесів, що протікають в анодній плазмі ВТР. У загальному випадку рівноважний стан кордону анодної плазми визначається з співвідношень [5, 6]:

де e – заряд іонів плазми, φ^* – приелектродний потенціал, що залежить від складу використовуваного газу, значення якого лежить в межах декількох вольт.

Для фізичних умов горіння ВТР, які характеризуються невисокою температурою іонів і статистикою розподілу Больцмана для електронного газу, рівняння рівноваги кордону плазми (2.30) можна переписати у вигляді [5, 6]:

де ϵ_0 – діелектрична постійна, E_0 – напруженість електричного поля біля кордону плазми з боку області катодного падіння потенціалу.

З урахуванням рівняння (2.31), значення відстані від поверхні катода до кордону анодної плазми, обчислені з використанням рівнянь (2.13) і рівняння (2.24), повинні збігатися. З урахуванням цього запропоновано наступний чисельний ітераційний алгоритм рішення нелінійної системи рівнянь (2.13, 2.24, 2.29), заснований на методі золотого перетину.

1. Задається точність ϵ для розрахунку значення поперечного розміру області катодного падіння потенціалу r_c .

2. З довідкової літератури визначається наближене значення температури електронного газу. Зазвичай вважається, що при кімнатній температурі $T_e = 300$ К [13].

3. З рівняння (2.24) розраховується значення поперечного розміру області катодного падіння потенціалу r_c .

4. З рівняння (2.29) розраховується рухливість електронів в анодній плазмі μ_e .

5. З рівнянь (2.13), для заданих на даній ітерації значень r_c і T_e обчислюється нове значення поперечного розміру області катодного падіння потенціалу r_c .

6. За знайденим значенням r_c і методом золотого перетину визначаються значення r_c і виходячи з пропорції:

7. Знайдені значення r_c і T_e підставляються в рівняння (2.23) і розраховується середнє значення температури електронного газу T_e і r_c .

8. Обчислюються різниці температур ΔT_e і Δr_c .

9. Якщо $\Delta T_e < \epsilon$, вважається що r_c знайдено, інакше – ні.

10. Якщо $\Delta r_c < \epsilon$ – закінчення розрахунків. У цьому випадку вважається, що r_c знайдено. Якщо $\Delta r_c > \epsilon$ – перехід до пункту 3 для нових значень r_c і T_e , обчислених в пункті 8, а також відповідних їм значень температур T_e і r_c , обчислених в пункті 6.

Після проведення ітераційних обчислень по пунктам алгоритму 1 – 9 знайдені значення r_c підставляються в співвідношення (2.21) для розрахунку енергетичної ефективності джерела електронів [18, 19].

Залежності енергетичної ефективності тріодних джерел електронів ВТР від прискорюючої напруги для різних тисків в розрядному проміжку і різних значень напруги допоміжного розряду, отримані в результаті ітераційних розрахунків з використанням співвідношень (2.1, 2.2, 2.4, 2.5, 2.9, 2.12), наведені на рис. 2.5. З наведених розрахункових залежностей видно, що при порівняно великій прискорюючій напрузі, високій керуючій напрузі і невисокому тиску в розрядному проміжку енергетична ефективність тріодних джерел електронів ВТР близька до відповідної величини для діодних систем і складає більш 80%. В цілому наведені графіки відповідають результатам аналітичних розрахунків, які проводилися для тих же режимів розряду без урахування залежностей температури електронного газу і рухливості електронів в анодній плазмі від прискорювальної напруги, керуючої напруги і наведеного тиску в розрядному проміжку (2.23 – 2.29) [18], з використанням усереднених значень цих параметрів, взятих з літературних джерел [10–13]. При вирішенні задачі моделювання в якості робочого газу розглядався азот, в якості матеріалу катода – алюміній, а в якості матеріалу анода – мідь. Відповідно до цього розрахунки проводилися для наступних значень геометричних внутрішніх параметрів моделі розрядного проміжку: $r_k = 5$ см

2.5 Розрахунок часу запалювання високовольтного тліючого розряду в імпульсному режимі роботи гармати

З теорії газового розряду відомо, що час зростання струму розряду залежить від часу розвитку іонізаційних процесів і від часу релаксації, який пов'язаний з дифузією частинок в розрядному проміжку. Тому для оцінки часу зростання струму ВТР визначальне значення має концентрація частинок в анодній плазмі і її обсяг, причому для імпульсних систем ці параметри повинні оцінюватися для двох режимів: для режиму малого струму в паузі між імпульсами і для режиму великого струму в імпульсі. Очевидним є те, що час зростання струму ВТР безпосередньо пов'язаний з величиною, що комується, енергією розряду, і тому розглянуті в роботах параметри анодній плазми можуть служити вихідними даними для формування математичної моделі, що дозволяє оцінити динаміку розвитку розряду. Це пов'язано з тим, що саме в анодній плазмі ВТР відбуваються основні іонізаційні і дифузійні процеси.

Таким чином, для імпульсного режиму ВТР анодна плазма не тільки є джерелом іонів і рухливим електродом із заданим потенціалом, а й істотно впливає на динаміку запалювання розряду.

а) $p_{a0} = 0,5$ Па; 1 – $U_p = 80$ В, 2 – $U_p = 70$ В, 3 – $U_p = 60$ В, 4 – $U_p = 50$ В, 5 – $U_p = 40$ В, 6 – $U_p = 30$ В. Точками відзначені відповідні експериментальні дані

б) $U_p = 50$ В; 1 – $p_{a0} = 0,2$ Па, 2 – $p_{a0} = 0,4$ Па, 3 – $p_{a0} = 0,5$ Па, 4 – $p_{a0} = 0,6$ Па, 5 – $p_{a0} = 0,8$ Па, 6 – $p_{a0} = 1$ Па

Рис. 2.5 Розраховані залежності енергетичної ефективності тріодних джерел електронів від прискорювальної напруги для різних напруг горіння допоміжного розряду (а) і наведених тисків в розрядному проміжку (б)

Схема тріодної імпульсної електродної системи ВТР, що моделюється, приведена на рис. 2.6. Вона відрізняється від загальної схеми для тріодної системи ВТР, тільки наявністю джерела імпульсної напруги позитивної полярності. Основними електричними параметрами даної моделі розрядного проміжку є прискорююча напруга $U_{уск}$, а також значення керуючого в напрузі в імпульсі U_p і в паузі між імпульсами U_{p0} . Наведені на рис. 2.6 значення $d_{п1}$ і $d_{кп1}$ відповідають положенню границі анодній плазми в імпульсі, а значення $d_{п0}$ і $d_{кп0}$ – її положенню в паузі між імпульсами керуючої напруги [17].

1 – катод; 2 – анод ВТР, що є катодом допоміжного розряду; 3 – кільцевий електрод для запалювання допоміжного розряду; 4 – низьковольтний ізолятор; 5 – високовольтний ізолятор; 6 – анодна плазма; 7 – електронний пучок; 8 – джерело імпульсної напруги.

Рис. 2.6 Схема підключення тріодної гармати ВТР для забезпечення імпульсного режиму роботи Для оцінки часу зростання струму ВТР при збільшенні напруги на керуючому електроді від значення U_{p0} до значення U_p , необхідно проаналізувати залежність струму основного розряду від напруги на керуючому електроді. Такий аналіз можна провести, використовуючи аналітичні співвідношення, що описують залежність обсягу анодній плазми і ступеня іонізації газу в ній від прискорювальної напруги, напруги горіння допоміжного розряду, геометричних розмірів розрядного проміжку, а також від матеріалів електродів і від тиску і складу робочого газу.

Розрахунок положення границі анодній плазми можна провести виходячи з рівняння балансу іонів в ній, з урахуванням іонізації газу швидкими електронами пучка і повільними, відбитими від анода електронами. При цьому необхідно врахувати дифузію іонів з плазми на анод ВТР, а також вплив допоміжного розряду.

Час запалювання ВТР ділиться на дві складові частини: статистичний час запізнювання запалювання розряду t_c і час формування імпульсу струму розряду

Статистичний час запалювання розряду t_c безпосередньо пов'язаний з ймовірністю запалювання ВТР. Для аналізованої системи, наведеної на рис. 1, з урахуванням того, що невеликий струм розряду при заданій напрузі на керуючому електроді U_{p0} вже існує, можна вважати, що в співвідношенні (2.39) $t_c = 0$. При значеннях напруги U_{p0} в межах одиниць Вольт початковий струм розряду становить одиниці-десятки мА.

Для розрахунку часу формування імпульсу струму $t_{ф}$ запропоновано використовувати модель віртуального анода, наявного на відстані x_0 від анода основного розряду. Сутність цієї моделі, з урахуванням особливостей геометрії тріодної електродної системи ВТР, пояснюється на рис. 2,

де через R_a позначений радіус анода. На рис. 2.7 також показано два положення кордону анодної плазми, для режиму мінімального і максимального струму розряду. На рис. 2.7 використані наступні позначення: 1 – кільцевий анод допоміжного розряду, 2 – анод основного розряду, що є катодом допоміжного розряду, 3 – анодна плазма, 4 – віртуальний анод. Залежність струму електронів з поверхні катода ВТР від часу визначається співвідношенням: де – струм первинних електронів з поверхні катода ВТР, – середній час руху позитивного іона від границі анодної плазми до анода ВТР. У рівнянні (2.34) коефіцієнт G визначається з виразу: де – коефіцієнт іонізації газу.

Рис. 2.7 Модель анодної плазми ВТР для розрахунку часу запалювання розряду
Для сталого режиму горіння ВТР, коли виконується умова , рівняння (2.34) можна переписати таким чином:

де – початковий струм розряду.

Зі співвідношень (2.35, 2.36), з урахуванням (2.13, 2.21), можна отримати аналітичне вираз для розрахунку часу збільшення струму розряду тріодної системи ВТР, що моделюється, наведеної на рис. 2.6. Відповідно до співвідношенням (2.36) час збільшення струму розряду t_{Φ} обчислюється зі співвідношення:

З урахуванням того, що струм основного розряду системі обчислюється зі співвідношення (2.21), а довжина вільного пробігу іонів в області анодної плазми визначається зі співвідношення [11, 18]:

середній час збільшення струму розряду при подачі керуючого імпульсу на допоміжний електрод можна обчислити таким чином:

або

де – коефіцієнт управління, який залежить від роду газу і матеріалів електродів, але не залежить ні від прискорюючої, ні від керуючої напруги. Цей коефіцієнт обчислюється зі співвідношення:

З отриманих співвідношень (2.40, 2.41) видно, що час збільшення струму розряду визначається зміною обсягу анодної плазми при розвитку розряду й іонізаційними процесами, що відбуваються в розрядному проміжку [17].

Отримані залежності часу збільшення струму розряду від керуючої напруги в імпульсі і в паузі, а також від робочого тиску в джерелі електронів, наведені на рис. 2.7 и рис. 2.8. З наведених даних моделювання видно, що час збільшення струму розряду змінюється в діапазоні 20 – 250 мкс і зменшується при збільшенні напруги, що управляє в імпульсі і при збільшенні робочого тиску. З іншого боку, час збільшення струму розряду зменшується при збільшенні напруги, що керує в паузі між імпульсами (рис. 2.8). Експериментальні вимірювання для реальних електродних систем підтверджують дані моделювання, розбіжність між теоретичними і експериментальними даними складала не більше 40%, що є хорошим результатом для моделей газорозрядних систем [10, 11]. Наприклад, для прискорювальної напруги 15 кВ, , і розрахункове значення часу збільшення струму розряду склало $t_{\Phi} = 125$ мкс, а вимірне значення для аналогічної системи – $t_{\Phi} = 117,6$ мкс. Для проведення вимірювань використовувався осцилограф С1-99.

Рис. 2.7 Залежності часу запалювання ВТР від тиску та напруги горіння допоміжного розряду

Рис. 2.8 Залежності часу запалювання ВТР від прискорювальної напруги

та напруги горіння допоміжного розряду

Результати моделювання дозволяють зробити висновок про роль дифузійних і іонізаційних процесів в ВТР. З одного боку, при збільшенні значення керуючої напруги в імпульсі збільшується ступінь іонізації газу в розрядному проміжку, що сприяє збільшенню швидкості росту струму розряду і зменшення часу його зростання. Однак при зростанні напруги на керуючому електроді в розряді відбуваються дифузійні процеси, пов'язані зі збільшенням обсягу анодної плазми, відповідно до цих процесів час збільшення струму розряду з ростом напруги в імпульсі має збільшуватися.

Проведені дослідження показали, що час збільшення струму розряду з ростом напруги, що управляє в імпульсі зменшується (рис. 3, 4). Це дозволяє зробити висновок про те, що для фі-

зичних умов горіння ВТР, з урахуванням невисоких тисків в розрядному проміжку, іонізаційні процеси переважають над дифузійними і є визначальними для динаміки розвитку розряду. Оскільки дифузійні процеси зазвичай значно більш інерційні, ніж іонізаційні, в даному випадку вдається досягти малого часу збільшення струму ВТР саме за рахунок переважаючого впливу іонізаційних процесів в розрядному проміжку і в анодному плазмі.

З результатів розрахунків видно, що час збільшення струму розряду в імпульсних системах ВТР становить не більше 250 мкс, а для високих значень робочих тисків і великих керуючих напруг в імпульсі ця величина може складати близько 20 мкс. Однак при малій амплітуді керуючих імпульсів струм розряду збільшується не більше ніж на 50%, а при великій їх амплітуді він може зростати в десятки-сотні разів. Отримані результати дозволяють зробити висновок про те, що тимчасові параметри імпульсних електронних пучків, що формуються в електродних системах ВТР, повністю відповідають вимогам сучасних електронно-променевих технологій. Розробка і впровадження в промисловість імпульсних джерел електронів ВТР дозволить значно розширити технологічні можливості проектного електронно-променевого обладнання.

2.6 Моделювання процесу електронно-променевого випаровування металів

При практичній реалізації електронно-променевих технологій та при проектуванні електронно-променевого обладнання важливими є попередні оцінки часових, температурних та енергетичних параметрів технологічного процесу. При цьому важливу роль відіграють засоби чисельного моделювання нагріву, плавлення та випаровування матеріалів під дією електронного потоку. При цьому для математичного моделювання теплової дії електронного променя на речовину використовують рівняння теплопровідності (3.70). Такі розрахунки базуються на експериментальних вимірюваннях та визначенні термодинамічних параметрів твердих та рідких речовин в залежності від температури.

Модель процесу електронно-променевого випаровування може також бути побудована на основі рівняння теплового балансу, яке є часним випадком рівняння теплопровідності [8, 9]. При складанні математичних моделей процесу випаровування важливим є врахування всіх елементарних теплових процесів, якими супроводжується електронно-променевий нагрів речовини. Ці процеси суттєво впливають на розподіл теплової потужності, яка поглинається речовиною. Найбільш важливими з таких процесів є нагрів речовини, її плавлення та випаровування, та витрати теплової потужності на теплопровідність, теплопередачу та випромінювання. Всі ці процеси потікають залежно від температури матеріала, який нагрівається, тому математична модель процесу випаровування записується у вигляді нелінійних алгебро-диференціальних рівнянь.

Розглянемо математичні моделі теплових процесів, якими супроводжується нагрів, плавлення та випаровування речовини. Найбільш простим тепловим процесом з точки зору його математичного описання є теплопередача. Як відомо, втрати теплової потужності на теплопередачу прямопропорціональні різниці температур та зворотнопропорціональні довжині тіла, через яке здійснюється теплопередача.

Будемо розглядати процес теплообміну для охолоджуваного водою тигля з навіскою, схема конструкції якого та головні геометричні параметри наведені на рис. 2.9. Головними геометричними параметрами тигля, показаними на цьому рисунку, є: $l_{ст}$ – товщина стінки тигля, $R_{т}$ – його радіус, $l_{ж}$ – товщина рідкого шару розплавленого металу, $h_{ТВ}$ – висота шару нерозплавленого металу, l_3 – товщина зазору між металом та стінкою тигля.

У загальному вигляді, якщо вважати, що висота металу та коефіцієнт теплопровідності є залежними від температури, рівняння, яке описує процес теплопередачі, запишеться у вигляді [8, 9]:

де S – площа поверхні тигля, з якої проводиться випаровування, T_m – температура металу на поверхні тигля, $T_{ст}$ – температура стінки тигля. Якщо вважати, що параметри $h_{ТВ}$ та l_3 є незалежними від температури, то можна вважати, що залежність (2.42) носить лінійний характер.

Рис. 2.9. Конструкція охолоджуваного водою тигля з навіскою та його геометричні параметри

При аналізі теплових процесів в місці контакту твердого тіла з охолоджуваною рідиною або газом розглядається ні процес теплопередачі, а процес тепловіддачі, і замість рівняння (2.42) необхідно розглядати рівняння тепловіддачі [8, 9]:

де α – коефіцієнт тепловіддачі, $T_{\text{поверхні}}$ – температура поверхні, яка охолоджується, $T_{\text{рідина}}$ – температура рідини або газу, які охолоджують.

Електронно-променевий нагрів речовини завжди супроводжується випромінюванням з поверхні матеріалу, який нагрівається. Потужність, яка витрачається на випромінювання, залежить від температури поверхні, та у загальному випадку визначається законом Стефана-Больцмана [8, 9]:
де $T_{\text{камери}}$ – температура у технологічній камері, ϵ – випромінювальна здатність, σ – константа Стефана. Іншим процесом, через який втрачається потужність, яка поглинається речовиною при її опромінуванні електронним променем, є вторинна електронна емісія. З урахуванням втрат на випромінювання та на вторинну електронну емісію можна визначити активну потужність, яка витрачається на нагрів речовини, наступним чином [8, 9]:

де $P_{\text{електронний промінь}}$ – потужність електронного променя, $\epsilon_{\text{вторинної емісії}}$ – коефіцієнт вторинної електронної емісії. Тоді остаточно, згідно з рівнянням теплового балансу, можна записати [8, 9]:

Із співвідношень (2.42)-(2.46), для реальної геометрії охолоджуваного водою тигля з металевою навіскою, наведеної на рис 2.9, можна записати ітераційні співвідношення для обчислення температури поверхні металу при його нагріванні до температури плавлення:

де n – номер ітерації, t – час, m – маса металу, p – тиск газу у технологічній камері, r – тепловий опір.

Випаровування металів – досить складний технологічний процес, параметри якого залежать від тиску газу у технологічній камері та від температури, і комплексного математичного описання процесу випаровування для будь-яких тисків та температур не існує.

Якщо тиск у технологічній камері є меншим за 10^{-1} Па, у більшості випадків для математичного описання процесу випаровування металу можна використовувати апроксимацію [8, 9]:

де L – питома теплота пароутворення, v – швидкість випаровування, C, B – емпіричні константи, які залежать від металу, який випаровується, та від виду газу.

Ітераційні розрахунки за вище визначеним алгоритмом припиняються, коли товщина твердої фази металу стає меншою, ніж 1 мм.

Тобто, ітераційні співвідношення, за допомогою яких проводиться моделювання плавлення металу у охолоджуваному водою тиглі, можна записати наступним чином:

де $m_{\text{розплавленого металу}}$ – маса розплавленого металу, $\rho_{\text{рідкого металу}}$ – густина металу у рідкому стані, $\alpha_{\text{рідкого металу}}$ – коефіцієнт тепловіддачі рідкого металу, $H_{\text{рідкого металу}}$ – теплопровідність рідкого металу, $r_{\text{рідкого металу}}$ – висота шару рідкого металу на відповідній ітерації, $T_{\text{границі}}$ – температура на границі рідкого та твердого металу після розігріву твердого металу електронним променем.

Реалізація розрахунків за ітераційними співвідношеннями також має декілька суттєвих особливостей. Проводяться ці розрахунки на основі початкових даних, отриманих із співвідношень з використанням програми. Найважливішою відрізняючою рисою ітераційної процедури, реалізованої з використанням ітераційних співвідношень, є стрибкоподібна зміна температури поверхні та висоти шару розплавленого металу. Слід також відзначити, що для більшості речовин, зокрема для всіх металів, густина речовини у рідкому стані є меншою, ніж у твердому. Тому на початку плавлення висота металу у тиглі збільшується, що треба враховувати при визначенні розмірів тигля. Засоби математичного моделювання дозволяють зробити попередні оцінки збільшення висоти металу при його плавленні і використовувати їх при проектуванні технологічного обладнання.

Але стрибок температури поверхні на етапі початку плавлення металу впливає і на алгоритмічні особливості реалізації розрахунків за співвідношеннями (2.51). Високе значення похідної обумовлює високий коефіцієнт жорсткості шуканої функції, тому збіжність алгоритму, оснований на співвідношеннях (2.51), може бути забезпеченою та гарантованою тільки при відносно малих значеннях кроку інтегрування dt в діапазоні температур. Як відомо, подібні задачі з високим коефіцієнтом жорсткості функції на заданому проміжку значень змінної,

вирішуються з використанням засобів адаптованого квантування [8, 9], суть якого полягає у тому, що для наперед відомого діапазона значень змінної, для якого шукана функція має високий коефіцієнт жорсткості, крок інтегрування береться на 2-3 порядки менший, ніж для всіх інших значень змінної. Саме таким чином вибирався крок квантування по часу при написанні програми, призначеної для моделювання процесу плавлення металу з використанням спів відношень (2.51). Приклад коду відповідної програми, написаної мовою системи *MatLab*, наведений у Додатку Б.

Отримані теоретичні залежності дозволяють зробити важливі висновки, які можуть бути корисними для проектуваньників електронно-променевого технологічного обладнання. Перший з них полягає у тому, що температура поверхні розплаву у охолоджуваному водою тиглі є майже постійною і не залежить від потужності електронного пучка. Це пов'язано з тим, що майже вся потужність пучка витрачається не на нагрівання металу, а на переведення його з рідкого стану до твердого. Тому спосіб випаровування металу з охолоджуваного водою тигля має як свої переваги, так і недоліки. Головною його перевагою є стабільність парового потоку як з часом, так і при зміні потужності пучка, а також відсутність процесу кипіння, який зазвичай супроводжується активним виділенням розчиненого у металі газу та високим рівнем крапельних фракцій. Всі перелічені фактори негативно впливають на якість покриттів, які наносяться. Але суттєвим недоліком електронно-променевого нагрівання металу у охолоджуваному водою тиглі є дуже низька швидкість випаровування, навіть при великій потужності пучка. Цей фактор негативно впливає на продуктивність осадження покриттів. Тому технологічний процес осадження плівок із охолоджуваного водою тигля використовується у таких галузях промисловості, де насамперед важлива якість одержуваних плівок та повторюваність їх характеристик, зокрема в електроніці, у виробництві оптичних виробів та у приладобудуванні.

2.7 Вимірювання та дослідження енергетичних характеристик гармати

Для ВТР з анодною плазмою характерні такі діапазони зміни параметрів: напруга горіння розряду $10^3 - 10^5$ В, густина струму $10 - 10^5$ А/м², тиск робочих газів $10^{-1} - 10^2$ Па при відстані між електродами $10^{-2} - 10^{-1}$ м і площі електродів $10^{-4} - 10^{-2}$ м². При таких параметрах розряду коефіцієнти об'ємної іонізації газу мають менше значення, ніж поверхневі. Тому для проходження струму важливими є процеси емісії заряджених часток з електродів, особливо з поверхні катода.

В ВТР визначальним емісійним процесом є генерація електронів з поверхні холодного катода під дією часток, що бомбардують катод. Вона характеризується узагальненим коефіцієнтом γ (число електронів, які вибиваються з катода в розрахунок на одну частку, що падає), що визначається наступним чином:

де γ_e – коефіцієнт електронної емісії під дією іонів; γ_n – коефіцієнт електронної емісії під дією швидких нейтральних атомів, що утворюються при перезарядженні іонів в області катодного падіння потенціалу; j_i – густина потоків іонів та швидких нейтральних атомів відповідно.

З виразу (2.52) видно, що коефіцієнт γ залежить не тільки від властивостей катода, але і від процесів у розрядному проміжку.

Катод ВТР в процесі роботи піддається бомбардуванню іонами та нейтральними атомами, при якому відбувається його нагрівання, десорбція газу, дефектоутворення на емісійній поверхні, розпилення катода, імплантація іонів. При цьому холодні катоди ВТР повинні забезпечувати стабільну в часі густину струму емісії зі збереженням заданої форми поверхні емітера, тобто мати достатньо високий коефіцієнт іонно-електронної емісії і малий коефіцієнт катодного розпилення. Вони повинні забезпечувати стійку роботу в сильних електричних полях, швидко стабілізувати свої параметри після включення, бути достатньо технологічними.

В умовах технологічних вакуумних систем аналіз процесів на катоді ускладнюється внаслідок невизначеності складу іонів і атомів, їх широкого енергетичного спектру, наявності на поверхні різних неконтрольованих хімічних реакцій. При цьому визначення окремих потоків часток та їх емісійних коефіцієнтів значно утруднене, тому в даній роботі експериментально визначались інтегральні енергетичні характеристики холодного катода ВТР. Проводилось калориметричне

вимірювання потужності, яка виділяється на електродах ВТР, а потім розраховувалась середня емісійна здатність холодного катоду для конкретних умов горіння розряду. Така методика заснована на деяких спрощеннях.

ВТР з діодною електродною системою можна розглядати, як два послідовно з'єднаних проміжки: катод з катодною областю падіння потенціалу і область плазми з анодом. Оскільки газ має невисоку теплопровідність, втрати на випромінювання можна не враховувати. В стаціонарному режимі потужність, яка виділяється на катоді, визначається потужністю, яку набувають в області катодного падіння потенціалу іони плазми, $(W_{к-} - I_{п}U_{кп})$, а потужність, що виділяється на аноді – потужністю прискорених електронів з катоду $(W_{а} - I_{ек}U_{кп})$. Тут $I_{п}$, $I_{ек}$ – струм іонів із плазми і електронів з катоду; $U_{кп}$ – $U_{р}$ – напруга горіння розряду, яка приблизно дорівнює катодному падінню напруги. В умовах ВТР електрони в катодній області рухаються без зіткнень, а їх енергія, що витрачається на взаємодію з анодною плазмою, виділяється на керуючому електроді. Енергія іонів, що витрачається на перезарядження, передається катоду швидкими перезарядженими частками. Ударну іонізацію іонами в області катодного падіння потенціалу до різниці потенціалу 20 – 25 кВ можна не враховувати внаслідок її малої густини. При таких спрощених умовах вираз для узагальненого коефіцієнта іонно-електронної емісії холодного катоду може бути записаний наступним чином:

Експериментально для діодних електродних систем γ визначається шляхом калориметричних вимірювань:

К.к.д. джерел електронів ВТР залежить від співвідношення потужності електронного пучка, що генерується, та загальної потужності в розряді:

В тріодних електродних системах ВТР генерація електронного пучка відбувається в результаті бомбардування поверхні холодного катоду іонами з анодної плазми, існування якої у відповідному діапазоні параметрів розряду забезпечується за допомогою допоміжного розряду. Зовнішніми умовами існування анодної плазми є рід та тиск газу (0,1-10 Па), густина струму розряду (10^{-1} А/см²), енергія прискорених електронів (одиниці-десятки кеВ).

Ступінь іонізації газу в плазмі коливається в широких межах (10^{-3} - 10^{-1}). Електрони в плазмі мають енергію 1-10 еВ, а їх густина становить 10^9 - 10^{12} см⁻³. При тиску газу 10^{-2} - 10^2 Па густина нейтральних атомних часток знаходиться в межах 10^{12} - 10^{16} см⁻³.

В тріодній електродній системі ВТР для запалювання несамоїтного допоміжного розряду необхідний невеликий струм основного розряду (10-20 мА). Запалювання в порожнині аноду допоміжного розряду при таких параметрах анодної плазми забезпечує інтенсивну іонізацію газу і, відповідно, збільшення густини іонного струму на катод. При цьому максимальна величина струму основного розряду обмежена густиною нейтральних часток в плазмі при заданому початковому струмі розряду, який підтримується в розрядному проміжку відповідним тиском газу.

В роботі для дослідження енергетичних характеристик використовувалась тріодна електродна система з від'ємним керуючим електродом. Електрод був встановлений у порожнині анода основного розряду і мав форму циліндра з плоским дном і отвором в його центрі для виводу електронного пучка. Така геометрія електродної системи забезпечувала режим горіння допоміжного розряду з порожнистим катодом, як найбільш ефективний для генерації потужних електронних пучків в тріодних джерелах електронів ВТР.

При роботі тріодного джерела електронів плазма основного та допоміжного розрядів знаходиться в керуванні – керуючим електродом тріодної системи ВТР; поверхню катода на керуючому електроді нагрівають вилітання енергії основних електронів з анода. Для визначення коефіцієнту вторинної електронної емісії для тріодних систем має вираз: $10 -$ високочастотне джерело живлення; 9 – електронний блок керування тиском.

Коефіцієнт корисної дії (ККД) тріодних джерел електронів ВТР визначається відношенням потужності електронного пучка, що виділяється на колекторі до суми потужностей основного та допоміжного розрядів; 12 – баластний опір в колі допоміжного розряду; 13 – резистивний датчик струму основного розряду; 14 – резистивний датчик струму допоміжного розряду; 15 – генератор прямокутних керуючих імпульсів; 16 – задаючий генератор; 17 – запам'ятовуючий осцилограф SIGLENT SDS 1000; 18 – запам'ятовуючі осцилографи С8-17; 19 – охолоджуваний колектор електронів пучка; 20 – електромагнітний натікач; 21 – комутатор потоків газів; 22 – дільник напруги в колі ВТР; 23 – дільник напруги в колі допоміжного розряду.

Рис. 3.1. Схема експериментального стенду

Similarity

Similarity from a chosen source

abc Possible character replacement

Citation

References

Враховуючи, що при імпульсному режимі роботи модуляція струму основного розряду становить менше 100%, для зменшення похибки вимірювання коефіцієнту γ початковий струм основного розряду встановлювався мінімальним (1 – 5) мА і підтримувався системою автоматичного регулювання тиску на заданому рівні.

Енергетичні параметри електронного пучка, що генерується тріодною електродною системою, залежать від коефіцієнта іонно-електронної емісії катоду та параметрів іонного потоку, який генерується анодною плазмою та формується в області катодного падіння потенціалу.

Експериментальні дослідження показали, що коефіцієнт іонно-електронної емісії катоду при збільшенні напруги горіння розряду підвищується і має нелінійний характер зростання, що характерно як для безперервного, так і для імпульсного режиму роботи. Проте для імпульсного режиму коефіцієнт вторинної електронної емісії вищий, ніж для безперервного, а зменшення швидкості його зростання при збільшенні прискорюючої напруги менш суттєве. Це можна пояснити наступним. Глибина емісійного шару холодного катоду становить 100 – 200 атомних шарів, що обумовлює велику чутливість її до змін температури, тиску та роду залишкових газів, густини струму іонів, оскільки емісія під дією іонів може відбуватись і із шару адсорбованих газів. Як правило, при забрудненні плівками газу або іншими атомами відбувається значне збільшення коефіцієнта емісії. Залежність коефіцієнта емісії для покритої газовими шарами поверхні катоду має характер швидкого зростання при збільшенні енергії іонів приблизно до 20 кеВ. При горінні розряду в стаціонарному режимі поверхня катоду очищається під дією бомбардування прискореними іонами з плазми, що призводить до зниження коефіцієнту γ . В імпульсному режимі роботи джерела електронів ВТР за час імпульсу відбувається часткове очищення емісійної зони поверхні катоду і γ зменшується. Натомість, протягом паузи між імпульсами відбувається часткове відновлення шару забруднення і γ збільшується. Таким чином, середнє значення коефіцієнта γ в імпульсі є більшим, ніж в безперервному режимі роботи.

ККД тріодного джерела електронів залежить від параметрів розряду (рис. 3.3). При збільшенні величини струму розряду к.к.д. зменшується, а при збільшенні прискорюючої напруги зростає. Розподіл енергії, що виділяється на електродах тріодної електродної гармати, залежить від матеріалу катоду, складу газового середовища і часових параметрів пояснюється тим, що при збільшенні шпаруватості зростає величина струму розряду імпульсного режиму роботи. У всіх випадках при збільшенні шпаруватості імпульсів к.к.д. джерела електронів дещо знижується. Це пояснюється тим, що при збільшенні шпаруватості зростає величина струму розряду в імпульсі, внаслідок чого к.к.д. знижується.

ККД газорозрядного джерела ВТР залежить також від газового середовища. Зі збільшенням атомної ваги робочого газу більш ефективно відбувається розпилення емісійної поверхні катоду та зростає розсіювання електронів пучка, що призводить до зменшення к.к.д.

Потужність, що виділяється на керуючому електроді, також залежить від газового середовища і зменшується при використанні газу з малою атомною вагою. В залежності від режимів розряду та складу газового середовища потужність, що виділяється на керуючому електроді, становить 10 – 20 % від загальної потужності основного та розряду.

Технологічну камеру, в якій відбувається регулювання електронного променя зображено на рисунку 3.6.

Рис. 3.6 Зображення технологічного процесу електронно-променевого плавлення

Із наведеного розгляду процесу нанесення покриттів із хімічних сполук методом імпульсного електронно-променевого випаровування з використанням газорозрядної електронної гармати виходить, що основні параметри процесу – швидкість осадження, тиск та склад газового середовища можуть змінюватись в залежності від заданих умов в широких межах. Це дає можливість створювати необхідні умови для отримання покриттів із сполук та композитних матеріалів із збереженням стехіометрії складу конденсату.

3 РАФІНУВАННЯ КРЕМНІЮ

3.1 Рафінування рідких металів

Електронно-променева плавка тугоплавких рідкісних металів супроводжується значним рафінуючим ефектом [22-23]. Вивчений процес видалення домішок заліза, кремнію та титану з вольфрамового розплаву при електронно-променевої плавці на потужностях 110, 130 і 250 кВт [22]. Показано, що в процесі плавки видаляються практично всі домішки, крім молібдену. Швидкість видалення заліза, кремнію і титану пов'язана з тиском їх насичених парів і контролюється коефіцієнтами перенесення на межі рідина – газ, які складають $(0,21; 0,56; 0,1) \cdot 10^{-4}$ при 100 кВт, $(0,83; 3,04; 1,78) \cdot 10^{-4}$ при 130 кВт і $(0,36; 2,37; 1,48) \cdot 10^{-4}$ при потужності 250 кВт. Електронно-променева плавка порошкоподібного ванадію проводиться з метою отримання металу зі знизьким рівнем фону радіоактивних домішок [23]. Показано, що електронно променева плавка є ефективним методом рафінування ванадію від домішок впровадження і більшості металевих домішок, в тому числі від калію. Були отримані зразки ванадію з чистотою 99,99 мас.%. Встановлено, що отриманий ванадій задовольняє всім необхідним умовам, в першу чергу за змістом домішки калію, для проведення досліджень пошуку 2 β -розпадів на ядрах ізотопів ванадію, а також для застосування в якості компонентів перспективних сплавів та сплавів, що мають малий поріг активації.

Запропоновано спосіб отримання чистого ніобію багаторазовим електронно-променевим переплавом чорнових злитків ніобію, отриманих відновленням Nb₂O₅ алюмінієм і кальцієм. При цьому відновлення пентаоксиду ніобію ведуть з добавкою в шихту очищення, переважно неокислених, що утворюються при електронно променевої плавці чорнових злитків. Перед добавленням в шихту очищення, утворених після проведення другого і наступних переплавок, нагрівають до температури 600...800 °С при залишковому тиску не більше 0,1 мм рт. ст. протягом не менше 1 години і гідрується не менше 12 годин. Після гідрування їх подрібнюють до розміру близько 1 мм, дегідрують і додають до вихідного пентаоксиду ніобію в кількості 5...10% по відношенню до маси пентаоксиду. Процес відновлення ведуть при співвідношенні компонентів по масі:

Рафінування цирконію здійснюють різноманітними методами. Вивчений процес електролітичного рафінування [24]. Вихідний матеріал для рафінування був представлений скрапом перероблених оболонок для ядерного палива (сплав Zr-1Nb-1,5Sn-0,1Fe), електролітом служив розплав LiF-KF евтектичного складу, що містить 6% ZrF₄. На катоді осаджувався високочистий цирконій, розмір кристалів якого контролювався щільністю струму.

Інший метод отримання чистого цирконію - йодидне рафінування [25, 26]. Недоліком процесу йодидного рафінування цирконію в пропромислових печах СКБ-5025 і апаратах Ц-40М при переробці відходів і оборотів виробництва є низький прямий вихід металу в йодидний пруток і велика енергоємність процесу. Задача отримання високочистого цирконію з відходів і оборотів виробництва була вирішена оптимізацією процесу йодидного рафінування шляхом автоматизованого управління [25]. З цієї метою був створений дослідний стенд з апаратної і пропграманної частинами і узагальнені результати його роботи за час експлуатації.

Ще один спосіб йодидного рафінування цирконію (а також титану і гафнію) дозволяє підвищити продуктивність процесу і апарату шляхом збільшення швидкості процесу за рахунок підтримки оптимального температурного режиму в апараті та синхронного автоматичного управління контурами подачі потужності на нитку осадження і повітряного охолодження апарату.

Для рафінування гафнію застосовуються технології електролітичного рафінування і зонного плавлення. Так, визначено, що отримана дослідно-промислова партія порошку металевого гафнію ядерної чистоти електролізом фторидно-хлоридного розплаву на основі K₂HfF₆, була ефективно використана замість йодидного і електронно-променевого рафінування [27]. Досліджені переваги фторидно-хлоридного електроліту перед чисто хлоридним. Зокрема, вихід за струмом при електролізі розплаву NaCl-KCl- K₂HfF₆ на 15% вище, ніж при електролізі розплаву NaCl-KCl-HfCl₄. Найбільший вихід з току при використанні фторидно-хлоридного електроліта досягається при щільності струму $i_k = 3$ А/см². Застосування методу зонної перекристалізації в електричному полі дозволило отримати зразки гафнію чистотою більш 99,85 мас.% [28].

У сучасній технології електроліз (і електролітичне рафінування) телуру здійснюється в лужних розчинах при низькій (порядку 50 A/m^2) щільності струму. Електроліз розплавлених солей дозволяє підвищити щільність струму в $10 - 20$ разів. Підбором складу сольового розплаву [29], можна знизити пружність парів TeCl_4 в $10^7 - 10^8$ разів.

Отримання ербію високої чистоти здійснювали методом вакуумної дистиляції [30]. В якості оптимального режиму вказані наступні параметри: температура $1570 \text{ }^\circ\text{C}$, 10% -й надлишок відновлюючого (для ErF_3) агенту, час витримки 10 хв . Вихід металу при цьому склав більше 95% . При багаторазовій дистиляції під високим вакуумом чистота ербію сягнула понад $99,99\%$.

3.2 Відомості про рафінування кремнію

Прийнято розрізняти такі градації чистоти кремнію: технічний (або металургійний, MG-Si, чистота $97...99\%$), очищений металургійний (UMG-Si, чистота за змістом домішок - одиниці ppm), сорт "сонячний" (SoG-Si, чистота не менше $6N$) [31 - 37]. Нові публікації по рафінування кремнію присвячені в основному технологіям очищення технічного (металургійного) кремнію, одержуваного карботермічним відновленням природних кварцитів в рудотермічних печах.

Хімічні взаємодії між компонентами шихти в карботермічному процесі відбуваються в системі Si - O - C і залежать від температури в різних зонах печі, а також від присутності і поведінки металевих і неметалевих домішок, що надходять в процес із сировинними матеріалами. Встановлено [38], що частина домішок йде з печі зі шлаками і газами, а частина - потрапляє в цільовий продукт плавки - металевий кремній.

При окислювальному рафінуванні металургійного кремнію в ковші (після рудотермічної плавки) методом плазмової спектроскопії виділена концентрація 45 елементів-домішок, які розділені на групи, з точки зору кінетики рафінування [39]. Зафіксовано, що найбільшою швидкістю окислення і переходу в шлак мають домішки лужних і лужно-земельних металів. Для 21 елемента визначено кінетичні параметри видалення їх з розплаву кремнію.

Для очищення від домішок металургійного кремнію може бути застосована електронно-променева рафінувальна плавка. Проміжна ємність спеціальної конструкції [40] дозволила значно підвищити ефективність очищення розплаву кремнію. В результаті питомий електроопір металевого кремнію вдалося підвищити в шість разів: з $0,03$ до $0,175 \text{ Ом} \cdot \text{см}$. В установці електронно-променевого переплаву на другій стадії дуплекс-процесу були отримані пластини монокристалічного кремнію.

Окислювальне хлорування і дистиляційне очищення від бору (сублімація) розплавленого кремнію металургійного сорту були використані для отримання кремнію сорту "сонячний" [41]. Процес рафінування вели при температурі $1450 \text{ }^\circ\text{C}$ під шлаком $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{CaCl}_2$ (в порівнянні зі шлаком бінарного складу потрібна система показала більш високу рафінуючу здатність). Бор був видалений в газову фазу з ефективністю 86% , імовірно, в формі $\text{BO}_{1,5} - \text{CaCl}_2$.

Рафінування металургійного кремнію соляно-кислим вилужуванням домішкових елементів при інтенсифікації процесу ультразвуковим впливом дозволило отримати порошок кремнію чистотою $99,90\%$ [42, 43]. Оптимальні параметри процесу очищення кремнію від Fe, Cu, Pb, Zn, Mn, Co (тривалість вилужування 120 хв , концентрація HCl $10...15\%$, інтенсивність перемішування пульпи 100 об./хв) забезпечують зниження вмісту домішок у вихідному матеріалі з ефективністю $88,3...89,5\%$.

Сьогодні обговорюються питання кристалізаційного очищення металургійного кремнію, так чистота вихідного кремнію може становити $99,98\%$ [44]. В результаті рафінування методом вакуумної спрямованої кристалізації зміст алюмінію в кремнії було знижено з $1,54 \cdot 10^{-6}$ до $2,8 \cdot 10^{-8}\%$ (ефективність очищення $98,2\%$). Очищення від алюмінію відбувалося в результаті його випаровування в вакуумі.

Кристалізаційне очищення металургійного кремнію проводили за допомогою його розчиненні в розплавах Sn - Si і Al - Si [45]. При цьому вміст домішок, крім розчинників - свинцю і алюмінію, знизився до рівня, менше ніж 10^{-6} . Ефективність видалення домішок була наступною: бору - $97,7\%$, фосфору - $99,8\%$, інших домішок - більш ніж $99,9\%$. Механізм очищення кремнію полягає в різній розчинності кремнію і домішок в "третьому" компоненті, в даному

випадку олові і алюмінії, що вводиться в систему "кремній – домішка" (так званий метод вибіркової розчинності).

Процес очищення кремнію металургійного сорту за допомогою його кристалізації в складі заевтектичного сплаву Al – Si при різних температурних градієнтах [46] вказує, що найбільш чисті зерна первинного кремнію кристалізуються у верхній частині злитка. Нижню частину злитка складу Al-22% Si піддавали електролітичному рафінуванню з отриманням чистого алюмінію і кремнію.

При виділенні первинного кремнію спрямованою кристалізацією в умовах електромагнітного перемішування заевтектичного Al – Si-розплаву, вивчали поведінку бульбашок водню і їх роль в очищенні кремнію за рахунок утворення западин в нижній частині злитку при витягуванні його вгору. Показано, що більшість домішок абсорбується на поверхні бульбашкових западин. Зі зменшенням швидкості витягування злитка розмір западин збільшується і збільшується чистота кремнію (в проведеному експерименті з 777,57 до $10,8 \cdot 10^{-6}$ за змістом домішок).

При рафінуванні кремнію сорту MG-Si в Al – Si-розплаві вивчено розподіл домішок між затверділим кремнієм і Al – Si-розплавом. Показано, що в інтервалі температур 1023...1473 K ефективно відділяються домішки бору, титану, заліза і марганцю, причому зі збільшенням температури ступінь сегрегації знижується. Внаслідок використання методу фракційного плавлення кремнію металургійного сорту з добавкою 2% алюмінію домішки були видалені з ефективністю 99,8% (бору - 99%).

При вивченні можливості використання перекристалізації для очищення технічного кремнію було отримано вираз для розрахунку розподілу домішок в разі вирощування злитка за методом Чохральського при наявності взаємодії домішки на поверхні розплаву з парами реагуючої речовини [47].

У той же час всі перераховані методи не забезпечують отримання кремнію з рівнем концентрації домішок, що задовольняє вимогам виробників фотоелектричних перетворювачів (ФЕП) і виробів електроніки. Якщо раніше існувала думка, що для отримання якісних ФЕП наземного використання досить мати кремній з чистотою 5N...6N (99,999 ... 99,9999% Si), то тепер посилення економічних і екологічних вимог зобов'язує підвищити рівень чистоти вихідного полікристалічного кремнію до 9N ... 11N [48]. При надлишку кремнію, на ринку фотовольтаїки зміцняться позиції тільки тих компаній, які володіють технологією виробництва високочистого кремнію.

При рівні чистоти 5N...6N ускладнюється процес отримання злитків мультикристалічного кремнію методом нормальної спрямованої кристалізації внаслідок виникнення центрів спонтанної кристалізації. Досить високий вміст вуглецю ($\geq 5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$) і кисню ($\geq 2 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$) в розплаві призводить до утворення шлаку карбиду кремнію у вигляді об'ємних включень в злитку, зростання внутрішніх пружних напружень і можливого руйнування злитка [49].

Слід також враховувати, що руднотермічні відновлення SiO_2 , навіть якщо використовувати подальше вакуумне рафінування розплаву, обробку активними силікатними шлаками (розплави оксидів кальцію, магнію, алюмінію), активними газами (парами води, киснем, оксидами вуглецю, хлором в суміші з аргоном, повітрям та ін.), спрямовану кристалізацію, не може забезпечити вміст домішок в кремнії менш 10^{-4} ... $10^{-5}\%$. Незважаючи на успішну реалізацію процесів металургійного очищення в лабораторних умовах, при промислових способах отримання, коли використовуються великі маси розплаву, графітові тиглі, різні види відновлювачів, високотемпературні витримки розплаву, відбувається неконтрольоване забруднення кристалізуючого кремнію фоновими домішками. Рішення стратегічних завдань розвитку кремнієвих технологій вимагає отримання матеріалу істотно більш чистого в істотно більш продуктивних виробничих процесах. А це означає насамперед, необхідність включення в технологічний цикл отримання силанів і хлорсиланів кремнію, подальшу їх ректифікаційну очистку (до рівня близько $10^{-10}\%$) і отримання полікристалічного кремнію напівпровідникової чистоти. Сучасні технології та обладнання можуть забезпечити зворотній цикл і раціональне використання проміжних продуктів реакцій і усунути викиди екологічно шкідливих речовин [35].

3.3 Рафінування металургійного кремнію методом електронно-променевого впливу в вакуумі

Кремній є основним матеріалом в перетворенні сонячної енергії в електричну за допомогою фотоелектричних перетворювачів (ФЕП). Фотоелектричне перетворення повністю залежить від чистоти кремнію. Кремній сонячної градації (SG), як вихідний матеріал для виготовлення ФЕП, за змістом домішок займає проміжне значення між кремнієм металургійної градації (MG) і кремнієм електронної градації (EG). Традиційно, для отримання ФЕП, використовують обрізки злитків і тигельні залишки з питомим електричним опором $\rho < 1 \dots 3 \text{ Ом} \cdot \text{см}$, (так званий «скрап») кремнію електронної градації. Кількість наявного в даний час SG- кремнію не здатна задовольнити зростаючі потреби ФЕП. Основним фактором, що стримує масове використання скрапу, є його недостатні обсяги і висока вартість. Це ставить завдання пошуку нових технологій дозволяють отримувати достатньо дешевого кремній, призначений для сонячної енергетики. Тому для освоєння масового виробництва ФЕП необхідний металургійний процес, який дозволяв би проводити кремній сонячної градації з доступного металургійного кремнію, тобто істотно поліпшити якість дешевого металургійного кремнію, одержуваного карботермічним відновленням в електродугових печах.

Металургійний кремній зазвичай отримують карботермічним відновленням мінерального кварцового сировини в потужних електродугових печах. Домішки, властиві процесу обробки, залежать від якості вихідного матеріалу. На 1 т кристалічного Si витрачається 2,5 - 2,6 т кварциту, 1,2 - 1,35 т деревного вугілля, 0,14 - 0,16 т нафтового коксу, 0,2 - 0,25 т концентрату газового вугілля. У кремній переходять з шихти 50 - 59% Al, 35 - 40% Ca, 29 - 31% Mg. Частка надходження домішок з сировинного матеріалу і вуглецевих відновників в кремній показана в табл 3.1.

Таблиця 3.1

Вуглецевий відновник зазвичай складається з деревного вугілля (75 - 80%), нафтового коксу (8 - 10%) і кам'яного вугілля (13 - 14%) [50]. Одержуваний при цьому кремній непридатний для виробництва напівпровідникових приладів, але метод вдосконалюється з метою отримання матеріалу, придатного для виробництва сонячних батарей.

Використання методів прямого рудотермічного відновлення найбільш привабливо як з точки зору найменшої екологічної безпеки, так і з точки зору отримання SG найбільш простим і дешевим методом. Однак навіть використання особливо чисті сировинних матеріалів не дозволяє домогтися необхідної чистоти кремнію SG. Отже, необхідно розробити додаткові методи очищення, призначені для доведення концентрацій домішок до необхідного рівня. Металургійний кремній, отриманий карботермічним відновленням мінерального кварцового сировини в електродугових печах, після рафінування повинен мати вміст домішок кремнію сонячної градації. Електричні властивості кристалів кремнію SG для ФЕП в значній мірі залежать від наявності та кількості домішок. Домішки в кремнії можна розділити за наступними категоріями: легуючі елементи B, P, Sb, As; металеві домішки: - кольорових металів Zn, Pb, Cu, Co, Ni, - чорних металів Fe, Cr, Mn, лужних металів Na, K та ін; і неметалеві домішки C, O; У таблиці 2 наведено вміст домішок в кремнії сонячного і металургійного якості [50].

Таблиця 3.2 – Вміст домішок в кремнії сонячної SG і металургійної MG градації, не більше, ppm
При порівнянні змісту домішок кремнію MG і SG очевидно, що необхідно проводити додаткове очищення одержуваного металургійного кремнію. Знизити вміст домішок в металургійному кремнії можна шляхом електронно-променевого впливу на розплав, при якому плавка відбувається у вакуумі, а домішки випаровуються. В даний час в ряді країн проводяться дослідження методу очищення кремнію електронним променем [51-54], з метою усунення етапів хімічної очистки кремнію,

3.4 Особливості електронно-променевого впливу на матеріали

Сутність процесу електронно-променевого впливу на матеріали складається в перетворенні кінетичної енергії електронного променя сформованого в вакуумі, в теплову, в зоні зіткнення з оброблюваним матеріалом. Діапазони потужності і концентрації енергії (від 10^3 до $5 \cdot 10^8$ Вт /

см² у всьому діапазоні термічного впливу) в електронному промені дуже великі, що дає можливість отримання всіх видів термічного впливу на матеріали: нагрів до заданих температур, плавлення, випаровування з дуже високими швидкостями. Джерелом електронного променя є електронно-променеві нагрівачі (ЕПН). Більшість ЕПН мають гарячий катод, в якому електрони виробляються за допомогою термоелектронної емісії з катода, що нагрівається до високої температури в високому вакуумі. Високий вакуум необхідний для запобігання пошкодження гарячого катода і безперебійної роботи ЕЛН. Досвід роботи по застосуванню методу електронно-променевої обробки матеріалів в різних областях техніки, широкий розвиток вакуумної металургії, створення високопродуктивних вакуумних насосів дозволило приступити до досліджень з рафінування металів новим методом - електронно-променевим переплавом (ЕПП) вихідних матеріалів, заготовок, шихти і т. д. в вакуумі [1,55-56,58, 59]. Основними особливостями електронного променя, як джерела нагріву, що вигідно відрізняє його від дуги, слід вважати можливість плавної зміни температури матеріалу що нагрівається в дуже широкому діапазоні, виняткову гнучкість, що дозволяє створити різні легко регульовані конфігурації зон нагріву, достатня простота стабілізації, автоматизації та програмування процесу нагріву. Застосування методу ЕЛП дозволяє:

- витримувати метал у рідкому стані в високому вакуумі тривалий час;
 - отримувати температуру, яка значно перевищує температуру плавлення матеріалу, внаслідок високої концентрації енергії електронного променя;
 - можливість мобільного управління електронним променем - його потужністю, фокусуванням, формою розгортки і т.д.;
 - можливість роздільного управління процесами плавлення, рафінування і кристалізації, що дозволяє оперативно регулювати і контролювати технологічні режими електронно-променевого переплаву шихти і отримання якісного зливка;
 - введенням системи контролю технологічних параметрів ЕПП матеріалу;
 - можливість автоматичного включення-виключення вакуумної установки.
 - відсутність джерел забруднення матеріалу, який плавиться, внаслідок використання охолоджуваного водою мідного тигля або ємності;
 - в якості матеріалу, що переплавляється, можуть бути використані брикети з порошку, стружка, стрижні, шматки і інші заготовки;
 - виключення попадання в злиток що виплавляється включень з шихти, котрі не розплавляються.
- ЕПП дозволяє здійснювати такі фізико-хімічні процеси рафінування, які при інших методах плавки не встигають проходити повністю або не можуть протікати взагалі. Слід зазначити екологічну чистоту технологічного процесу. Перераховані особливості електронно-променевого переплаву дають перспективу розробки методу рафінування металургійного кремнію у вакуумі. Були проведені експерименти на металургійному кремнії (рис 3.1) у вигляді шматків, хімічний склад якого представлений в таблиці 3.3 До методів очищення металургійного кремнію відносяться вакуумне й окисне рафінування.

Рис 3.1 Зовнішній вигляд вихідного металургійного кремнію

До методів очищення металургійного кремнію відносяться вакуумне й окисне рафінування. Основним механізмом рафінування є випаровування легколетучих металевих домішок і їх з'єднань. Дуже привабливою є можливість поєднати очищення кремнію в один цикл вакуумного і окисного рафінування на одному типі обладнання - в електронно-променевих установках.

Таблиця 3.3 - Вміст домішок вихідного металургійного кремнію, ppm

Рис 3.2 Зовнішній вигляд мідного водоохолоджуваного тигля з вихідним металургічним кремнієм

У кожному досліді вихідний матеріал вагою 150 ... 200 м поміщали в мідний тигель, що охолоджується водою (рис 3.2), і створювали вакуум. Вихідний злиток металургійного кремнію розміщували в центрі тигля, для моделювання процесу поперечної подачі, при якому матеріал плавиться поступово з краю зливка. Нагрівання зразка починали з поступового збільшення

значення потужності електронного променя до розігріву і створення розплаву неочищеного кремнію.

При вакуумному рафінуванні плавка кремнію і витримка розплаву відбувалися при збереженні постійного значення потужності протягом певного проміжку часу. При обробці розплаву кремнію впливом електронного променя віддалялися домішки з високою пружністю пари. На рисунку 3.3 представлена технологічна схема проведення процесу вакуумного рафінування.

Рис 3.3 Технологічна схема проведення процесу вакуумного рафінування:

Стадії процесу: I – перелав; II – рафінування рідкої ванни; III – охолодження злитку. Окислювальне рафінування полягало в обробці розплаву кремнію киснем, для утворення оксидів залишкових домішок (особливо оксидів бору) з високою пружністю пару і їх видалення з поверхні розплаву електронно-променевою обробкою. Швидкість подачі кисню при цьому становила $70 - 80 \text{ мл} \cdot \text{хв}^{-1}$. Етап окисного рафінування проводили після вакуумного, за один технологічний цикл. На рисунку 3.4 представлена графічна схема проведення технологічного процесу окисного рафінування.

Рис 3.4 Технологічна схема проведення процесу окисного рафінування.

Стадії процесу: I - перелав; II - вакуумне рафінування рідкої ванни; III - вибір режиму натікання кисню до вакууму в технологічній камері $9 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$; IV - рафінування рідкої ванни кремнію в атмосфері кисню; V - охолодження злитка

Після завершення етапів вакуумного і окисного рафінування поступово зменшували потужність електронного променя в центрі тигля до моменту його згасання, для забезпечення перепаду температур від краю до центру, що сприяло б сегрегації домішок. Технологічні режими експериментів наведені в таблиці 4.

Таблиця 3.4 – Експериментальні параметри рафінування кремнію

Аналіз елементарного складу зразків кремнію за вказаними домішкам проводили на мас-спектрометрі тліючого розряду Finnigan ELEMENT GD (Німеччина).

Отримані результати та їх аналіз

Досліджений кремній отримували як при роздільному, так і спільному вакуумному і окислювальному рафінуванні. Зразки, отримані в результаті рафінування, мають форму диска діаметром 95 мм і максимальною товщиною 20 мм (рис. 3.5).

Рис 3.5 Зовнішній вигляд зразків рафінованого кремнію: а - вид зверху; б - вид збоку; в - вид знизу

Утворення температурних кілець на поверхні зразка (рис. 5, а) пов'язане зі ступінчастим зменшенням потужності електронного променя, який розташований в центрі рідкої ванни і призводить до спрямованої кристалізації розплаву кремнію від краю до центру зразка. Центр кристалізувався в останню чергу і привів до утворення опуклості (рис. 5, б), в зв'язку з розширенням обсягу кремнію при кристалізації (на відміну від металів кремній при кристалізації розширюється на 9% [57]). На рисунку 3.5, в видно, що матеріал розплавлявся поступово, порціями, як при поперечної подачі вихідних матеріалів в плавильну ємність. Отримані результати хімічного аналізу представлені в таблиці 3.5. Тут же представлено пружність парів елементів домішок кремнію. Для двох видів рафінування спостерігається значна ефективність випаровування домішок, за винятком бору при вакуумному рафінуванні.

Таблиця 3.5 Результати рафінування металургічного кремнію при електронно-променевому впливі

Вакуумне рафінування. Очищення випаровуванням при вакуумному рафінуванні більш ефективна для тих елементів, тиск пара у яких більше тиску пара кремнію. При молекулярному випаровуванні у вакуумі, коли випаровувані елементи не повертаються в розплав, а осідають на екранах технологічної камери, максимальна швидкість випаровування W_{max} пов'язана з рівноважним тиском пари P рівнянням Ленгмюра [58]:

Де $\alpha \leq 1$ – коефіцієнт випаровування, що залежить від стану і чистоти поверхні розплаву;

P - пружність пару;

M - молекулярна маса металу;

R - газова постійна;

$T_{\text{вип}}$ - температура випаровування.

Ступінь поділу кремнію і домішок при цьому буде визначатися виразом [59]:

Де $\gamma_i, \gamma_{Si}, P_i, P_{Si}$ – коефіцієнти активності і парціальний тиск домішок і кремнію відповідно;

M_i, M_{Si} – їх молекулярні маси.

Співвідношенням пружностей насиченого пару домішок і кремнію буде визначатися ступінь поділу. Виходячи з цих співвідношень, можна розділити домішки і припустити, що очищення розплаву кремнію від більш летких домішок зменшується в ряду наступним чином: Mg > Ca > Mn > Al > Cu > Cr > Fe > Ni > Ti. Легше випаровується з кремнію елемент, що володіє більш високою пружністю пара, при рівних інших умовах. Ефективність експериментального випаровування домішок представлена на рис. 6.

Експериментальні значення (рис 3.6) показують, що ефективність випаровування домішок Cr, Al, Mg, Ca, Ti, Ni з розплаву кремнію при вакуумному рафінуванні становить 99% і більше. Бор практично не випаровується. Видалення цього елемента утруднено в зв'язку з тим, що його тиск пара набагато нижче тиску пара кремнію (10^{-3} mbar для кремнію і 10^{-7} mbar для бору).

Окислювальне рафінування. Для видалення з рідкого кремнію домішок бору які погано випаровуються використовують метод окислювального рафінування, що полягає в обробці розплаву газом, що містить окислювальні складові. Сутність цього методу полягає в зменшенні концентрації домішки бору поблизу поверхні розплаву шляхом утворення оксидів бору [59]. Бор видаляється з розплаву кремнію випаровуванням сполук (оксидів бору BO, B₂O, B₂O₃), тиск пара яких відносно високий. Зменшення концентрації домішки бору, внаслідок випаровування оксидів, призводить до дифузійного притоку домішки з обсягу до поверхні розплаву і, як наслідок, до його очищення.

Аналіз нових розробок методів вакуумного і окисного рафінування, з використанням розплавлених крапель (діаметром до 1 мм) кремнію, одержуваних в дуговому плазматроні [61, 62], показав високий ступінь очищення рідкого кремнію в високотемпературній зоні реактора в умовах вакууму і окислювальному газової атмосфери (час знаходження краплі кремнію в високотемпературній зоні дорівнює 1 с).

Рис 3.6. Ефективність випаровування домішок при вакуумному рафінуванні

Зазначений процес рафінування рідкого кремнію найбільш близький до умов електронно-променевого рафінування, якщо розглядати ЕПП кремнію при бічній подачі вихідного (металургійного) і наповнення розплаву в рафінуючій ємності у вигляді крапель рідкого кремнію. Слід зазначити, що для більш ефективного очищення металургійного кремнію необхідно більш тривале час перебування розплаву кремнію при електронно-променевому впливі зі збереженням мінімальної товщини рідкої ванни і високої температури розплавленого кремнію для збільшення значення коефіцієнта дифузії бору. Коефіцієнт дифузії бору в рідкому кремнії дорівнює $2,4 \cdot 10^{-4}$ см / с [63].

Однак, метод електронно-променевої обробки кремнію вимагає нагріву в вакуумі, для безперебійної роботи електронно-променевих нагрівачів. Тому вважалось неможливим використання електронно-променевої обробки для окисного рафінування кремнію, в зв'язку з пониженням вакууму при додаванні водяної пари або окислювальному газової атмосфери в розплав. В ході експериментів, вдалося домогтися результатів у процесі електронно-променевого окисного рафінування при обробці розплаву кремнію киснем, навіть у відносно високому вакуумі $9 \cdot 10^{-2}$ Па (рис 3.4), достатнім для безперебійної роботи електронно-променевих нагрівачів при встановленні диференціальної відкачування. Результати експериментальних даних окисного рафінування представлені в таблиці 3.6. Слід зазначити ефективність випаровування домішок В і Р в порівнянні з вакуумним рафінуванням. В першу чергу це стосується домішок бору і фосфору, так як рівноважні коефіцієнти сегрегації цих елементів близькі до 1 (бор - 0,8; фосфор - 0,35, [64]), а значить, очищення методами спрямованої кристалізації неможлива.

В ході експериментів було виявлено, що концентрація бору в розплаві спочатку зменшується до певного мінімального значення, а при продовженні електронно-променевої обробки розплаву кремнію, внаслідок випаровування кремнію з розплаву, так само як і оксидів бору, концентрація бору збільшується через зменшення кількості кремнію в розплаві (рис 3.7).

Як видно з графіка, кількість бору в розплаві кремнію зменшується зі збільшенням часу опромінення електронним променем, але в той же час кількість випарованого кремнію призводить до того, що концентрація бору в розплаві досягає мінімуму, а потім збільшується до значення більшого, ніж в початковому стані.

Таблиця 3.6 – Порівняння ефективності випаровування домішок при вакуумному і окислювальному рафінуванні

Рис. 3.7 Залежність концентрації бору і кремнію від часу обробки розплаву кремнію електронним пучком

Ця залежність визначається потужністю електронного променя і часом його впливу на розплавлену ванну кремнію, при збільшенні яких кремній буде випаровуватися у вигляді летючого монооксиду кремнію SiO, а бор віддалятися з розплаву кремнію випаровуванням сполуки B₂O₃. Так, при збільшенні потужності електронного променя з 5,1 до 10,5 кВт і часу обробки рідкої ванни кремнію з 5 до 15 хв., загальна маса злитки зменшується на 22 грами. Випаровування кремнію призводить до загального збільшення бору в одержуваному зливку з 6,24 до 9,57 ppm.

Мінімальний час t_{\min} до досягнення мінімуму концентрації бору в розплаві, можна визначити експериментально, провівши кілька пробних процесів при постійних технологічних режимах і вимірі концентрації бору в розплаві кремнію кілька разів, при різній тривалості опромінення розплаву електронним променем.

Таким чином, ванну розплаву необхідно обробляти електронним променем строго певний час, для видалення бору, без інтенсивного випаровування кремнію. Надалі потрібно довантаження нової порції рідкого кремнію і повторення процесу електронно-променевої обробки розплаву кремнію, тобто порційна подача рідкого кремнію в розплав і обробка його електронно-променевим впливом до отримання злитка певної ваги.

Висновки до розділу

1. Рафінування рідкісних металів може здійснюватися різними методами. Для отримання вольфраму, ванадію і ніобію високої чистоти ефективною є електронно-променева плавка. Використання вдосконалених процесів електролітичного рафінування в розплавлених солях, а також йодидного рафінування та зонного плавлення дозволяє отримати високочистий цирконій і гафній. Для очищення від домішок телуру і ербію використовують електролітичне рафінування у водних розчинах і вакуумну дистиляцію.
2. Очищення кремнію технічної чистоти здійснюється методами окисного рафінування, вакуумної дистиляції, соляно-кислого вилужування, електронно-променевої плавки та направленої кристалізації. Для отримання полікристалічного кремнію напівпровідникової чистоти необхідне включення в технологічний цикл отримання силанів і хлорсиланів з подальшим їх ректифікаційним очищенням.
3. Результати даної роботи демонструють, що при рафінуванні металургійного кремнію методом електронно-променевого впливу в вакуумі можна поєднати очищення кремнію в один цикл вакуумного і окисного рафінування на одному типі обладнання - в електронно-променевих установках.
4. Використовуючи металургійний кремній з початковою чистотою 99,993% (70,07 ppm домішок) за один процес можна отримати кремній, чистота якого складає 99,9994% (5,93 ppm домішок).
5. Отримані результати рафінування металургійного кремнію в лабораторній електронно-променевої установці демонструють промислово життєздатність зазначеного способу для отримання високочистого кремнію.
6. Процес електронно-променевого переплаву кускової шихти металургійного кремнію можна застосувати для промислових партій, шляхом використання бічної подачі і наповнення розплаву

в рафінуючій ємності у вигляді крапель рідкого кремнію, які збільшують площу поверхні дотику з вакуумом, сприяючи ефективності випаровування домішок. Для цього необхідно провести необхідні дослідження і скорегувати ряд технологічних параметрів.

 Similarity

 Similarity from a chosen source

 Possible character replacement

 Citation

 References