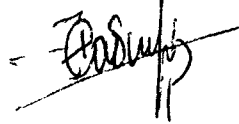


На правах рукописи



Сабирзянов Наиль Ринатович

РАЗРАБОТКА КРИОВАКУУМНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ
НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ УСТАНОВОК

Специальность 05.04.03 – Машины и аппараты, процессы холодильной
и криогенной техники, систем кондиционирования и жизнеобеспечения

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва 2006 г.

Работа выполнена в ГОУ ВПО «Московский энергетический институт (технический университет)» на кафедре низких температур.

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор
Нестеров Сергей Борисович.

Официальные оппоненты – доктор технических наук, профессор
Слепцов Владимир Владимирович.

– доктор технических наук, профессор
Панфилов Юрий Васильевич.

Ведущая организация – ОАО ЦНИТИ «ТЕХНОМАШ»

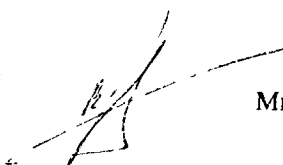
Защита состоится «16» июня 2006 г. в 10 часов 00 минут на заседании диссертационного совета Д 212.157.04 при Московском энергетическом институте (техническом университете) по адресу: Москва, Красноказарменная ул., д. 17, корп. Т, кафедра инженерной теплофизики, комн. Т-206

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке Московского энергетического института (технического университета).

Автореферат разослан «15» мая 2006 г.

Отзывы на автореферат, заверенные печатью учреждения, просим направлять по адресу: 111250, Москва, Красноказарменная ул., 14, Ученый совет МЭИ (ТУ).

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.157.04
к.ф.-м.н., доцент



Мика В. И.

2006А
9619

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

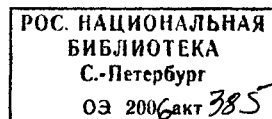
Введение

Одним из наиболее сложных для реализации направлений исследований в вакуумной технике является изучение процессов сорбции-десорбции при низких температурах. На данном явлении основано действие криосорбционных насосов, в качестве сорбентов которых применяются вещества, являющиеся в нормальных условиях газами (Ar , CO_2 , N_2) и имеющие при осаждении на поверхность криопанели сильно развитую структуру. Подобные насосы обладают рядом преимуществ перед обычными насосами, основными из которых являются простота регенерации и возможность откачки таких трудноконденсируемых газов, как гелий или водород. Благодаря этому данные насосы могут применяться в установках ТОКАМАК, в ускорителях элементарных частиц, а также в ряде других приложений. По этой причине изучение физики формирования криослоев различных газов в условиях низких температур имеет большое прикладное значение.

На кафедре низких температур московского энергетического института долгие годы проводятся исследования процессов сорбции-десорбции при низких температурах. Большинство экспериментов по данной тематике, проведенных как в МЭИ так и в других лабораториях, позволяют получать только интегральные характеристики системы, такие как температура подложки, количество напускаемого газа, давление в системе (причем давление определяется по вакуумметру, расположенному в теплой части установки и пересчитывается с учетом термомолекулярной поправки), в то же время, как показывает опыт, при подобных исследованиях наибольший интерес представляют локальные процессы, происходящие непосредственно на поверхности сорбента.

В 1982 году Г. Биннигом и Г. Рорером, сотрудниками швейцарского отделения компании ИВМ, был изобретен сканирующий туннельный микроскоп (СТМ), работающий на явлении возникновения туннельного тока, что обеспечивало неразрушающее исследование поверхности образцов с высоким разрешением, вплоть до атомарного.

С появлением СТМ стало возможным изучение данного явления на принципиально новом уровне. Для реализации подобного эксперимента необходимо проводить его в условиях сверхвысокого вакуума и низких температур.



В работе рассматривается проблема создания установки для проведения исследования процессов сорбции-десорбции инертных газов при низких температурах, включающей в себя СТМ, систему вакуумного обеспечения, систему криогенного обеспечения, контрольно-аналитическое оборудование.

Применение разрабатываемой установки не ограничивается только описанной выше задачей. Круг задач, решаемых с помощью данного класса установок, широк и может затрагивать различные отрасли науки и техники. Основная область использования всех СТМ в настоящее время - это исследования процессов, происходящих на поверхности.

Проведенный в работе анализ аналогичного оборудования показал, что создание сверхвысоковакуумного СТМ – очень сложная задача, подразумевающая решение целого ряда проблем. Необходимость охлаждения СТМ и его термостатирования при низких температурах многократно ее усложняет.

В работе использован опыт, накопленный в ФГУП «НИИВТ им. С.А. Векшинского» в разработке, создании и эксплуатации различных высоковакуумных систем, опыт постановки низкотемпературных экспериментов на кафедре низких температур МЭИ, а также значительный пользовательский опыт эксплуатации зондовых микроскопов, приобретенный автором во время стажировки в учебном центре Института нанотехнологий, в ИТЭФ, лаборатории поверхностных явлений ЦЕНИ ИОФ РАН и лаборатории зондовой микроскопии НИИВТ им. С.А. Векшинского.

Необходимо отметить, что большой вклад в разработку и создание отечественных СЗМ¹-установок внесли такие ученые, как: Ананян М.А., Божко С.И., Быков В.А., Гоголинский К.В., Голубок А.О., Дрёмов В.В., Ельцов К.Н., Логинов Б.А., Лускинович П.Н., Неволин В.К., Панов В.И., Прядкин С.Н., Трояновский А.М., Эдельман В.С., Яминский И.В. и др.

Актуальность

Исследование процессов, протекающих на поверхности твердого тела в различных условиях, является актуальной проблемой для самого широкого ряда отраслей – нанотехнологии, микроэлектроники, термоядерной энергетики, ускорительно-накопительных комплексов, имитаторов космоса, физики твердого тела. Современные тенденции развития данных отраслей (повышение требований к нормам технологиче-

¹ СЗМ – сканирующий зондовый микроскоп СТМ – частный случай СЗМ

ских процессов в полупроводниковой индустрии, активное использование систем откачки поверхностного действия в термоядерной энергетике, бурное развитие и выделение в отдельную область исследований нанотехнологии) диктуют необходимость применения таких методов исследования, которые позволяют изучать процессы на поверхности на разных уровнях детализации с учетом различных условий – температурных, вакуумных, технологических. Изобретение СТМ стало заметной вехой в истории развития приборов по изучению поверхности. Для проведения большого количества исследований требуется применение сверхвысоковакуумного низкотемпературного СТМ.

В настоящее время в России не производятся низкотемпературные сверхвысоковакуумные СТМ. В мире подобное оборудование распространено достаточно широко, однако серийное его производство осуществляется только немецкой фирмой “Omicron”, остальное оборудование (так называемые “Home built” установки) создано самими лабораториями для собственных целей, либо сделано на заказ. Существующие зарубежные аналоги представляют собой комплекс измерительной и контрольной аппаратуры. Стоимость подобного оборудования в зависимости от сложности может достигать нескольких миллионов долларов. Перечисленные выше причины являются непреодолимым препятствием для установки подобного оборудования в российские исследовательские лаборатории.

При серийном выпуске данного вида оборудования в России и оно станет доступным для многих отечественных лабораторий и научных групп.

Таким образом, актуальность данной работы определяется не только технологическими, но и экономическими факторами.

Также актуально сравнение результатов, полученных на различных установках в разных условиях – при различных температурах и давлениях. Понимание конкретных отличий результатов экспериментов позволит более точно определить, в каких случаях необходимо применение сложного оборудования, а когда можно ограничиться простыми, т.е. воздушными СТМ или АСМ.

Цель и задачи работы

Целью работы является разработка криовакуумного обеспечения установки для проведения экспериментов по изучению процессов сорбции-десорбции труднооткачиваемых газов при низких температурах. Поставленная цель подразумевает решение следующих задач: проведение анализа и выявление особенностей конструкций аналогичного оборудования, выпускаемого в России и в мире; определение требова-

ний и выбор сканера СТМ; определение требований, выбор конструкции и разработка системы криогенного обеспечения установки, отвечающей целям работы; определение требований, выбор методов откачки и разработка системы вакуумного обеспечения установки; разработка методик расчета, расчет и определение основных вакуумных и тепловых характеристик установки, разработка приборной базы установки (средства получения вакуума, средства измерения, контрольно-аналитическое оборудование) и конструкторской документации на изготовление установки.

Научная новизна

Проведен анализ существующих низкотемпературных сверхвысоковакуумных СЗМ-установок, предложена их классификация и разработаны физико-технические и технологические предпосылки для создания оборудования, необходимого для изготовления таких систем. Определены основные задачи, которые необходимо решить в процессе разработки этих систем.

Определены вакуумно-тепловые требования к СТМ-сканеру установки, проведен выбор сканера. Сканер СТМ-НТ-1 должен работать в условиях сверхвысокого вакуума (менее 10^{-9} Па) и низких температур (в районе 4 К). СТМ-НТ-1 наиболее точно отвечает поставленным задачам по изучению процессов сорбции десорбции при низких температурах благодаря применению вакуумно совместимых материалов, термокомпенсированной конструкции, резонансной чистоте (50 кГц по нормали к образцу), небольшим габаритным размерам, отсутствию на его корпусе больших электрических разъемов, смещению наилучшего разрешения в диапазон размеров кадра от 15×15 до 100×100 Å, возможности наблюдения *in situ* процессов образования монослоев различных газов на поверхности образца.

Разработаны методы для анализа и расчета системы криовакуумного обеспечения исследований криосорбции и криоконденсации. Создан универсальный алгоритм для проведения аналитического расчета характеристик осесимметричных вакуумных систем

Определены требования к системе криовакуумного обеспечения установки, выполнен ее расчет. Определены основные характеристики установки.

На базе проведенного анализа, предложена конструкция сверхвысоковакуумного низкотемпературного СТМ, которая:

- позволяет проводить исследования процессов сорбции-десорбции при низких температурах;
- конструктивно подходит для размещения в ней СТМ-НТ-1;

- существенно проще в изготовлении и эксплуатации аналогичных установок данного класса.

Практическая ценность

Проведен анализ, предложена классификация и выявлены основные составляющие и основные области применения оборудования, аналогичного разрабатываемому.

С использованием разработанных методик были проведены расчет и анализ установки, на основе расчета создана конструкторская документация, необходимая для ее производства. Конструкторская документация прошла ОТК на опытном производстве ФГУП «НИИВТ им. С.А. Векшинского».

Результаты и отдельные главы работы вошли в курсы лекций «Основы нанотехнологии», «Расчет сложных вакуумных систем» и «Криовакуумная техника» и использовались в учебном процессе на кафедре низких температур МЭИ (ТУ).

По результатам работы подготовлено и издано учебное пособие по курсу «Расчет сложных вакуумных систем».

Достоверность

Достоверность результатов вакуумных расчетов подтверждается проведенным сравнением расчета простых структур (цилиндрической, конусной, сферической, их различными комбинациями) разработанной методикой с методом пробной частицы Монте-Карло (достоверность расчетов с помощью метода пробной частицы Монте-Карло подтверждена сравнением его с экспериментальными данными для различных вакуумных систем, например насоса MARATHON-8).

Достоверность результатов тестирования СТМ-НТ-1 на открытой атмосфере подтверждается полученным на нем изображением поверхности графита. Расстояния между атомами кристаллической решетки на изображении позволяют идентифицировать высоко ориентированный пиролитический графит.

Автор защищает

Результаты сравнительного анализа и классификацию конструкций сверхвысоковакуумных низкотемпературных сканирующих зондовых микроскопов, разработанных за рубежом. Анализ включает в себя описание приборов, область их применения, классификацию, способы реализации систем вакуумного, криогенного обеспечения, систем виброизоляции.

Систему вакуумного обеспечения, систему криогенного обеспечения установки.

Алгоритм разработки, анализа и расчета аналогичных установок, включающий в себя предварительный аналитический вакуумный расчет, численный вакуумный расчет и тепловой расчет установки.

Апробация работы

Основные положения и результаты диссертационной работы докладывались на:

6 – 10-й международных научно-технических конференциях студентов и аспирантов «Радиоэлектроника, электротехника и энергетика» (2000, 2001, 2002, 2003, 2004 гг, Москва, МЭИ).

8 и 9-й международных студенческих школах-семинарах «Новые информационные технологии» (2000 и 2001 гг, г. Судак, Крым, Украина).

7 – 12-й научно-технических конференциях с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» (2000, 2001, 2002, 2003, 2004, 2005 гг, г. Судак, Крым, Украина).

27-й, 29 – 31-й международных молодежных научных конференциях «Гагаринские чтения» (2001, 2003, 2004 и 2005 гг, Москва, МАТИ).

10-й международной научно-технической конференции «Состояние и перспективы развития вакуумной техники» «Вакуум-2001» (Казань, ОАО «Вакууммаш»).

Научных сессиях МИФИ 2004 и 2005 гг. (Москва, МИФИ).

Всероссийском конкурсе на лучшие научные работы студентов по естественным, техническим наукам (проекты в области высоких технологий) и инновационным научно-образовательным проектам 2004 г,

11-й международной научно-технической конференции «Высокие технологии в промышленности России» (2005, Москва).

Научно-техническом семинаре «Вакуумная техника и технология – 2006» (2006, СПб.).

Публикации

Основное содержание диссертации изложено в 14 статьях и материалах, одном учебном пособии и 10 тезисах.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, семи глав, выводов, четырех приложений и списка литературы (104 наименования). Объем работы: 176 страниц, 94 рисунка, схемы, графика и чертежа и 16 таблиц.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении описывается криосорбционный метод получения вакуума и проблемы, возникающие при его реализации. Уделено внимание проблемам, возникающим при постановке эксперимента, рассмотр-

рены результаты экспериментов, проведенных ранее для изучения данной методики. Показывается актуальность выбранной темы, научная новизна, апробация работы. Формулируются цели работы и перечисляются результаты, выносимые на защиту.

В первой главе описан принцип действия сканирующего туннельного микроскопа и атомно-силового микроскопа. Приведен ряд приборов, разработка которых явилась следствием изобретения СТМ. рассмотрены уникальные возможности современных СЗМ- установок.

Во второй главе рассмотрено современное состояние нанотехнологической отрасли в России, касающейся производства СЗМ. Приведены основные характеристики ряда установок, серийно выпускаемых отечественными производителями. Рассматривалось следующее оборудование: нанотехнологическая установка «Луч-2», установка «Femto Scan», установка СММ-2000, микрозондовая приставка высокого разрешения для растровых электронных микроскопов МПВРЭМ-3-1, установка GPI 300, Вакуумный СЗМ комплекс Ntegra Aura, СЗМ комплекс температурных измерений Ntegra Thermo и сверхвысоковакуумный низкотемпературный СЗМ Solver HV. Из приведенных производителями технических характеристик установок следует, что ни одна из них не позволяет проводить измерения одновременно в условиях сверхвысокого вакуума (10^{-9} Па) и низких температур (до 4 К). Исходя из этого, существует необходимость разработки нового оборудования.

Третья глава посвящена изучению конструкций зарубежных аналогов разрабатываемого оборудования и определению основных технологических проблем при их разработке и эксплуатации. Рассмотрены схожие установки, описания которых были опубликованы в журнале Review of Scientific Instruments за последние 20 лет. Проанализированные установки, работают при температурах от 0 до -273°C , и при давлениях ниже атмосферного.

Также рассмотрен сверхвысоковакуумный НТ СЗМ, выпускаемый серийно фирмой Omicron (единственный в мире серийный производитель данного вида оборудования).

Показано, что характеристики серийно выпускаемых СЗМ аналогичны характеристикам “Home built” установок.

Установки данного класса можно условно классифицировать по реализации сочетания системы охлаждения и виброизоляции:

1. Установки, у которых низкотемпературная ступень расположена в вакуумной камере.

1.1. СТМ помещается на манипуляторе;

1.2. Для СТМ создается система демпфирования;

- 1.3. Корпус СТМ крепится непосредственно к «холодному пальцу» криостата;
2. Установки, у которых низкотемпературная ступень располагается в сосуде Дьюара:
 - 2.1. СТМ охлаждается в среде криоагента;
 - 2.2. СТМ охлаждается в условиях сверхвысокого вакуума:
 - 2.2.1. СТМ монтируется к днищу криостата;
 - 2.2.2. Передача тепла осуществляется теплообменной жидкостью:
 - 2.2.2.1. Передача по теплообменному газу, который выполняет виброизоляционные функции;
 - 2.2.2.2 СТМ погружается в среду криоагента в специальном криостате, с внутренней системой виброизоляции,
 - 2.2.3. Тепло передается либо излучением, либо по медному жгуту, а СТМ монтируется через демпфирующую систему.

По результатам анализа выяснено, что наиболее сложный момент при создании такого оборудования – это совмещение системы охлаждения и системы виброизоляции. Для лучшего теплоотвода необходим максимально возможный контакт СЗМ с охлаждающей системой, а для хорошей виброизоляции необходимо сделать этот контакт как можно более слабым, так как шумы, возникающие, например, при кипении криоагента, препятствуют получению качественных результатов. Приведена сводная таблица характеристик принятых к рассмотрению установок.

Четвертая глава посвящена разработке конструкции установки.

Разработаны требования к головке СТМ:

- Применение только вакуумно-совместимых материалов, рабочее давления до 10^{-9} Па;
- Рабочий диапазон головки микроскопа – от 4К до 300К задается температурой в криостате;
- Термокомпенсированная конструкция. диапазон нахождения в одном окне до 10°C ;
- Возможность прогрева до $150\text{-}200^{\circ}\text{C}$ при откачке вакуумной системы в целом;
- Высокая резонансная частота, выше 20 кГц, для виброзащиты и скорости;
- Высокое разрешение, достигающее визуализации неупорядоченных атомов;

- Поле сканирования не менее 1x1 мкм при 300 К и 1000x1000 А при 4К;
- Усиленные пьезодвигатели для работоспособности при намерзании пленок газа;
- Компактные размеры для возможности применения малорасходного криостата;
- Способ загрузки – с установленным образцом и иглой, с подводом иглы после загрузки.

СТМ-НТ-1 (рис. 1) состоит из сканера, блока электроники, ПК с установленной программой сканирования и обработки изображений.

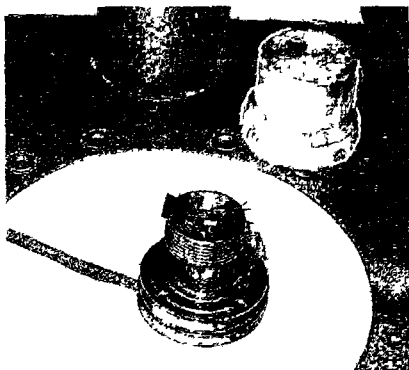


Рис. 1 Общий вид СТМ-НТ-1

Подвод образца осуществляется скольжением столика с образцом в горизонтальной плоскости при подаче напряжения на ножки внешней пьезотрубки. Сканирование осуществляется внутренней пьезотрубкой.

Проведено тестирование СТМ-НТ-1 в условиях открытой атмосферы и сравнение результатов получаемых на нем с результатами полученными на аналогичном оборудовании.

Сделан вывод о преимуществе СТМ-НТ-1 над другим оборудованием, при получении изображений с размером кадра менее 200x200 нм. Изображения, полученные на оборудовании «FemtoScan», СММ-2000 и СТМ-НТ-1 представлены соответственно на рис. 2 (а, б, в).

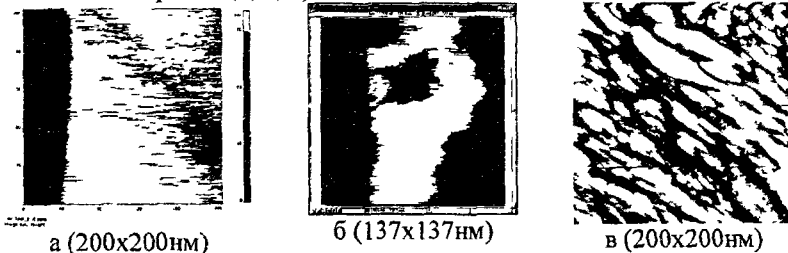


Рис.2 изображение нитрида титана: а – FemtoScan. б – СММ-2000; в – СТМ-НТ-1

Определен состав оборудования установки, он включает в себя: преобразователь давления Varian INVTD MAGNETRON с холодным катодом, блок управления MULTI-GAUGE BASIC UNIT, 110/115/230 50/60, преобразователь ПММ-24, одну железо-железо-медная и три хромель-алюмелевые термопары, масс-спектрометр Vision 1000-B™,

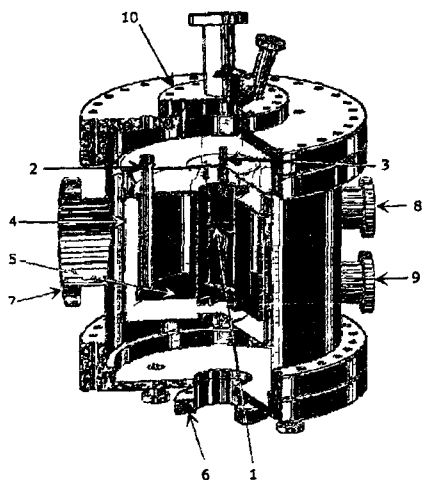


Рис 3 Вакуумная камера и система криостатирования
 (затворы, ПК, вакуумные вводы).

Проведен выбор методов охлаждения, способов вакуумной откочки и определены основные конструктивные особенности установки. Общий вид вакуумной камеры и системы криостатирования представлен на рис. 3. 1 – СТМ-стол, 2,3 – трубки напуска криоагента и экспериментального газа, 4 – внешний экран излучения, 5 – гелиевый резервуар, 6-10 – фланцы вакуумной камеры.

вакуумный пост Varian MINI TASK, высоковакуумный насос (криогенный, ионно-геттерный или магнито-разрядный), систему напуска газа СНА, систему подготовки образцов, систему криостатирования, вакуумную камеру, вспомогательное обо-

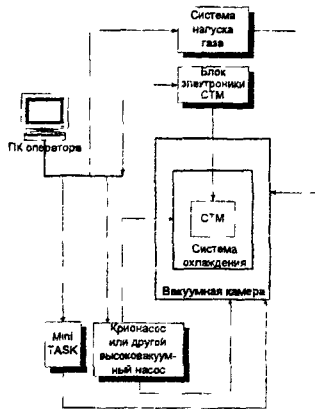


Рис. 4. Принципиальная схема установки. Установка включает в себя вакуумную камеру с системой криостагирования СМ, СМ, систему вакуумной откачки, систему напуска экспериментального газа, ПК оператора, систему управления

Принципиальная схема установки представлена на рис. 4. Вакуумная схема установки представлена на рис. 5.

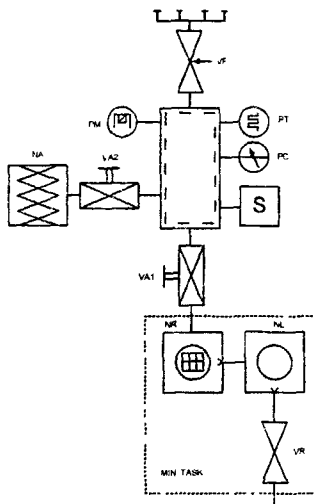


Рис. 5 Вакуумная схема установки

Как видно из рисунков, установка состоит из прогреваемой вакуумной камеры, системы предварительной откачки, включающей в себя вакуумный пост Varian MINI Task, высоковакуумного насоса (криосорбционного или ионного магниторазрядного), аппаратуры контроля и измерения.

Описана методика проведения эксперимента.

В пятой главе описывается способ подготовки образцов. Приведены теоретические предпосылки нанесения тонких пленок на поверхность образца методом термического испарения и особенности конструкции испарителя.

Исходя из теоретических предпосылок, предложена простая методика подготовки образцов, основанная на методике термического

осаждения металлов в вакууме. Проведен выбор испарителя, который должен состоять из нескольких скрученных проволок диаметром 0.5-1 мм, одна из которых сделана из испаряемого металла (рис. 6). Такая конструкция испарителя позволяет организовать равномерное испарение металла с поверхности и кроме того обеспечивает большую площадь контакта испаряемого металла с испарителем.

Такой способ подготовки образцов существенно проще, применяемых на сегодняшний день (обычно образцы подготавливаются комбинируя методы ионного травления и нагрева образца).

В шестой главе определены основные требования к системе охлаждения установки:

1 Симметричная конструкция криостата, для исключения возникновения температурных напряжений;

2 Для снижения теплопритока излучением к резервуару с криоагентом, должен применяться охлаждаемый экран излучения;

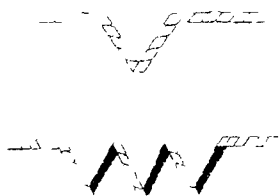


Рис 6. Конструкция проволочного испарителя

3. Для уменьшения теплопритока излучением между стенкой вакуумной камеры и внешним экраном излучения и резервуаром с криоагентом внешняя и внутренняя поверхность экрана излучения и внешняя поверхность резервуара с криоагентом обрабатываются полировкой не ниже 9 класса. Для обеспечения возможности термоциклирования полированные поверхности подвергаются золочению (никелированию, серебрению, покрываются алюминием);

4 В целях улучшения теплообмена излучением между сканером СТМ и резервуаром криоагента экспериментальный объем, в котором располагается сканер, не полируется и покрывается слоем оксида меди;

5. Требования к упрощению конструкции системы криостатирования диктуют применение отработавших паров криоагента для охлаждения внешнего экрана излучения;

6 Время работы не менее одного часа без дозаправки криоагента.

Проведен тепловой расчет установки, его результаты представлены в табл. 1. Расчет проводился стандартными методиками. Суммарный теплоприток сложился из теплопритока по тепловым мостам и теплопритока излучением. Теплоприток по остаточному газу не учитывался, т к при давлениях ниже 10^{-3} Па, он перестает оказывать существенное влияние на суммарный теплоприток.

Таблица 1. Суммарные теплопритоки

Структура и ее характеристики	Значение полного теплопритока, Вт
Кожух 1 (300 К) – Кожух 2 (100 К), поверхности – механически полированная медь, тепловые мосты выполнены из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, газ в межстенном пространстве – воздух, давление 10^{-9} Па.	11,47 Вт + 0,05 Вт = 11,52 Вт.
Кожух 2 (100 К) – Кожух 3 (5 К), поверхности – механически полированная медь, тепловые мосты выполнены из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, газ в межстенном пространстве – гелий, давление 10^{-9} Па.	3,66 Вт + 0,04 Вт = 3,7 Вт

В седьмой главе проведен вакуумный расчет установки. Исходя из температурного режима работы установки (450 – 4 К) и условий проведения эксперимента, определен уровень давления, необходимый для его проведения. В таб. 2 приведены зависимости образования монослоя на поверхности от давления в среде. Исходя из таблицы, давление в вакуумной камере необходимо поддерживать в интервале 10^{-8} – 10^{-9} Па.

Таблица 2. Зависимость времени образования монослоя на поверхности от давления в среде.

P, Торр	t, сек
10^{-8}	$1,3 \times 10^2$
10^{-9}	$1,3 \times 10^3$ (21 минута)
10^{-10}	$1,3 \times 10^4$ (3,5 часа)
10^{-11}	$1,3 \times 10^5$ (35 часов)

Определены основные требования к вакуумной системе:

1. Уровень давления в системе не выше 10^{-9} Па, поэтому допускается применение только фланцевых соединений стандарта ConFlat;
2. Применение только безмаслянных средств вакуумной откачки;
3. Применение в качестве высоковакуумных насосов только криосорбционных, ионно-геттерных или магнито-разрядных насосов, т.к. они не имеют движущихся частей и при их работе не возникает вибраций;
4. В связи с тем, что идеология разрабатываемой установки – простота изготовления и эксплуатации, необходимо выбрать наиболее простую в эксплуатации систему предварительной вакуумной откачки;
5. Возможность длительного прогрева системы (до 500К) с одновременной откачкой;

6 Для достижения заданного уровня вакуума, применение следующих конструкционных материалов (нержавеющая сталь марки 12Х18Н10Т, медь марки М-ОБ, латунь марки Л-62). Для паяных соединений применяется припой ПСР-45 Сварные соединения выполняются аргоно-дуговой сваркой;


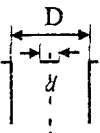
7. Применение только шиберных затворов с металлическими уплотнениями.

Вакуумный расчет проводился в два этапа, сначала для системы форвакуумной откачки был проведен предварительный расчет и определены основные геометрические размеры конструкции. Для проведения вакуумного расчета на начальном этапе проектирования установки был разработан специальный алгоритм. За его основу принят метод проф Д.В. Быкова, разработанный для осесимметричных вакуумных систем. Данный алгоритм был существенно расширен и адаптирован для упрощенного расчета практически любой осесимметричной системы. Разработка расширенного алгоритма была необходима, так как на начальном этапе применение сложных методов нецелесообразно, а применение метода проф Быкова невозможно, поскольку смоделировать данную систему для расчета по основной методике не удастся.

Также описана методика аналитического расчета осесимметричных вакуумных систем проф Д.В. Быкова. Приведены соотношения, полученные им в диссертационной работе (11 соотношений), также приведены выведенные в данной работе соотношения, расширяющие данную методику на более широкий круг задач (24 соотношения). В качестве примера аналитических соотношений в таблице 3 приведены соотношения для сквозного цилиндра и для сквозного цилиндра с отражателем на входе.

Таблица 3². Некоторые аналитические соотношения для расчета сложных вакуумных систем.

² α , β , и σ – соответственно коэффициенты пропускания, отражения и захвата структуры, γ – коэффициент прилипания, σ_1 и β_1 – коэффициенты захвата и прилипания структуры I из таблицы.

<p>1. Сквозной цилиндр</p>  <p>D и L – диаметр и длина цилиндра.</p>	$\sigma = 2 \frac{\sqrt{\gamma} \cdot \left(e^{\frac{2\sqrt{\gamma}L}{D}} - 1 \right)^2 + \gamma \cdot \left(e^{\frac{4\sqrt{\gamma}L}{D}} - 1 \right)}{(1 + \sqrt{\gamma})^2 \cdot e^{\frac{4\sqrt{\gamma}L}{D}} - (1 - \sqrt{\gamma})^2}$ $\beta = 2 \frac{(1 - \gamma) \left\{ \exp\left(\frac{4\sqrt{\gamma}L}{D} \right) - 1 \right\}}{(1 + \sqrt{\gamma})^2 \cdot e^{\frac{4\sqrt{\gamma}L}{D}} - (1 - \sqrt{\gamma})^2}$
<p>2. Сквозной цилиндр с отражателем на входе</p> 	$\sigma = \frac{\sigma_1 + \beta_1 \cdot \gamma \cdot \frac{d^2}{D^2}}{1 - \beta_1 \cdot (1 - \gamma) \cdot \frac{d^2}{D^2}}$ $\beta = \frac{\beta_1 \cdot \left(1 - \frac{d^2}{D^2} \right)}{1 - \beta_1 \cdot (1 - \gamma) \cdot \frac{d^2}{D^2}}$

С помощью полученных соотношений выполнен аналитический расчет системы вакуумного обеспечения установки. Система была разбита на три части, одна часть в другой. Результат расчета для первой части является исходными данными для расчета второй части. Аналогично принималось для третьей части.

Второй этап вакуумного расчета выполнялся с помощью программного комплекса для расчета сложных вакуумных систем. С его помощью были уточнены результаты предварительного расчета, определена точная геометрия вакуумной системы и определены давления в различных точках среза системы при различных условиях работы (в условиях предварительной и высоковакуумной откачки, без захлаживания системы, и в условиях высоковакуумной откачки с захлаживанием системы), это было необходимо т.к. невозможно поместить датчик давления непосредственно в область проведения эксперимента.

По итогам вакуумного расчета давление в экспериментальном объеме после предварительной откачки равно $2,2 \times 10^{-5}$ Па. Быстрота откачки системы $S = 0,037$ м³/с. Проводимость всей системы $U = 0,026$ м³/с. После откачки системы сверхвысоковакуумным насосом и захлаживания криостата, давление в системе составляет 10^{-9} Па.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

В целях изучения основных принципов создания современных высоковакуумных низкотемпературных СЗМ-установок и определения

вакуумно-технологических проблем, возникающих при их разработке, изготовлении и эксплуатации, проведен сравнительный анализ и предложена классификация данного вида оборудования. Показано, что наиболее сложным моментом для реализации является совмещение систем виброизоляции и охлаждения.

Предложена общая концепция построения сверхвысоковакуумной низкотемпературной СЗМ-установки для исследования фазовых переходов при низких температурах на поверхности твердого тела, в соответствии с которой была произведена модификация существующей головки МПВРРЭМ-3-1 (рабочие давления от 10^3 Па до 10^{-9} Па, рабочие температуры от 450 К до 4 К).

Проведенное тестирование сканера СТМ-НТ-1 при атмосферном давлении и комнатной температуре показало существенно лучшие характеристики его при получении изображений размером меньше 200x200 нм по сравнению со сканерами «FemtoScan» и СММ-2000 (в частности, на изображении, полученном на СТМ-НТ-1, видны детали, размер которых при данном размере кадра соответствует атомарному). Сравнение сканеров подтвердило правильность выбора СТМ-НТ-1 для использования его в установке для изучения процессов сорбции десорбции при низких температурах.

На основе проведенного анализа и опираясь на характеристики СТМ-НТ-1, обоснованы и разработаны конструкции системы охлаждения и системы вакуумного обеспечения установки.

Исходя из теоретических предпосылок, предложена простая методика подготовки образцов, основанная на методе термического осаждения тонких пленок металлов на поверхность образца в условиях вакуума. Сделан вывод о ее применимости к целям исследований. Определены тип геометрические характеристики конструкции испарителя системы подготовки образцов.

Разработана методика проведения предварительного анализа и расчета осесимметричных сложных вакуумных систем. С использованием разработанной методики проведен расчет системы вакуумного обеспечения СТМ-НТ-1. Также проведен тепловой расчет установки, выполненный стандартными методами. В итоге получено, что характеристики установки должны быть близки к следующим величинам:

- давление в системе:
 - после предварительной откачки - 10^{-5} Па,
 - после высоковакуумной откачки и захолаживания - 10^{-9} Па;
- быстрота форвакуумной откачки системы - 0,037 м³/с;
- суммарный теплоприток:

- к внешнему экрану излучения 11,5 Вт,
- к гелиевому резервуару - 3,7 Вт;
- при объеме резервуара с криоагентом 3 л, время работы криостата без дозаправки:
 - 40 мин. на гелиевом уровне температур;
 - более 2 сут. - на азотном;

На основе проведенной работы. реализована конструкторская документация на создание опытного образца установки для изучения процессов сорбции десорбции при низких температурах, прошедшая ОТК на опытном производстве ФГУП «НИИВТ им. С.А. Векшинского».

Показано, что разработанная конструкция установки существенно проще и дешевле зарубежных аналогов.

Предложена методика проведения эксперимента по изучению сорбции-десорбции при низких температурах с использованием разработанной установки.

Работа выполнена при поддержке грантов Министерства образования и науки РФ и Федерального агентства по образованию (программа «Развитие научного потенциала высшей школы» подпрограммы «Развитие инфраструктуры научно-технической и инновационной деятельности высшей школы и ее кадрового состава за 2004 г.» и «Прикладные исследования и разработки по приоритетным направлениям науки и техники»), гранта Ученого совета МЭИ по итогам конкурса НИР для аспирантов за 2004 г. и при целевой поддержке Министерства промышленности, науки и технологий РФ для развития приборной базы научных организаций на 2004 г.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ИЗЛОЖЕНО В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ:

1. Нестеров С.Б., Сабирзянов Н.Р. К вопросу о нижней границе значений давления при определении изостер сорбции. // Материалы девятой научно – технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника». – Судак, 2000 - С. 192.

2. Нестеров С.Б., Сабирзянов Н.Р. Экспериментальное изучение сорбции газов на поверхностях сорбентов с помощью СТМ. // XXIX Гагаринские чтения. Материалы Международной молодежной научной конференции. – 2003. – Т.3. - С. 49.

3. Быков Д.В., Нестеров С.Б., Сабирзянов Н.Р. Оценка основных параметров осесимметричных вакуумных систем на начальном этапе проектирования. // Журнал «Вакуумная техника и технология». – 2002. – Т. 12. – № 1. - С. 69-77.

4. Нестеров С.Б., Сабирзянов Н.Р. Криовакуумное обеспечение нанотехнологических установок. Предварительный расчет. // Материалы девятой научно – технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника». – Судак, 2002. - С. 123-127.

5. Нестеров С.Б., Сабирзянов Н.Р. Сверхвысоковакуумные низкотемпературные установки для сканирующих зондовых микроскопов. Области применения и конструктивные решения. // Журнал «Вестник МЭИ». - 2004. - Т.5. – С. 77-81.

6. Нестеров С.Б., Сабирзянов Н.Р. Общая классификация низкотемпературных СТМ. // Научная сессия МИФИ. Сборник научных трудов. – 2004. -Т.4. - С.78-79.

7. Нестеров С.Б., Ельцов К.Н., Сабирзянов Н.Р. Разработка низкотемпературного СТМ. // Материалы 9-й международной научно-технической конференции студентов и аспирантов. – 2004 -Т.3. - С. 26-27.

8. Нестеров С.Б., Логинов Б.А., Сабирзянов Н.Р. Разработка сверхвысоковакуумного низкотемпературного (НТ) сканирующего туннельного микроскопа (СТМ). Принципиальная схема установки. // Материалы девятой научно – технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника». – Судак, 2004. – С. - 368-371.

9. Нестеров С.Б., Логинов Б.А., Сабирзянов Н.Р., Кеменов В.Н. Разработка сверхвысоковакуумного низкотемпературного сканирующего туннельного микроскопа. // Материалы XI Международной научно-технической конференции «Высокие технологии в промышленности России». – М.:ОАО ЦНИТИ «ТЕХНОМАШ», 2005. - С. 280 – 286.

Подписано в печать 11.05.06 г, Зак. 154 Тир. 160 П.л. 1, 25
Полиграфический центр МЭИ (ТУ)
Красноказарменная ул., д. 13