



ЭЛЕКТРОННАЯ

ISSN 0207—6357

6

1987

ПРОМЫШЛЕННОСТЬ



1987

МИНИСТЕРСТВО ЭЛЕКТРОННОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ СССР-НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ СБОРНИК

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ:

В. И. Жильцов
(главный редактор)

В. А. Афанасьев

С. С. Булгаков

Ф. И. Бусол

А. А. Васенков

Г. Г. Горбунова
(ответственный секретарь)

А. П. Грибачев

Б. Г. Грибов

Ю. Х. Гукетлев

Г. Я. Гуськов

Н. Д. Девятков

Г. М. Зверев

В. И. Иванов

А. И. Казьмин

Э. А. Лукин

Ю. Б. Митюшин

А. Р. Назарьян
(зам. главного редактора)

А. Г. Олейников

В. Д. Степанов

П. М. Стуколов
(зам. главного редактора)

В. М. Терехов

В. Е. Фетисов

О. В. Филатов

А. А. Чернышев

Решение задач современной электроники тесно связано с разработкой новых материалов, способных обеспечить более высокий уровень рабочих характеристик ИЭТ.

К таким материалам можно отнести некоторые соединения редкоземельных металлов, тонкопленочные структуры на основе которых обладают аномальными свойствами, обеспечивающими возможность применения таких структур в СБИС пикосекундного диапазона.

- Повышению стабильности параметров мощных высоковольтных приборов при высоких температурах эксплуатации, увеличению надежности и долговечности способствует использование для их герметизации кремнийорганических эластичных компаундов марок КЭТ-1, КЭТ-2, КЭТ-2Н, КЭН-1С, созданных на основе низкомолекулярных силоксановых каучуков высокой степени чистоты.

- Большие перспективы в механизации процесса герметизации элементов РЭА открывает разработка однокомпонентного эпоксидного заливочного компаунда марки ЭДБО. Свойства отвержденного покрытия из этого материала сохраняются на достаточно высоком уровне после различных внешних воздействий, что улучшает надежность изделий, герметизируемых ЭДБО.

- Композиции марок Ф-3 и Ф-14 помимо обеспечения высоких физико-механических и электрических параметров загерметизированных ими изделий, в частности медицинского назначения, не оказывают вредного действия на организм при имплантации этих изделий.

- Благодаря использованию для мембран электроакустических изодинамических преобразователей тонкопленочных фольгированных диэлектриков ФДА-А и ФДЛ-А-20 достигается расширение диапазона воспроизводимых частот до 31,5 кГц и улучшение качества передачи высоких частот.

- Вакуумплотное сплавление деталей для изделий электронной техники с различными коэффициентами термического расширения успешно решается с помощью припоечных стеклокомпозиций, в которых применены новые наполнители — перовскитоподобные твердые растворы, температуры фазовых переходов которых согласованы с температурой трансформации легкоплавкого стекла.

- Значительное повышение дугостойкости электродных материалов обеспечивается включением в композиты эмиссионно-активной фазы гексаборида лантана, обуславливая возможность использования таких электродных материалов в мощных разрядниках.

Эти материалы — лишь некоторые из рассмотренных в подборке статей, помещенных в настоящем выпуске. В нем также помещены статьи, отражающие эффективные технологические процессы в производстве различных материалов и изделий электронной техники, в частности, селективная эпитаксия арсенида галлия в сквозных отверстиях кремниевых подложек, обеспечивающая получение областей с плотностью дислокаций менее 10^3 см^{-2} ; твердофазное формование бескислородных кристаллических оптических волокон большой длины и с малыми потерями; импульсное наращивание эпитаксиальных слоев кремния из газовой фазы, позволяющее уменьшить толщину эпитаксиального и переходного слоев до единиц нанометров, что дает возможность изготавливать полупроводниковые приборы и ИС с элементами субмикронных размеров. Приведена комбинированная схема глубокой очистки технологических отходов полупроводникового производства от мышьяка, обеспечивающая регенерацию ценных компонентов, рассмотрена применимость методов порошковой металлургии для получения различных деталей ИЭТ.

ЭЛЕКТРОННАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ

1987 6
ИЗДАЕТСЯ С 1970 г. • ВЫПУСК (164)

OldPC.su

музей компьютеров

СОДЕРЖАНИЕ

МАТЕРИАЛЫ

- 3 Колешко В. М. Соединения редкоземельных элементов в технологии микроэлектроники
- 5 Виницкий И. М., Рудь Б. М., Тельников Е. Я. Свойства толстых резистивных пленок на основе VaB_6-LaB_6
- 10 Крапухин В. В., Соколов И. А., Цвейбак И. Я., Якимчук Д. Ю. Согласование параметров решетки в гетероструктурах с активным слоем $Pb_{0,8}Sn_{0,2}Te$
- 15 Бершова Н. В., Караева Г. П., Манько И. И., Селиванов Г. К. Позитивно-негативные фоторезисты для инверсной фотолитографии
- 17 Газоева Н. П., Дегавцова В. П., Ильина К. И., Лобков В. Д., Митрофанов Л. А., Сергиенко Ю. П. Кремнийорганические полимерные материалы для защиты высоковольтных полупроводниковых приборов
- 19 Вишнякова Е. П., Куприна Е. М., Лапинский Г. И., Редина В. Е. Материалы для мембран изодинамических преобразователей
- 20 Акопов А. П., Васильев Ю. А., Газиева С. Г., Джатиева Р. Д., Дзгоева З. А., Пойманов А. М. Полимеры для герметизации имплантируемых в организм изделий медицинской техники
- 23 Воробьев В. Н., Кочиев В. В., Куприна Е. М., Лапинский Г. И., Шубин Н. Е. Обмоточные многожильные плоские провода для трансформаторов
- 24 Красиков И. В., Карпинос Д. М., Листовнича С. П. Керамические материалы для подложек гибридных интегральных схем
- 28 Ларичев А. Ф., Нехорошева Р. А., Хелемский Я. М., Чупраков В. Ф., Шитов В. В. Оптические кабели
- 31 Калинин В. Б., Княжер Г. Б., Лаптев А. Г., Сигаев В. Н., Шашков А. Ю. Новые наполнители для легкоплавких припоечных стеклокомпозиций
- 34 Басков П. Б., Кононова Н. М., Корышев С. В., Чупраков В. Ф. Кварцевые волоконные световоды в эпоксиакрилатном покрытии
- 36 Лисицкая Т. В., Нуралиева Р. Д., Соснин В. В., Суровая Г. Н. Композиционный сплав с повышенными импульсными свойствами
- 39 Васильева Ф. В., Кучинская И. М., Миляев И. М., Соколова Т. В., Стеценко П. Н. Магнитотвердые быстрозакаленные сплавы системы Fe-Nd-B
- 40 Кавалерова Л. А., Малько И. А., Миляев И. М., Селезнев А. П., Яковлев Б. А. Сплавы для гистерезисных двигателей
- 42 Арцишевская Л. Ф., Иванов-Филиппов Ф. В., Короткова Т. Г., Левинзон В. Х., Рослякова Л. В. Сплавы для спаев с мягкими стеклами
- 45 Абакумова Г. С., Атаева О. В., Михайлов В. В., Сегалевич И. Л. Пластичная смазка для слаботочных скользящих электрических контактов
- 47 Гнесин Г. Г., Левченко Г. В., Лубан Р. Б. Новые дугоустойкие электродные материалы

ТЕХНОЛОГИЯ

- 49 Кацапов Ф. М. Особенности совмещения арсенида галлия с кремнием

- 54 *Грошева Л. А., Назарова Т. С., Сахаров В. В.*, Твердофазовое формование бескислородных кристаллических оптических волокон для ИК-области спектра
- 56 *Барышников И. А., Гордова М. Р., Кафиров В. М., Орлова Л. Л., Сахаров В. В., Сегал Н. Г.* Микрооптические элементы на основе градиентных стекол
- 59 *Герасимов Е. Г., Гнатьюк Л. Н., Сахаров В. К.* Сплавные биконические разветвители на кварцевых световодах
- 60 *Зотов В. В., Петров С. В., Стаценко В. Н.* Импульсное наращивание эпитаксиальных слоев кремния из газовой фазы
- 61 *Васильев В. С., Дергачева Н. П., Кушнарёва Е. Г., Лопатин Г. С., Румянцев Ю. В.* Комплексная переработка мышьяксодержащих отходов производства
- 63 *Козлова Р. Ф.* Применимость методов порошковой металлургии для изготовления деталей ИЭТ
- 67 *Эгнер Ю. В.* Надежность спаев ободка металло-керамических корпусов
- 70 *Зарецкий Н. И., Кацапов Ф. М., Тяеловская Е. А.* Перенос и перераспределение атомов хрома в процессе газофазной эпитаксии арсенида галлия

ИЗМЕРЕНИЯ И КОНТРОЛЬНО-ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ АППАРАТУРА

- 14 *Батавин В. В., Войналович А. В., Жаворонков Н. В.* Прибор для визуализации поверхностных структурных дефектов и загрязнений

- 38 *Батавин В. В., Пантуев В. С., Петухов В. А.* Приборы для определения типа проводимости материалов $A^{III}B^V$ и кремния
- 48 *Гурский Л. И., Дениженко А. Г., Марфель В. С., Покрышкин А. И., Сигалов Б. Л.* Измеритель вольт-фарадных характеристик
- 71 *Берикашвили В. Ш., Петрунькин В. Ю., Селищев А. В., Щербачев А. С.* Стенд для исследования солитонного режима распространения сверхкоротких оптических импульсов в одномодовом волоконном световоде

ОБМЕН ОПЫТОМ

- 73 *Корнеев В. Г.* Резервы повышения эффективности производства
- 75 *Дранников Ю. С., Зиновьев К. В., Кузин В. И.* Кремниевые солнечные батареи для микрокалькуляторов

РЕКЛАМА

- 76 *Акопов А. П., Григорьева С. И., Ежова Г. Б., Парезян Л. П., Псарева Л. В.* Однокомпонентный оксидный заливочный компаунд
- 3 Солнечная аккумуляторная батарея "Электро-стр.ника М4" обл.
- 4я УКЛ-2 — лазерная система управления для стр. мелкоративных и строительных машин обл.

УДК 669.85/.86.004

В.М.Колешко

СОЕДИНЕНИЯ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ТЕХНОЛОГИИ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ

Тонкопленочные структуры на основе редкоземельных элементов, обладающие аномальными свойствами, могут найти широкое применение в СБИС пикосекундного диапазона.

Решение задач дальнейшей миниатюризации и улучшения параметров сверхбольших интегральных микросхем связано с совершенствованием технологических процессов, а также разработкой новых материалов, способных обеспечить более высокий уровень рабочих характеристик СБИС. К таким материалам можно отнести редкоземельные металлы (РЗМ), а также ряд их соединений. Используя модифицирующие свойства РЗМ, разработаны лантаноидсодержащие материалы на основе металлов — для металлизации и тонкопроволочного монтажа СБИС [1—4], полупроводники, диэлектрики и силициды — для формирования активных и пассивных элементов СБИС [5—10].

РЗМ перспективны при создании элементов СБИС на основе контактов типа металл—полупроводник (МП) и металл—диэлектрик—полупроводник (МДП) [2, 7, 8, 11]. Вследствие малого заполнения наружной *d*-оболочки атомов редкоземельные металлы, включая лантаноиды, иттрий и скандий, характеризуются малой работой выхода ($\phi_m = 2,5...3,3$ эВ) и большой высотой потенциального барьера на границе полупроводника *p*-типа. Причем высота потенциального барьера (ϕ_b) контактов РЗМ-полупроводник *p*-типа превышает ширину запрещенной зоны E_g полупроводника [2, 12].

Исследования токопереноса в контактах РЗМ — Si с $\phi_b > E_g$ [13] показали, что в полупроводнике *p*-типа вблизи границы с металлом образуется инверсный p^+ -слой толщиной 1...2 нм, в котором электрический потенциал резко возрастает, электрическое поле достигает значений $10^7...10^8$ В/м, а концентрация электронов лишь на 2...3 порядка меньше концентрации электронов в металле. Наличие сильного электрического поля в контакте РЗМ—полупроводник с инверсным слоем приводит к существенному разогреву носителей заряда. Электроны могут приобретать скорость до $10^6...10^7$ м/с (рис. 1). Лимитирующим фактором здесь является экранирующее действие неосновных носителей заряда в инверсном слое, в результате которого с ростом высоты потенциального барьера или электрического смещения общий размер области объемного заряда ограничивается $\sim 0,4$ мкм, в зависимости от уровня легирования полупроводника. Дальнейший перенос разогретых носителей определяется в значительной степени кристаллической структурой материалов контакта. Скорость такого переноса

зависит от высоты потенциального барьера контакта, температуры и уровня легирования полупроводника. Высокая эффективность такого переноса достигается в том случае, когда направление электрического поля области объемного заряда совпадает с одним из базовых кристаллографических направлений полупроводника.

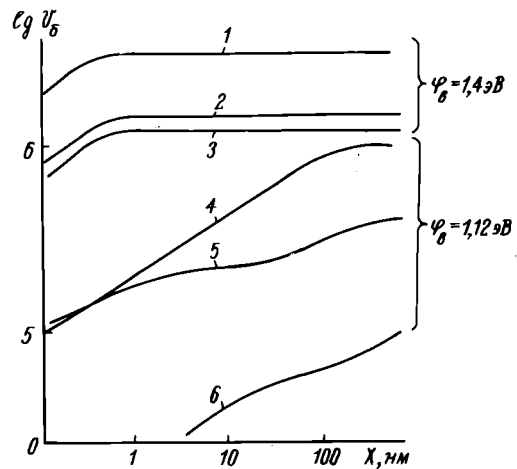


Рис. 1. Распределение скорости движения электронов на границе раздела РЗМ—Si при различных температурах: 77 К (кривые 1, 4, 6) и 300 К (кривые 2, 3, 5). 1, 3, 6 — $N_A = 10^{19} \text{ м}^{-3}$; 2, 4, 5 — $N_A = 10^{22} \text{ м}^{-3}$

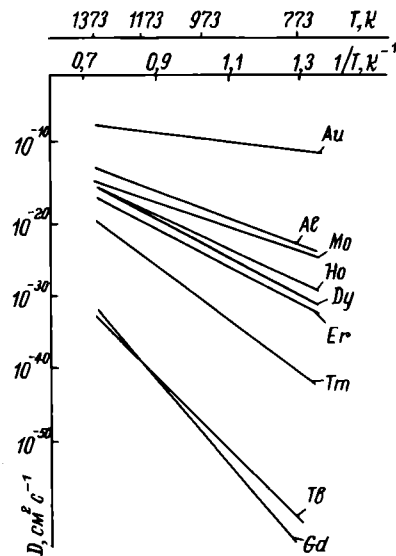
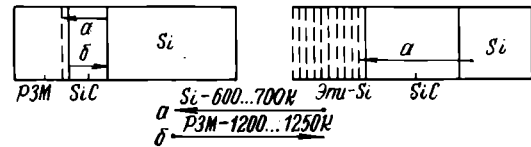


Рис. 2. Температурная зависимость диффузии примесей в контакте металл—полупроводник

Кристаллографическое согласование с кремнием обеспечивается при его контакте с РЗМ иттриевой подгруппы и их высшими силицидами (СРЗМ), обладающими металлической проводимостью [14], что позволяет формировать подобные контакты эпитаксиальными методами с высоким совершенством границы раздела [15]. При этом высокая химическая активность металлов и графитоподобная кристаллическая структура их высших силицидов обеспечивают невысокие температуры формирования контактов — 500...700 К [9, 14]. Поскольку скорость диффузии кремния в силициде РЗМ значительно превышает скорость диффузии металла в силициде и кремнии (рис. 2), что обусловлено значительным дефицитом вакансий атомов кремния ($x < 0,4$) в структуре силицида $LnSi_2$, то массоперенос атомов в промежуточном слое контакта РЗМ—Si направлен в сторону металлов с образованием силицидов по вакансионному механизму и аморфизированного слоя кремния в подложке. Это способствует образованию эпитаксиального кремния на силициде через силицид [15].

Наличие кислорода на границе раздела в составе оксидов металла и полупроводника приводит к увеличению потенциального барьера. Это объясняется тем, что из-за диэлектрического промежутка толщиной 1...3 нм между металлом и полупроводником ограничивается действие сил изображения, снижающих эффективную высоту потенциального барьера. Кроме того, уменьшается туннелирование основных носителей заряда дырок через вершинную часть потенциального барьера [13].

При хорошем согласовании кристаллических решеток оксидов РЗМ с кремнием (см. таблицу) наблюдается образование тонкого (2...80 нм) монокристаллического слоя оксида не только на полупроводнике, но и на металле (с диэлектрической проницаемостью от 4 до 17), причем плотность поверхностных состояний уменьшается от 10^{11} до 10^9 эВ⁻¹ см⁻² [16]. Установлено, что кристаллическая оксидная фаза РЗМ образуется, если рассогласование постоянной решетки оксида РЗМ (a_0) и кремния (a_{Si}) не превышает 1...2%. При большем рассогласовании образования кристаллической фазы оксида РЗМ не наблюдается.

Тип и параметры решетки оксидов РЗМ

| Вещество | Тип решетки | Параметры решетки | | $\frac{a_0 - a_{Si}}{a_i}$, % |
|--------------------------------|-------------|-------------------|--------------|--------------------------------|
| | | a, нм | c, нм | |
| Si | куб. | 0,5428 | — | — |
| Si | гекс. | 0,380 | 0,940(0,313) | — |
| Y ₂ O ₃ | куб. | 0,530 | — | -2,4 |
| La ₂ O ₃ | гекс. | 0,3937 | 0,6131 | +3,6 |
| CeO ₂ | куб. | 0,541 | — | -0,33 |
| Nd ₂ O ₃ | гекс. | 0,3933 | 0,5996 | +3,5 |
| Sm ₂ O ₃ | куб. | 0,5467 | — | +0,72 |
| Eu ₂ O ₃ | куб. | 0,5434 | — | +0,11 |
| Gd ₂ O ₃ | куб. | 0,5406 | — | -0,41 |
| Dy ₂ O ₃ | куб. | 0,5332 | — | -1,8 |
| Ho ₂ O ₃ | куб. | 0,5303 | — | -2,3 |
| Er ₂ O ₃ | куб. | 0,5274 | — | -2,8 |
| Tm ₂ O ₃ | куб. | 0,5244 | — | -3,4 |
| Yb ₂ O ₃ | куб. | 0,5217 | — | -3,9 |
| Ln ₂ O ₃ | куб. | 0,5195 | — | -4,3 |

Уменьшение плотности поверхностных состояний на межфазной границе диэлектрик—металл, диэлектрик—полупроводник и локализованого заряда обуславливает существенное увеличение подвижности носителей, длины свободного пробега электронов (в 4...5 раз) в металлической пленке и электропроводности металлической пленки — она становится выше электропроводности массивного образца металла [17]. Эти металлические пленки переходят в гиперпроводящее состояние при температуре 77,4 К (которая в 10...11 раз превышает температуру перехода в это состояние массивного металла).

При реализации приборов на основе контактов РЗМ—полупроводник, СРЗМ—полупроводник с баллистическим переносом носителей заряда все рабочие процессы могут быть локализованы в субмикронных объемах 1...10 мкм³, что с учетом высокой скорости носителей заряда обеспечивает быстроедействие порядка 10...100 ПГц для приборов на основе кремния и 3000...4000 ПГц для приборов на GaAs. Быстроедействие таких микросхем, определяемое временем баллистических носителей, составляет 10^{-14} ... 10^{-13} с. Ограничивающими факторами в данном случае являются емкость областей объемного заряда, емкость управляющих электродов, потери энергии баллистических носителей в объеме полупроводника, а также раскрытие зарядового пакета вследствие его некогерентности по скорости носителей. Управление потоками баллистических носителей заряда осуществляется с помощью вспомогательных электрических полей, с использованием эффектов дифракции и интерференции волновых пакетов носителей заряда, каналирования, а также с помощью дополнительных инжектирующих «медленных» электронных пучков. Последнее качество также достигается в случае контактов РЗМ—полупроводник с $\Phi_s > E_d$ [13], что позволяет отказаться от p-n-переходов. Инжекция носителей заряда в подобные схемы может осуществляться с помощью оптического излучения, что обеспечивает совместимость баллистических микросхем с оптоэлектронными по быстрдействию и скорости передачи информации.

Таким образом, для рассматриваемых структур характерно следующее. Сильное электрическое поле, существующее без приложения дополнительного внешнего напряжения, локализовано в слое субмикронных размеров. В связи с этим классический подход к анализу процессов переноса носителей заряда становится неприменимым и требуется анализ, основанный на первостепенном учете таких квантовых явлений, как туннелирование, квантование энергетических уровней в инверсном слое, волновой характер носителей заряда, отказ от кинетического уравнения Больцмана и приближения эффективной массы. Основными эффектами, происходящими в подобных структурах, следует считать: рассеяние баллистических носителей на дефектах кристаллической решетки и фононах (при достаточных температурах), движение носителей в двумерной потенциальной яме инверсного слоя, туннелирование через сверхтонкий диэлектрик и с участием квантованных состояний, зависимость эффективности баллистического переноса от количества основных равновесных носителей в полупроводнике, а также лавинное умно-

жение и каналирование носителей и возможность горизонтального квантования энергетического спектра носителей.

ЛИТЕРАТУРА

1. Колешко В.М. Перспективы применения соединений редкоземельных элементов в технологии микроэлектроники.— В сб.: Симпозиум по микроэлектронике двустороннего сотрудничества АН СССР и АН ГДР (Франкфурт-на-Одере, ноябрь, 1986), с. 15—16.
2. Колешко В.М., Белицкий В.Ф. Массоперенос в тонких пленках.— М.: Наука и техника, 1980.— 296 с.
3. Koleshko V.M. Metallization for submicron ISI-Vacuum, 1986, vol. 36, p. 869.
4. Колешко В.М. Ультразвуковая микросварка.— М.: Наука и техника, 1977.— 327 с.
5. Колешко В.М., Ковалевский А.А., Лапидский Е.И.— Изв. АН БССР. Неорганические материалы, 1981, № 11, с. 1941—1946.
6. Колешко В.М., Ковалевский А.А. Поликристаллические пленки полупроводников в микроэлектронике.— М.: Наука и техника, 1978.— 343 с.
7. Koleshko V.M., Babushkina N.V. Properties of rare-earth oxide films.— Thin solid Films, 1979, vol. 62, N 1, p. 1—4.
8. Пленки оксидов редкоземельных элементов в МДП и МДП-структурах/О.С.Вдовин, Э.И.Кирьяшнина, В.Н.Котелков.— Изд-во Саратовского ун-та, 1983, с. 160.
9. Колешко В.М., Белицкий В.Ф., Ходин А.А. Тонкие пленки силицидов редкоземельных металлов.— Поверхность. Физика, химия, механика, 1986, № 10, с. 93—96.
10. Koleshko V.M., Belitsky V.F., Khodin A.A. Thin films of rare-earth metal silicides in microelectronics.— Vacuum, 1986, vol. 36, p. 669.
11. Колешко В.М., Ходин А.А. Лантаноиды — материал для контактов металл—полупроводник. 4-ая школа по физико-химическим основам методов получения и исследования материалов электронной техники: Тез. докл.— Новосибирск, 1984, с. 93.
12. Колешко В.М., Ходин А.А. Поверхностный потенциальный барьер в контактах РЗМ—полупроводник.— Физика и техника полупроводников, 1979, т. 13, № 9, с. 1860—1863.
13. Колешко В.М., Ходин А.А. Механизм токопереноса в выпрямляющих контактах редкоземельных металлов с кремнием.— Электронная техника. Сер. 2. Полупроводниковые приборы, 1986, вып. 2, с. 52—55.
14. Koleshko V.M., Belitsky V.F., Khodin A.A. Rare-earth metal silicides thin films.— Thin Solid Films, 1986, vol. 141, N 2, p. 114—119.
15. Колешко В.М., Ходин А.А. Твердофазная эпитаксия в пленочных системах силицид РЗМ—кремний.— В сб.: Силициды, их свойства и применение.— Киев, Наукова думка, 1986, с. 165.
16. Колешко В.М. Влияние поверхностного заряда на электропроводность тонких металлических пленок.— Изв. АН БССР. Сер. физ.-мат. наук, 1976, № 6, с. 85—88.
17. Koleshko V.M., Influence of the film — substrate system charge state on electrical conductivity of Al thin film.— 7th Intern. Vac. Congr. (Vienna 1977), p. 1871—1873.

Статья поступила 6 февраля 1987 г.

УДК 621.3.049.772.2.537

И.М.Виницкий, Б.М.Рудь, Е.Я.Тельников

СВОЙСТВА ТОЛСТЫХ РЕЗИСТИВНЫХ ПЛЕНОК НА ОСНОВЕ BaV_6 — LaV_6

Актуальной проблемой толстопленочной технологии является замена применяемых в составе резистивных паст дорогостоящих и остродефицитных благородных металлов и их соединений новыми, более дешевыми материалами, которые бы позволяли изготавливать изделия с высокими эксплуатационными параметрами. В качестве материалов для токопроводящей фазы таких паст перспективными оказались твердые растворы BaV_6 — LaV_6 , обладающие большей термической устойчивостью и меньшим температурным коэффициентом электропроводности по сравнению с индивидуальными фазами и их механическими смесями [1—3]. Все составы этих твердых растворов обладают металлическим типом электропроводности и при молярной доле LaV_6 , составляющей 24%, имеют минимальный ТКС [1].

Поскольку процесс получения резистивных толстых пленок связан с проведением термообработки на воздухе, представляло интерес выяснить, как при этом изменяются физико-химические и электрические свойства порошков системы BaV_6 — LaV_6 . Пленки наносили на подложки из керамики ВК 94-1 методом трафаретной печати паст, органической связкой которых служила жировая органика стандартного состава (ланолин — вазелиновое масло — циклогексанола), а в качестве стеклотвязующего использовались стекла марок С 279-2 и 660а.

В соответствии с теорией эффективной среды [4, 5], электропроводность толстопленочных композиций с фиксированным соотношением компонентов в отсутствие их химического взаимодействия описывается линейной зависимостью от отношения диаметров частиц токопроводящей фазы и стекла. Для резистивных пленок на основе BaV_6 — LaV_6 линейной зависимости между электропроводностью и отношением диаметров частиц токопроводящей фазы и стекла не обнаружено [6], что можно считать косвенным свидетельством химической активности этих композиций. Данные дифференциально-термического анализа (ДТА) (рис. 1) подтверждают этот вывод.

Процесс окисления порошков всех составов происходит в два этапа: первый начинается при 400...500°C, а второй — около 700°C. Как следует из характера кривых ДТА, высокотемпературное окисление не является простым развитием низкотемпературного, а имеет существенно отличную природу. В то же время в литературе не сообщается о каком-либо процессе окисления гексаборидов бария и лантана при 400...500°C. Это дает основание предположить, что заметная реакция окисления при пониженных температурах свойственна лишь дисперсным порошкам. Проверкой этого предположения путем исследований по окислению порошков различной дисперсности установлено, что с ее увеличением экзотермические пики на кривых ДТА порошков одинакового состава становятся более резкими и сдвигаются в сторону меньших температур.

Известно, что в результате размола растет не только удельная поверхность порошка, но и сте-

пень дефектности его частиц (микротрещины, выходы дислокаций и другие структурные искажения в приповерхностном слое). Установлено активизирующее влияние различных неоднородностей

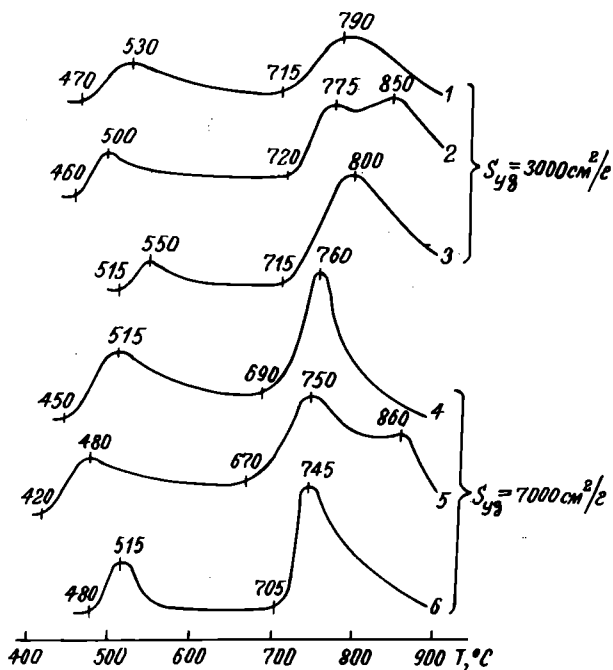


Рис. 1. Результаты ДТА при нагреве на воздухе порошков гексаборидов различной дисперсности: $S_{y\beta}=3000 \text{ см}^2/\text{г}$ (1 — BaB_6 ; 2 — $\text{Ba}_{0,76}\text{La}_{0,24}\text{B}_6$; 3 — LaB_6); $S_{y\beta}=7000 \text{ см}^2/\text{г}$ (4 — BaB_6 ; 5 — $\text{Ba}_{0,76}\text{La}_{0,24}\text{B}_6$; 6 — LaB_6). Кривые снимались при скорости нагрева $20^\circ\text{C}/\text{мин}$

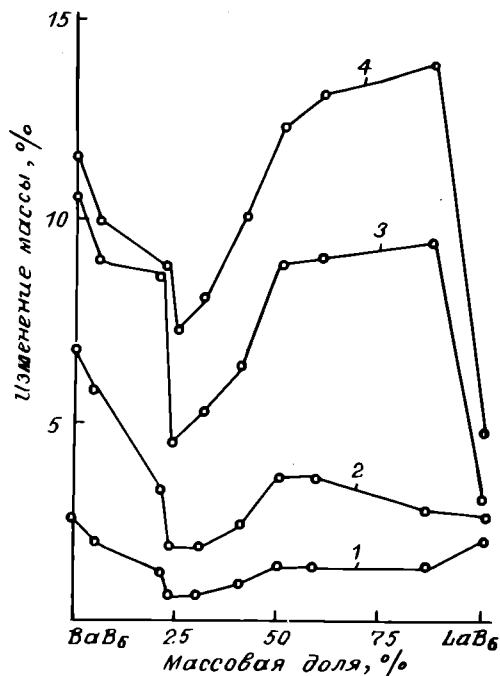


Рис. 2. Изменение массы порошков гексаборидов в системе $\text{BaB}_6\text{—LaB}_6$ при их нагреве на воздухе в течение 30 мин при различных температурах: 1 — 750, 2 — 800; 3 — 850, 4 — 900 $^\circ\text{C}$

поверхности на окисление различных веществ, которое носит универсальный характер [7]. В связи с этим первый экзотермический пик на кривых ДТА исследованных гексаборидов может быть обусловлен поверхностным окислением частиц, а второй — окислением собственно гексаборида. Такой характер окисления подтверждают петрографические исследования окисленных порошков гексаборидов.

Исследование фазового состава продуктов окисления проводилось для порошков BaB_6 , LaB_6 и промежуточных составов, предварительно нагретых на воздухе в течение 30 мин при температурах, соответствующих особенностям кривых ДТА. В результате такого нагрева порошков BaB_6 при 600, 700 и 850 $^\circ\text{C}$ происходит их консолидация с образованием остеклованной поверхности образцов. После нагрева при 600 $^\circ\text{C}$ на поверхности частиц обнаруживаются участки V_2O_3 , при 700 $^\circ\text{C}$ наряду с V_2O_3 , который уже образует сплошные слои вокруг частиц порошка, появляются кристаллические включения боратов бария, а после окисления порошка при 850 $^\circ\text{C}$ на поверхности частиц обнаружено барийсодержащее стекло.

Картина окисления порошка LaB_6 совершенно иная: основные продукты окисления не являются стекловидными, и окисленные частицы лишь слегка припекаются друг к другу. До температуры $\sim 715^\circ\text{C}$ окисная пленка на поверхности частиц LaB_6 несплошная. В ее составе присутствуют борный ангидрид V_2O_3 (кубический или аморфный), гидратированный борный ангидрид и гидратированная окись лантана. При 850 $^\circ\text{C}$ борного ангидрида не наблюдается. Окисленные пленки в этом случае являются кристаллическими и состоят из смеси гидратированной окиси лантана $\text{La}(\text{OH})_3$ и бората лантана $\text{La}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{V}_2\text{O}_3$.

Фазовый состав окисных пленок порошков гексаборидов промежуточного состава весьма сложен: обнаружены бораты бария (однозначно установлено присутствие $\text{BaO} \cdot 4\text{V}_2\text{O}_3$) и лантана, гидратированная окись лантана и борный ангидрид. Соотношение различных фаз в продуктах окисления сложных гексаборидов зависит от многих технологических факторов. Продукты окисления в основном кристаллические, причем это справедливо даже для фаз с небольшим содержанием LaB_6 ; при переходе от BaB_6 к LaB_6 не отмечается каких-либо заметных скачков в фазовом составе продуктов окисления — присутствуют фазы, характерные для окисных пленок чистых BaB_6 и LaB_6 .

Данные по изменению массы порошков после нагрева на воздухе при различных температурах (рис. 2) позволяют судить об их устойчивости к окислению. В области составов, соответствующих однофазному твердому раствору (до 40% LaB_6), максимальной устойчивостью обладает состав, в котором молярная доля LaB_6 составляет 24%. У составов, соответствующих гетерофазной области (более 40% LaB_6), устойчивость к окислению ниже. Следует отметить, что устойчивость к окислению чистого LaB_6 при 850 и 900 $^\circ\text{C}$ выше, чем остальных составов в системе $\text{BaB}_6\text{—LaB}_6$, так как при этих температурах основную роль играет не поверхностное окисление частиц, а окисление самой фазы.

При термообработке нанесенных на подложку паст в результате размягчения стекла под влиянием сил поверхностного натяжения происходит перестройка первоначального рас-

Смачивание гексаборидов
в системе BaB_6-LaB_6 стеклом С279-2
(среда — аргон, $P=75$ кПа)

| Состав гексаборида | Температура, °С | Время выдержки, мин | Краевой угол, град | |
|-------------------------|-----------------|---------------------|---------------------------|---------------------------------------|
| | | | без окисления поверхности | предварительное окисление поверхности |
| BaB_6 | 975 | 1 | 125 | 95 |
| | | 2 | 103 | 94 |
| | | 5 | 95 | 61 |
| | | 25 | 93 | 35 |
| | 1200 | 1 | 91 | — |
| | | 2 | 80 | — |
| 5 | | 70 | — | |
| 25 | | 60 | — | |
| $Ba_{0,76}La_{0,24}B_6$ | 975 | 1 | 108 | 70 |
| | | 2 | 102 | 60 |
| | | 5 | 94 | 43 |
| | | 25 | 55 | 14 |
| | | LaB_6 | 975 | 1 |
| 2 | 111 | | | 100 |
| 5 | 109 | | | 97 |
| 25 | 105 | | | 92 |
| 1200 | 1...5 | | 70 | 70...60 |
| | 25 | | 70 | 50 |

пределения частиц в пленке, в результате которой и формируется проводящая структура. Большую роль при этом играет смачивание частиц токопроводящей фазы стеклом. Результаты измерения краевых углов смачивания спеченных образцов гексаборидов стеклом С 279-2 (см. таблицу) показывают, что предварительное окисление поверхности порошков гексаборидов (30 мин при 850°C на воздухе) способствует их смачиванию. Сложные гексабориды смачиваются значительно лучше, чем индивидуальные фазы BaB_6 и LaB_6 , причем это справедливо как для неокисленных, так и для окисленных поверхностей. Смачивание гексаборидов системы BaB_6-LaB_6 стеклами С279-2 и 660а исследовалось также в условиях, приближенных к реальным условиям термообработки паст на воздухе при равномерной скорости нагрева $70...80^\circ\text{C}/\text{мин}$. При этом химическое взаимодействие в зоне контакта интенсифицируется благодаря участию в реакции атмосферного кислорода. Температура, при которой краевой угол смачивания становится меньше 90 град, условно считалась температурой начала смачивания. Результаты измерений (рис. 3) согласуются с данными, полученными в инертной среде: в частности, подтверждается лучшее смачивание сложных гексаборидов в сравнении со смачиванием BaB_6 и LaB_6 .

Исследования микроструктуры пленок показали, что заметное влияние на нее оказывает не только содержание стеклосвязующего, но и

состав токопроводящей фазы. Пленки без стеклосвязующего удается получить лишь для некоторых составов порошков в системе BaB_6-LaB_6 .

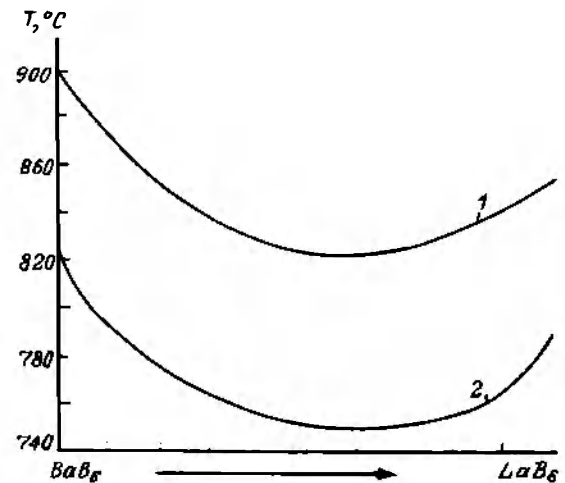


Рис. 3. Условные температуры начала смачивания гексаборидов в системе BaB_6-LaB_6 стеклами С 279-2 (1) и 660 а (2) при нагреве на воздухе

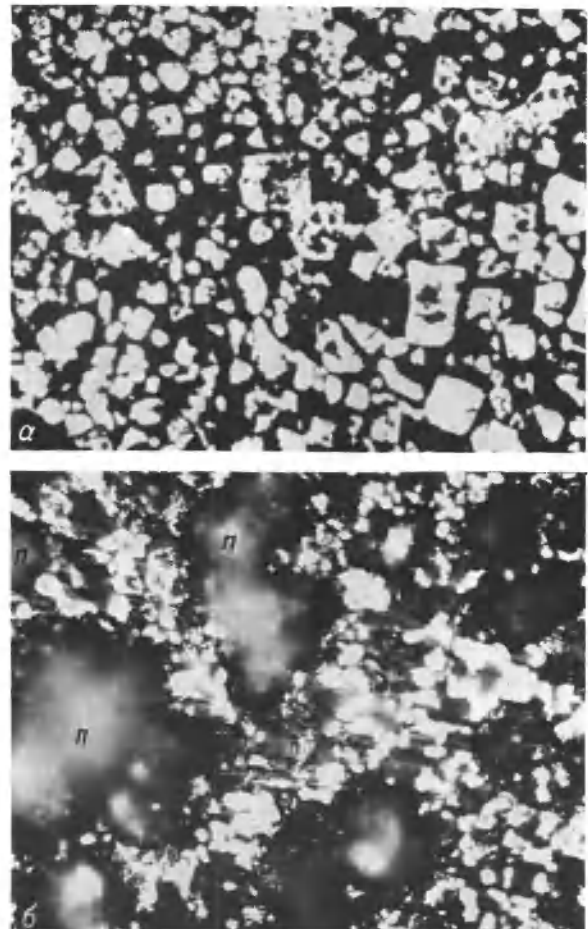


Рис. 4. Микроструктура пленок BaB_6 (а) и $Ba_{0,34}La_{0,16}B_6$ (б) при отсутствии стеклосвязующего. Светлые участки — частицы токопроводящей фазы; темные — продукты окисления, П — поры

Это связано с тем, что боридные фазы с большим содержанием BaV_6 при взаимодействии с кислородом воздуха образуют стекловидные окислы, которые, выполняя роль стеклосвязующего, способствуют консолидации нанесенного слоя (рис. 4, а). При увеличении содержания LaV_6 в сложном гексабориде продукты окисления проявляют склонность к кристаллизации, и нанесенный слой после термообработки остается неспеченным (рис. 4, б). Пленки без применения стеклосвязующего даже при температуре термообработки $875^\circ C$ получены только для составов, молярная доля BaV_6 в которых превышает 78%. При уменьшении температуры термообработки необходимое содержание BaV_6 в твердом растворе возрастает.

В пленках, содержащих 50% стекла С 279-2, при уменьшении содержания BaV_6 в токопроводящей фазе пористость увеличивается (рис. 5). Это согласуется с тем, что BaV_6 способствует консолидации пленки. Несмотря на то, что исходная паста содержит довольно много стеклосвязующего, аморфные окислы, появляющиеся при термообработке (т.е. «собственное» стекло), оказывают заметное влияние на качество пленок. Это обусловлено, во-первых, тем, что из-за

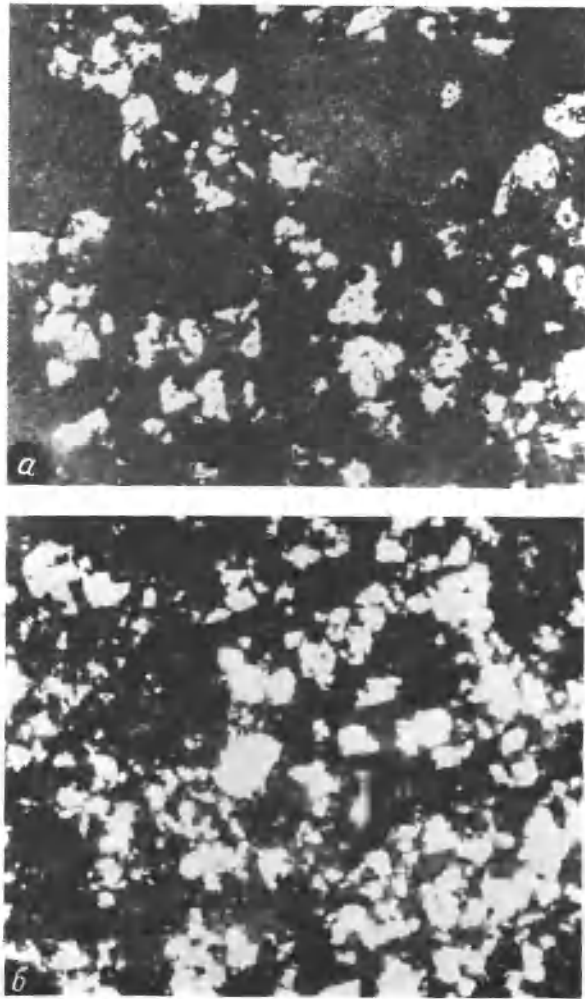


Рис. 5. Микроструктура пленок BaV_6 (а) и $Ba_{0,5}La_{0,5}V_6$ (б), содержащих 50% С 279-2 после термообработки при $850^\circ C$. Светлые участки — частицы токопроводящей фазы, серые — стеклосвязующее, темные — поры

большой вязкости стекла С 279-2 (температура размягчения $\sim 620^\circ C$) при $850^\circ C$ и ограниченной выдержке (15 мин) происходит лишь частичное смачивание токопроводящей фазы, а во-вторых, из-за локальных неоднородностей в исходном распределении частиц токопроводящей фазы и стекла смачиванию также свойственна пространственная неоднородность. Поэтому равномерное обволакивание частиц токопроводящей фазы «собственным» стеклом эффективно влияет на уплотнение. В пленках, полученных со стеклом 660а, температура размягчения которого

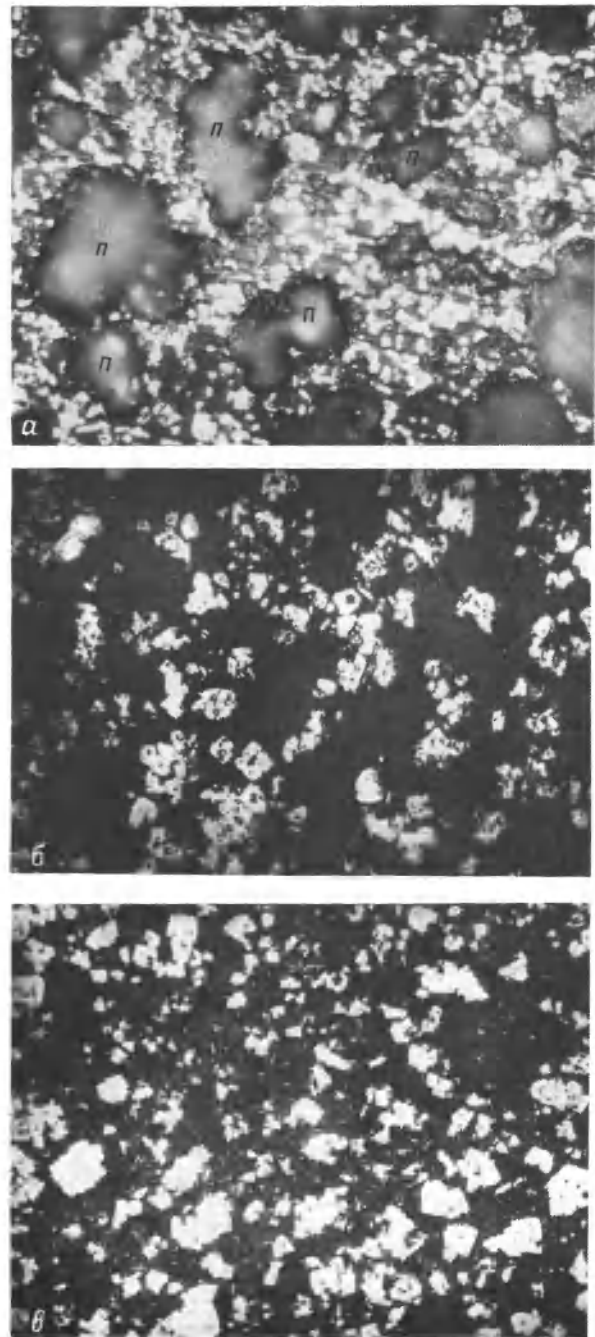


Рис. 6. Микроструктура пленок на основе $Ba_{0,76}La_{0,24}V_6$, в которых содержится 10% (а), 50% стекла С 279-2 (б) и 50% стекла 660 а (в). Светлые участки — частицы токопроводящей фазы, серые — стеклосвязующее, П — поры

значительно ниже ($\sim 510^\circ\text{C}$), смачивание токопроводящей фазы проходит интенсивнее, и влияние «собственного» стекла нивелируется.

Исследования структуры пленок показали, что пленки с малым содержанием стекла очень пористы (рис. 6, а), так как его недостаточно для создания монолитной структуры. При увеличении содержания стекла пористость уменьшается и проявляется определенное упорядочение в распределении частиц токопроводящей фазы, которые располагаются на границах образующихся крупных участков стекла. Такая тенденция особенно четко выражена для пленок со стеклом С 279-2 (рис. 6, б).

При температурах, превышающих температуру размягчения стекла, начинается поверхностное взаимодействие частиц стекла друг с другом и с частицами токопроводящей фазы. Смачивание токопроводящей фазы стеклом происходит при более, высоких температурах, чем коагуляция частиц стекла. Укрупнение капель стекла при отсутствии заметного смачивания токопроводящей фазы должно приводить именно к такому упорядочению, которое наблюдается для пленок со стеклом С 279-2, когда при температуре термообработки 850°C стекло еще плохо смачивает токопроводящую фазу. Если температура достаточно высока для хорошего смачивания частиц токопроводящей фазы, их обволакивание стеклом должно приводить к структуре с более однородным распределением частиц, что и наблюдается для пленок со стеклом 660а (рис. 6, в).

Для выявления процесса формирования проводящей структуры в пленках информативным оказывается исследование изменения электропроводности пленок в процессе их термообработки (рис. 7). «Сырые» пленки, нанесенные на подложку, из-за большого количества органической связки не проводят электрический ток. По мере выгорания связки пленка уплотняется и становится электропроводной. Уплотнение пленки продолжается в течение всего процесса нагрева вследствие припекания окисных слоев и действия капиллярных сил, возникающих при размягчении стеклосвязующего или легкоплавких компонентов продуктов окисления. Однако на фоне общей тенденции к уменьшению электросопротивления за счет уплотнения пленки на кривых температурных зависимостей электросопротивления обнаруживаются участки, которые характеризуются ростом этого параметра, что естественно связать с окислительными процессами. Действительно, температуры, при которых наблюдается рост электросопротивления ($430\dots 500$ и $700\dots 750^\circ\text{C}$), примерно соответствуют указанным выше температурам начала «поверхностного» и «объемного» окисления. Выше 870°C окисление окончательно становится доминирующим фактором — электросопротивление пленок резко возрастает. В пленках со стеклосвязующим рост электросопротивления, обусловленный «поверхностным окислением токопроводящей фазы, не обнаруживается. Это объясняется тем, что при наличии стекла частицы токопроводящей фазы отделены друг от друга значительными промежутками, увеличение которых за счет «поверхностного» окисления мало, поэтому эффект маскируется уплотнением пленки.

Пленки на основе LaV_6 по характеру изменения электросопротивления заметно отличаются от остальных: роста электросопротивле-

ния при температурах, соответствующих началу «объемного» окисления ($700\dots 750^\circ\text{C}$), не наблюдается вообще, а особенность изменения электросопротивления вблизи 500°C выражена слабее, чем для пленок с BaV_6 и $(\text{Ba}, \text{La})\text{V}_6$. Как отмечалось выше, пленки без стеклосвязующего на основе барийсодержащих фаз в отличие от пленок с чистым LaV_6 , имеют монолитную остеклованную структуру. Наличие легкоплавких, склонных к аморфизации окислов на поверхности барийсодержащих фаз подтверждает

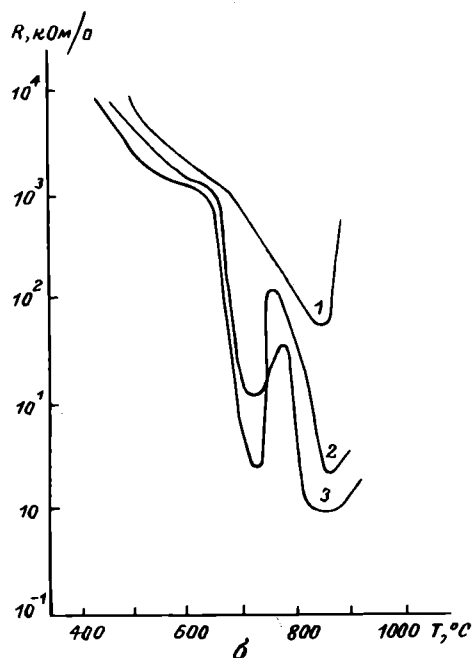
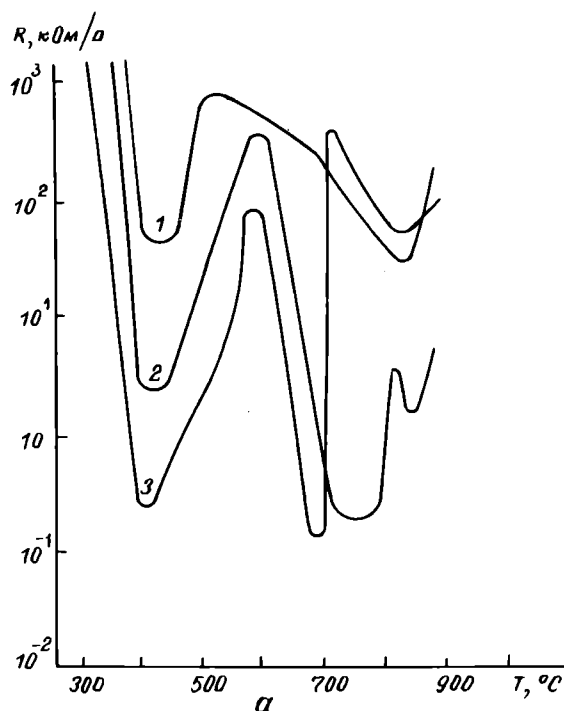


Рис. 7. Изменение в процессе термообработки электросопротивления пленок без стеклосвязующего (а) и с 50% С 279-2 (б): 1 — LaV_6 ; 2 — BaV_6 ; 3 — $\text{Ba}_{0,76}\text{La}_{0,24}\text{V}_6$. Кривые получены для порошков токопроводящей фазы с удельной поверхностью $5000 \text{ м}^2/\text{г}$. Скорость нагрева $15^\circ\text{C}/\text{мин}$

ется также петрографическим анализом. Появление жидкой фазы при термообработке пленки, с одной стороны, способствует ее уплотнению, т.е. уменьшению электросопротивления, а с другой — активирует окисление токопроводящей фазы, что ведет к росту электросопротивления. Уплотнение пленки под действием капиллярных сил по своему воздействию на электросопротивление представляется менее инерционным процессом, чем окисление токопроводящей фазы. Поэтому росту электросопротивления, обусловленному окислением, предшествует его резкое уменьшение, связанное с появлением жидкой фазы.

В соответствии с данными петрографического анализа «поверхностное» окисление барийсодержащих фаз следует связать с образованием борного ангидрида, а «объемное» окисление — с образованием барийсодержащего стекла. Для пленок с LaB_6 монотонное уменьшение электросопротивления при $700\text{--}750^\circ\text{C}$ объясняется отсутствием «собственного» стекла, а при наличии стеклосвязки С 279-2 — постепенным его размягчением и высокой вязкостью при этих температурах. Что касается особенности вблизи 500°C для пленок с LaB_6 без стеклосвязующего, то она может служить косвенным указанием на образование на начальных стадиях окисления этого соединения некоторого количества борного ангидрида.

Таким образом, исходные компоненты изученных толстопленочных композиций в процессе термообработки пленок частично меняют свой состав. Окисление порошков токопроводящей фазы способствует лучшему смачиванию их жидким стеклом и образованию более плотных пленок. Удовлетворительное смачивание жидким стеклом при максимальной устойчивости к окислению наблюдается для состава твердого раствора, молярная доля в котором составляет 24% и который к тому же имеет минимальное значение ТКС.

Для хорошей воспроизводимости результатов термообработку паст следует проводить при таких температурах, при которых интенсивность физико-химических процессов в пленке минимальна. Для этого можно рекомендовать температуры термообработки вблизи 750 или 850°C .

ЛИТЕРАТУРА

1. Электрические свойства и структура сплавов $\text{BaB}_6\text{--LaB}_6$ /Б.М.Рудь, Е.Я.Тельников, И.И.Тимофеева, Н.П.Тельникова.— В кн.: Модели электронного строения и физико-химические свойства соединений и сплавов.— Киев: ИПМ АН УССР, 1985, с. 85—89.
2. Рудь Б.М. Новые материалы для толстопленочной технологии и научные принципы создания керметных пленок на их основе.— В кн.: Новые материалы для микроэлектроники.— Киев—Фрунзе: ИПМ АН УССР, 1983, с. 36—41.
3. Пат. 2397704 (Франция).
4. Smith D., Anderson J. Theory of electrical conduction in particulate systems.— *Phil. Mag. B.*— 1981, vol. 43, N 5, p. 797—810.
5. Smith D., Anderson J. Electrical conduction in thick film paste resistors.— *Thin Solid Films.*, 1980, vol. 71, N 1, p. 79—89.
6. Влияние дисперсности компонентов на свойства толстых пленок на основе твердого раствора $\text{BaB}_6\text{--LaB}_6$ /Б.М.Рудь, Е.Я.Тельников, И.М.Виницкий и др.— Порошковая металлургия, 1986, № 6, с. 79—84.
7. Францевич И.Н., Войтович Р.Ф., Лавренко В.А. Высокотемпературное окисление металлов и сплавов.— Киев: ГИТА УССР, 1963.— 322 с.

Статья поступила 26 января 1987 г.

УДК 621.793.162

В.В.Крапухин, И.А.Соколов,
И.Я.Цвейбак, Д.Ю.Якимчук

СОГЛАСОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ РЕШЕТКИ В ГЕТЕРОСТРУКТУРАХ С АКТИВНЫМ СЛОЕМ $\text{Pb}_{0,8}\text{Sn}_{0,2}\text{Te}$

Эпитаксиальные p - n -гетеропереходы, образованные слоями твердых растворов $\text{Pb}_{0,8}\text{Sn}_{0,2}\text{Te}$ (активная область) и $\text{PbTe}_{0,92}\text{Se}_{0,08}$ (оптический фильтр), используются для создания фотодиодов ИК-диапазона $8\text{--}14$ мкм. Однако характеристики этих приборов, прежде всего значения параметра R_0A (R_0 — дифференциальное сопротивление диода при нулевом смещении, A — его площадь), в большинстве случаев остаются далекими от теоретически предельных. Это может быть обусловлено несовершенством кристаллической структуры гетерокомпозиции в области залегания p - n -перехода, в частности наличием в структуре дислокаций несоответствия (ДН) [1].

С целью определения причин возникновения ДН в гетеропереходах и путей повышения их структурного совершенства проведены исследования слоев n - $\text{PbTe}_{0,92}\text{Se}_{0,08}$, выращенных методом жидкофазной эпитаксии на подложках p - $\text{Pb}_{0,8}\text{Sn}_{0,2}\text{Te}$ (100). Толщина этих слоев составляла $8\text{--}50$ мкм, плотность дислокаций в подложке — $(1\text{--}4) \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$. Эпитаксиальное наращивание проводили в атмосфере очищенного водорода при принудительном охлаждении раствора—расплава. Состав раствора—расплава рассчитывали в соответствии с данными работы [2]. Аппаратура и методика выращивания аналогичны описанным в работе [3].

Распределение плотности дислокаций по толщине определялось при послойном травлении гетероструктур в смеси $\text{Br}_2 + \text{HBr}$ (скорость травления $\sim 0,7 \text{ мкм} \cdot \text{см}^{-1}$) и селективном травителе, содержащем насыщенный раствор KOH , глицерин и H_2O_2 (36%) в соотношении 13:3:1. Результаты измерений (рис.1) свидетельствуют что по толщине

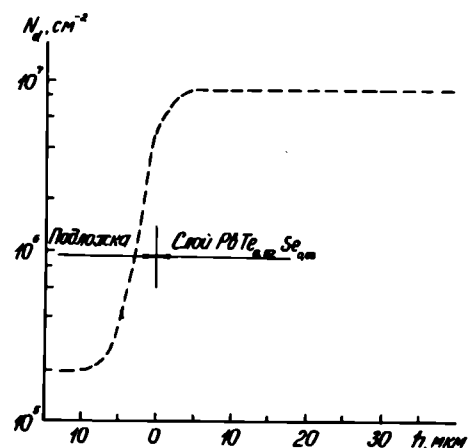


Рис. 1. Распределение плотности дислокаций по толщине гетероструктур $\text{Pb}_{0,8}\text{Sn}_{0,2}\text{Te}/\text{PbTe}_{0,92}\text{Se}_{0,08}$

не эпитаксиального слоя дислокаций распределены равномерно. Их плотность значительно превышает плотность дислокаций в подложке и составляет $(0,6 \dots 1,0) \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$ независимо от толщины выращиваемых слоев.

Учитывая, что эпитаксиальные слои $\text{PbTe}_{0,92}\text{Se}_{0,08}$ изопериодны материалу подложки $\text{Pb}_{0,8}\text{Sn}_{0,2}\text{Te}$ [4], возможной причиной генерации в гетероструктуре избыточных дислокаций может быть различие коэффициентов термического расширения материалов, образующих гетеропереход. Такое различие приводит к возникновению упругих напряжений вблизи гетерограницы при охлаждении выращенной структуры до комнатной температуры. Из-за высокой пластичности рассматриваемых материалов релаксация напряжений несоответствия осуществляется главным образом за счет образования ДН. По данным работы [1], максимальное рассогласование параметра кристаллических решеток в структуре $\text{Pb}_{0,8}\text{Sn}_{0,2}\text{Te}/\text{PbTe}_{0,92}\text{Se}_{0,08}$ при ее охлаждении от температуры выращивания слоя PbTeSe до комнатной составляет $\Delta a = 4 \cdot 10^{-4} \text{ нм}$. Можно оценить максимальную плотность дислокаций, которую следует ожидать при таком рассогласовании [5]:

$$N_d = 4N_L^2/m, \quad (1)$$

где $N_L = \Delta a/a^2$ — линейная плотность дислокаций; m — параметр, показывающий во сколько раз средняя длина ДН больше среднего расстояния между ними и зависящий от степени рассогласования параметров решеток. Для рассматриваемых гетероструктур ($\Delta a/a \approx 6 \cdot 10^{-4}$) этот параметр равен 100 [6]. Расчет по уравнению (1) дает величину $N_d \approx 4 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$, что несколько меньше экспериментальных значений (см. рис. 1).

Другой причиной возникновения избыточных дислокаций может быть изменение содержания селена по толщине эпитаксиальных слоев [7], что приводит к появлению градиента параметра кристаллической решетки.

Результаты исследования изменения параметра решетки по толщине эпитаксиальных слоев $\text{PbTe}_{1-x}\text{Se}_x$ (рис. 2) показывают, что наблюдаемая сегрегация селена связана с изменением его мольной доли в растворе-расплаве и, следовательно, получаемые эпитаксиальные слои не являются в строгом смысле слова изопериодными. Градиент величины x составил $\sim 0,11 \text{ мол.}\% \text{ PbSe}/\text{мкм}$. Плотность дислокаций, возникающих в эпитаксиальном слое за счет градиента состава, можно оценить из уравнения [5]:

$$N_d = \frac{2}{m} \cdot \frac{(a_{\text{PbTe}} - a_{\text{PbSe}})}{a^2} \text{grad } x.$$

Полученное значение $N_d = 1 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$ (при $m = 100$) находится в соответствии с экспериментально наблюдаемыми величинами N_d . Следует отметить, что из теории возникновения и распро-

странения ДН в эпитаксиальных слоях с градиентом состава, предложенной в работе [5], вытекает независимость значения N_d от толщины слоев

при постоянном градиенте состава, что также соответствует полученным результатам. Напротив, при генерации дислокаций вследствие различия параметров решетки плотность дислокаций вблизи гетерограницы максимальна и заметно убывает при удалении от нее [6]. Это обстоятельство и полученные численные оценки позволяют сделать вывод, что основной причиной возникновения дислокаций несоответствия в гетероструктурах $\text{Pb}_{0,8}\text{Sn}_{0,2}\text{Te}/\text{PbTe}_{0,92}\text{Se}_{0,08}$ является градиент параметра кристаллической решетки слоев $\text{PbTe}_{1-x}\text{Se}_x$, обусловленный изменением состава по толщине.

Для выяснения возможности устранения сегрегационного характера распределения селена построена математическая модель кристаллизации эпитаксиальных слоев $\text{PbTe}_{1-x}\text{Se}_x$ из растворов-расплавов, учитывающая диффузионный характер массопереноса в жидкой фазе. Моделирование проводили на ЭВМ с использованием численного метода, разбивая время процесса на малые интервалы и предполагая, что в течение каждого интервала массоперенос имеет стационарный характер. Состав раствора-расплава на фронте кристаллизации считали отвечающим точке ликвидуса, а соотношение между составами твердой и жидкой фаз — определяемым коэффициентом распределения селена. С учетом указанных допущений получена система расчетных уравнений:

$$\frac{C_i^0 - C_i}{G_i} \Delta C_i - \frac{1}{2} \left(\frac{C_i^0 - C_i}{G_i} \right)^2 \Delta G_i = D G_i \Delta t; \quad (2)$$

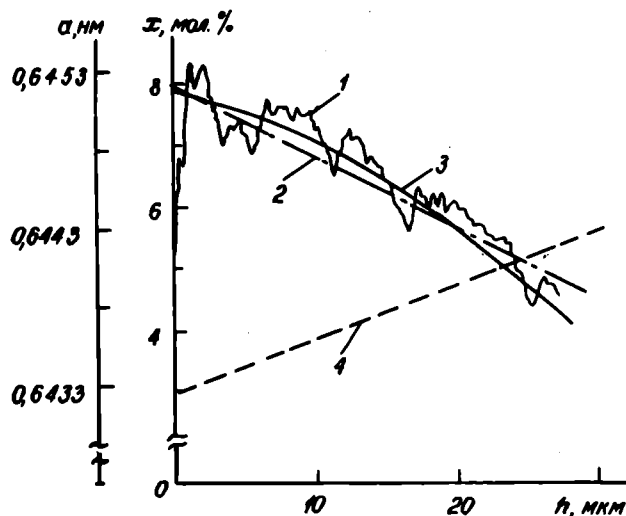


Рис. 2. Зависимости состава (кривые 1—3) и параметра кристаллической решетки (4) от толщины эпитаксиального слоя $\text{PbTe}_{1-x}\text{Se}_x$: 1 — экспериментальная кривая; 2 — расчет состава с использованием правила Вегарда по результатам измерений параметра решетки; 3 — расчет состава в рамках квазистационарной модели кристаллизации; уравнения (2)—(5); 4 — распределение параметра решетки

$$\Sigma \Delta C_i = \Delta F; \quad (3)$$

$$\frac{G_{Te} \Delta G_{Se}}{(G_{Se} + G_{Te})^2} - \frac{G_{Se} \Delta G_{Te}}{(G_{Se} + G_{Te})^2} - \frac{k_{Se}}{F} \Delta C_{Se} + \frac{k_{Se} \Delta F}{F^2} \cdot C_{Se} = 0, \quad (4)$$

где $i = Se, Te$; C_i^0 — исходные концентрации компонентов в расплаве; C_i, G_i — концентрации и градиенты концентраций в расплаве в момент времени t ; D — эффективный коэффициент взаимодиффузии; $F(t)$ — растворимость халькогенов в свинце; k_{Se} — коэффициент распределения селена.

Эта система линейна и замкнута относительно ΔC_i и ΔG_i ; зная значения C_i, G_i в некоторый момент времени, можно определить их приращение за определенный его интервал. Через некоторое время после начала роста диффузионный фронт достигает границы расплава и для последующего расчета вместо уравнений типа (2) следует использовать уравнения вида

$$-L \Delta C_i - L^2 \Delta G_i / 2 = D G_i \Delta t, \quad (5)$$

где L — толщина слоя раствора-расплава.

Скорость роста в каждый момент времени рассчитывалась из уравнения $v = D V^s \Sigma G_i$ (где V^s — объем моля твердого раствора). На значения концентраций компонентов накладывалось дополнительное условие, учитывающее критическое переохлаждение в объеме раствора-расплава и определяющее зависимость толщины эпитаксиальных слоев от высоты столба жидкой фазы.

Разработанная модель позволяет рассчитывать временные зависимости основных параметров процесса ЖФЭ: скорости роста, толщины и состава слоя. Численные расчеты указанных параметров соответствуют полученным экспериментально (см. рис. 2) и свидетельствуют об адекватности модели.

В результате проведенных исследований можно сделать вывод, что наблюдаемый градиент состава эпитаксиальных слоев $PbTe_{1-x}Se_x$ определяется коэффициентом распределения селена и диффузионными процессами в растворе-расплаве. В силу фундаментального характера причин, приводящих к изменению параметра решетки, добиться его стабилизации, оставаясь в рамках тройной системы $Pb-PbTe-PbSe$, без существенного усложнения технологии ЖФЭ нельзя. Перспективным может явиться легирование тройного твердого раствора примесным компонентом с таким расчетом, чтобы изменение концентрации селена компенсировалось соответствующим изменением концентрации примесного элемента, препятствуя

возникновению упругих напряжений в слое. Для этого примесь должна отвечать ряду требований: примесь не должна изменять тип проводимости слоя оптического фильтра; в образующемся четверном твердом растворе должен существовать состав, обеспечивающий получение слоя с неизменным по толщине параметром решетки; материал слоя такого состава должен обладать шириной запрещенной зоны, превышающей ширину запрещенной зоны активного слоя $Pb_{0,8}Sn_{0,2}Te$; характер примеси и способ ее введения должны быть совместимы с существующей технологией выращивания рассматриваемых гетерокомпозиций. Указанным требованиям отвечает олово.

Параметр кристаллической решетки четверного твердого раствора $Pb_{1-x}Sn_xTe_{1-y}Se_y$ может быть в соответствии с правилом Вегарда определен как

$$a_{PbSnTeSe} = (1-x)(1-y)a_{PbTe} + (1-x)y a_{PbSe} + (1-y)x a_{SnTe} + xy a_{SnSe}.$$

Для выявления необходимой концентрации олова была построена (в рамках допущений, принятых ранее при разработке модели кристаллизации твердых растворов $PbTeSe$) математическая модель кристаллизации твердого раствора $PbSnTeSe$. Массоперенос селена и теллура в расплаве описывался уравнениями (2) — (5), массоперенос олова — уравнениями:

$$-\frac{C_{Sn}^0 - C_{Sn}}{G_{Sn}} - \frac{1}{2} \left(\frac{C_{Sn}^0 - C_{Sn}}{G_{Sn}} \right)^2 \Delta G_{Sn} = D G_{Sn} \Delta t + v \Delta t (C_{Sn} - C_{Sn}^0), \quad (6)$$

$$\left[V^s - \frac{k_{Sn}}{\left(\frac{1}{V^l} - F \right)} \right] \Delta C_{Sn} + \frac{(1 - V^s F)}{G_{Se} + G_{Te}} \Delta G_{Sn} = \frac{k_{Sn} \Delta F C_{Sn}}{\left(\frac{1}{V^l} - F \right)^2} + \frac{G_{Sn} (1 - V^s F)}{G_{Se} + G_{Te}} (\Delta G_{Se} + \Delta G_{Te}) + \frac{V^s \Delta F}{G_{Se} + G_{Te}} G_{Sn}, \quad (7)$$

где V^l — объем моля раствора-расплава; k_{Sn} — коэффициент распределения олова.

Разработанная модель позволяет оценить изменение параметра решетки по толщине слоя и на основании этого выбрать оптимальный состав. Расчет показывает, что минимальный градиент параметра решетки должен иметь слой, состав которого близок к $Pb_{0,94}Sn_{0,06}Te_{0,95}Se_{0,05}$.

На подложках $Pb_{0,94}Sn_{0,06}Te$ были выращены эпитаксиальные слои $Pb_{0,94}Sn_{0,06}Te_{0,95}Se_{0,05}$. В результате металлографических исследований установлено, что величина N_d в этих слоях не превышает $1 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$. Это позволяет предположить, что возникновение избыточных дислокаций в данном случае связано с различием КТР подложки и слоя, а не с градиентом параметра решетки.

Методом ЖФЭ получены фотодиодные гетеропереходы $p-Pb_{0,94}Sn_{0,06}Te/n-Pb_{0,94}Sn_{0,06}Te_{0,95}Se_{0,05}$ и исследованы их оптоэлектрические характеристики. На гетероструктурах формировались фотодиодные меза-элементы площадью $1,35 \cdot 10^{-3} \text{ см}^2$. Спектральные характеристики элементов, измеренные при 77 К (рис. 3), имеют максимум, соответствующий длинам волн 8,5...9 мкм. Коротковолновая граница чувствительности (6,5...7 мкм) соответствует собственному поглощению слоя оптического фильтра $Pb_{1-x}Sn_xTe_{1-y}Se_y$ и по сравнению с гетеропереходами $p-Pb_{0,94}Sn_{0,06}Te/n-PbTe_{0,92}Se_{0,08}$

сдвинута в сторону больших длин волн. В области 9...11,5 мкм чувствительность плавно снижается и на длинах 10...10,5 мкм составляет 80...90% от максимальной. ВФХ всех исследованных элементов подчиняются зависимости $C^{-2} = f(V_k - V)$, характерной для резких $p-n$ -переходов. Эффективная концентрация носителей в гетеропереходе не превышает $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$. Оцененная из спектральной и вольт-фарадной характеристик контактная разность потенциалов составляет ~0,12 В. ВАХ всех диодных элементов при прямых смещениях $U \leq 0,1 \text{ В}$ подчиняются зависимости $J \sim \exp(qU/\beta kT)$, где U — приложенное к $p-n$ -

переходу смещение; β — коэффициент, отражающий соотношение между диффузионным током ($\beta = 1$) и током, обусловленным рекомбинацией в области пространственного заряда $p-n$ -перехода ($\beta = 2$). Значения коэффициента β находятся в пределах 1,5...1,9, что свидетельствует о преобладании рекомбинационного тока. Обратные ветви ВАХ при смещениях $|U| \geq 0,03 \text{ В}$ близки к степенной зависимости вида $J \sim (V_k + |V|)^n$ с показателем $n = 1...2,5$ и могут быть описаны в рамках модели многоступенчатого туннелирования валентных электронов по состояниям дефектов кристаллической структуры в запрещенной зоне [8]. Энергия активации температурной зависимости обратного тока при $|U| \leq 0,025 \text{ В}$ составила 45...50 мэВ, что в предположении генерационно-рекомбинационного механизма токопереноса дает значения ширины запрещенной зоны ~0,09...0,1 эВ. Принимая $dEg/dT = 4 \cdot 10^{-4} \text{ эВ} \cdot \text{град}^{-1}$ [9], для $T = 77 \text{ К}$ получаем $Eg = 0,12...0,13 \text{ эВ}$, что согласуется с результатами спектральных измерений.

Величина R_0A гетеропереходов с широкозонным окном $Pb_{0,94}Sn_{0,06}Te_{0,95}Se_{0,05}$ находилась в пределах 0,2...0,5 Ом·см², что превышает значения этого параметра для гетеропереходов $p-Pb_{0,94}Sn_{0,06}Te/n-PbTe_{0,92}Se_{0,08}$ (0,15...0,3 Ом·см²), выращиваемых в аналогичных условиях.

ЛИТЕРАТУРА

1. Lattice matching and thermal expansion in the Pb—Sn—Te system/Y. Sternberg, N. Yellin, S. Cohen, L. Ben Dor.— J. Sol. St. Chem., 1982, vol. 43, N 3, p. 364—367.
2. Исследование фазовой диаграммы системы Pb—PbTe—PbSe/В.В. Крапухин, И.А. Соколов, И.Я. Цвейбак и др.— ЖФХ, 1984, т. 58, № 9, с. 2370—2372.
3. Выращивание эпитаксиальных слоев твердых растворов $Pb_{1-x}Sn_xTe$ и гетероструктур $Pb_{1-x}Sn_xTe/Pb_{1-x}Sn_xTe$ кристаллизацией из растворов-расплавов/В.В. Крапухин, И.А. Соколов, И.Я. Цвейбак и др.— Электронная техника. Сер. 6. Материалы, 1983, № 9, с. 54—56.
4. Kasemset D., Rotter S., Fonstad C.G. Liquid phase epitaxy of PbTeSe lattice matched to PbSnTe.— J. Electron. Mater., 1981, vol. 10, N 5, p. 863—878.
5. Dislocation morphology in graded heterojunctions: GaAs_{1-x}P_x/M.S. Abrahams, L.R. Weisberg, C.J. Buicchi, J. Blanc.— J. Material Sci., 1969, vol. 4, p. 223—235.
6. Tamari N., Shtrikman H. Dislocation etch pits in LPE-grown $Pb_{1-x}Sn_xTe$ (LTT) heterostructures.— J. Appl. Phys., 1979, vol. 50, N 9, p. 5736—5741.
7. Распределение Se в эпитаксиальных слоях твердых растворов $Pb_{1-x}Sn_xTe$ /А.Ю. Якимчук, И.Я. Цвейбак, И.А. Соколов, В.В. Крапухин.— Изв. АН СССР. Сер. Неорг. материалы, 1986, т. 22, № 10, с. 1638—1641.
8. Riben A.R., Feucht D.L. Electrical transport in nGe—pGaAs heterojunctions.— Intern. J. of Electronics, 1966, vol. 20, N 6, p. 583—599.
9. Harman T.C., Melngailis I. Narrow gap semiconductors.— Appl. Solid State Sci, 1974, vol. 4, p. 1—94.

Статья поступила 24 марта 1987 г.

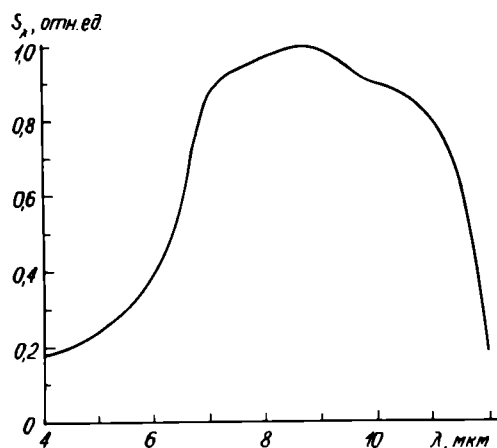


Рис. 3. Спектральная характеристика гетероперехода $p-Pb_{0,94}Sn_{0,06}Te/n-Pb_{1-x}Sn_xTe_{1-y}Se_y$

ИЗМЕРЕНИЯ И КОНТРОЛЬНО-ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ АППАРАТУРА

УДК 621.317.799:621.315.592

В.В.Батавин, А.В.Войналович,
Н.В.Жаворонков**ПРИБОР ДЛЯ ВИЗУАЛИЗАЦИИ
ПОВЕРХНОСТНЫХ
СТРУКТУРНЫХ ДЕФЕКТОВ
И ЗАГРЯЗНЕНИЙ**

Производственный контроль качества обработки и чистоты поверхности полупроводниковых платин основывается на визуальных методах, крайне трудоемких и субъективных. Устранить субъективные факторы и повысить качество контроля позволяет применение электронно-оптического преобразователя в качестве усили-

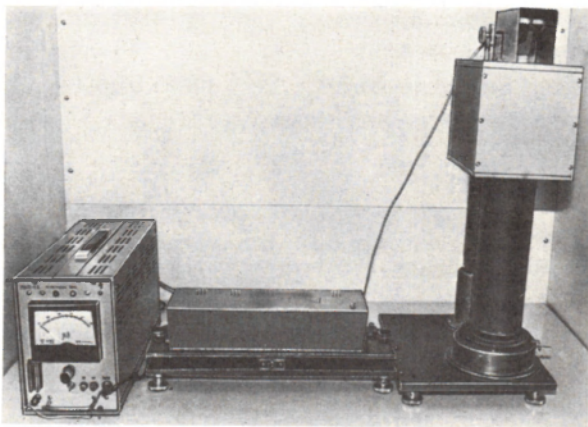


Рис. 1. Внешний вид установки

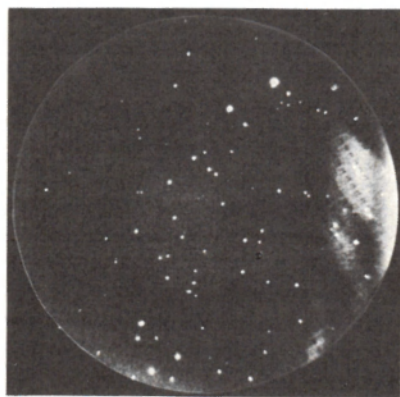


Рис. 2. Точечные дефекты на поверхности кремниевой эпитаксиальной структуры со скрытым слоем

теля яркости в составе прибора для визуализации поверхностных структурных дефектов и загрязнений. Это прибор (рис. 1) включает в себя поворотный предметный столик, объектив, электронно-оптический преобразователь с микроканальным усилением ПМУ-2В с коэффициентом преобразования на длине волны 0,45 мкм не менее 10^4 .

Изображение поверхности структуры наблюдается с экрана электронно-оптического преобразователя или выводится на телеэкран установки МТУ-1. Освещение исследуемой поверхности осуществляется различными способами — в зависимости от типа дефектов, подлежащих идентификации. Так, светящиеся точки, различные виды матовости, риски (в том числе и исчезающие) на поверхности полированных подложек полупроводниковых материалов и дефекты упаковки на эпитаксиальных структурах эффективно выявляются при освещении коллимированным пучком полихроматического света под углом $5...15^\circ$ к поверхности образца, а частицы пыли на исходных подложках и на поверхностях структур с топологическим рельефом — при освещении поверхности пластины развернутым в плоскости лучом лазера под малым ($0,5...2^\circ$) углом к поверхности. Развертка луча лазера производится цилиндрическим зеркалом или линзой.

Прибор обеспечивает наблюдение всех видов дефектов и загрязнений, требующих контроля в полупроводниковом производстве (рис. 2). Принцип визуализации поверхностных дефектов и загрязнений, заложенный в конструкцию прибора, дает возможность автоматизировать процесс контроля путем применения систем анализа изображения.

ЛИТЕРАТУРА

- Steigmeier E.F., Andersset H. Elastic light scattering techniques for semiconductor technology.— RCA Review, 1985, vol. 46, p. 3—18.
- Steigmeier E.F., Andersset H. Structural perfection testing of films and wafers by means of optical scanner.— J. Electrochem. Soc., 1984, vol. 131, N 7, p. 1693—1699.
- Automated Defect Detection System.— Solid State Technology, 1985, N 8, p. 89—90.
- Steigmeier E.F., Andersset H. Optical Scanner for Dust and Defect Detection.— RCA Review, 1983, vol. 44, N 1, p. 5—18.
- Surface Defects and Contamination.— Solid State Technology, 1985, N 2, p. 60.

Статья поступила 4 декабря 1986 г.

УДК 621.383.8

Н.В.Бершова, Г.П.Караева,
И.И.Манько, Г.К.Селиванов**ПОЗИТИВНО-НЕГАТИВНЫЕ
ФОТОРЕЗИСТЫ ДЛЯ ИНВЕРСНОЙ
ФОТОЛИТОГРАФИИ**

Композиции позитивно-негативных фоторезистов на основе эфиров нафтохинондиазида и фенольных смол с добавками гексаметилентетрамина в зависимости от режимов термообработки и экспонирования обеспечивают получение либо позитивного, либо негативного рельефного изображения. По качеству воспроизводимого рисунка инверсный процесс не уступает позитивному, но более критичен к режимам экспонирования и термообработки.

Современная технология изготовления БИС и СБИС базируется практически полностью на позитивных фоторезистах (ФР) на основе нафтохинондиазидов (о-НХДА). Это связано с оптимальным сочетанием в них высокой чувствительности к экспонирующему излучению с хорошей разрешающей способностью и устойчивостью при жидкостном и вакуумно-плазменном травлении технологических слоев. Кроме того, воднощелочные проявители для позитивных фоторезистов не обладают токсичностью в такой мере, как органические проявители для негативных ФР. Указанные преимущества обуславливают применение позитивных ФР на всех этапах процесса изготовления БИС. Однако с практической точки зрения ряд фотолитографических этапов (вскрытие контактных окон, разводку и др.) выгоднее осуществлять с помощью негативных ФР. При этом значительно упрощается визуальное совмещение, а также изготовление эталонных фотошаблонов.

Отсутствие в настоящее время равноценных позитивным — по разрешающей способности — негативных ФР стимулировало работы по исследованию процессов инверсной фотолитографии, т.е. процессов получения обращенного (негативного) изображения на ФР на основе о-НХДА. В известных из работ [1...3] составах позитивно-негативных фоторезистов (ПНФ) для усиления инверсии изображения используются добавки третичных или четвертичных аминов.

Для исследования закономерности формирования обращенного изображения на ПНФ были

приготовлены композиции на основе дисульфозифира НХДА с триоксисбензофеноном (ДНТ) и фенольных смол СФ-141 с добавками для обращения гексаметилентетрамина (ГМТА). В качестве растворителя использовался диметиловый эфир диэтиленгликоля. Составы исследуемых композиций приведены в табл. 1.

Пленки ПНФ толщиной 0,8...1,0 мкм формировали способом центрифугирования на подложках кремния. Термообработка проводилась в сушильном шкафу «Электродело». Пластины экспонировались на установке с лампой ДРШ-500 при освещенности $52 \cdot 10^3$ лк через стеклянные фотошаблоны с минимальными размерами тестовых элементов 2 мкм. Толщина пленок измерялась на микроинтерферометре Линника МИИ-4, УФ-спектры поглощения пленок снимались на спектрофотометре СФ-18.

Проявителем для ПНФ служил водный раствор КОН с массовым содержанием 0,6...3%. При этом применение ПНФ в обычном маршруте для позитивных ФР позволяет получать качественное позитивное изображение, а в маршруте инверсной фотолитографии — негативное.

Качество получаемого негативного изображения оценивалось по характеру проработки рисунка тест-шаблона и по фактору селективности V_R , определяемому как

$$V_R = \tau_{np} / \tau_0,$$

где τ_{np} — время растворения в проявителе участков пленки ПНФ, подвергнутых полному циклу термообработок и экспонирования (рис. 1); τ_0 — время растворения в проявителе участков пленки ПНФ, прошедших цикл инверсной фотолитографии (без локального экспонирования).

Из зависимостей фактора селективности от условий процесса инверсной фотолитографии (рис. 2—5) видно, что величина V_R сильно зависит от дозы D_A локального экспонирования, режимов второй термообработки и концентрации

Таблица 1

| Композиция | Массовое содержание ДНТ, % | Массовое содержание смолы, % | Массовое содержание ГМТА, % |
|------------|----------------------------|------------------------------|-----------------------------|
| А | 20 | 10 | 1 |
| Б | 20 | 10 | 0,5 |
| В | 20 | 10 | — |
| Г | — | 20 | 1 |
| Д | — | 20 | 0,5 |
| Е | — | 20 | — |

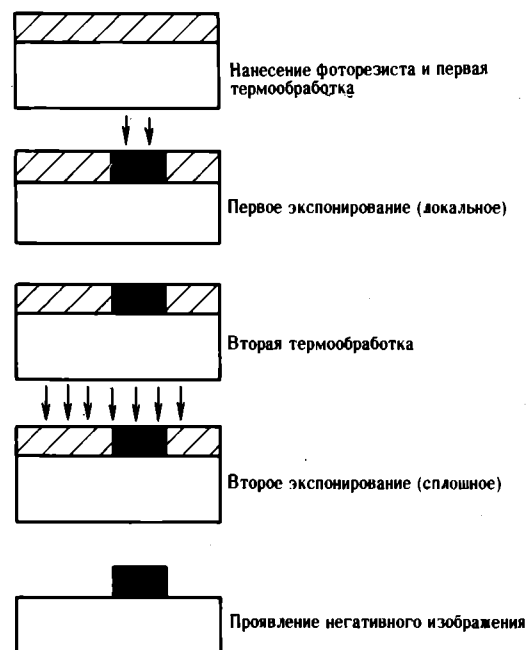


Рис. 1. Схема инверсной фотолитографии

проявителя и в гораздо меньшей степени — от дозы D_c , полученной при сплошном экспонировании. Причем для формирования устойчивого негативного изображения доза D_c должна быть как минимум в 1,5 раза больше, чем при получении позитивного изображения. Последнее, по-видимому, связано с более высоким поглощением ПНФ в УФ-области.

Процесс инверсной фотолитографии достаточно критичен к условиям второй термообработки и проявления. Максимальные значения V_R приходится на относительно узкий диапазон температур. При этом фактор селективности V_R при концентрациях проявителя 1,5...3% КОН оказывается недостаточно высоким для получения качественного рисунка. Снижение концентрации проявителя влечет за собой увеличение V_R , но фотолитографическая ширина процесса уменьшается, так как растворимость участков, подвергнутых только второму экспонированию, сильно зависит от температур второй термообработки. Время растворения t_p и величина V_R существенно зависят от условий хранения пластин между операциями первого экспонирования и второй термообработки (табл. 2).

Таблица 2

Зависимость времени растворения пленки ПНФ в 0,6% КОН от условий межоперационного хранения между первым экспонированием и второй термообработкой (20 мин)

| Время первого экспонирования, с | Температура второй термообработки, °C | Время растворения пленки ПНФ | | |
|---------------------------------|---------------------------------------|------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|
| | | Без хранения | После хранения в течение 2 сут. | |
| | | | в сухой атмосфере | во влажной атмосфере |
| 0 20 50 | 110 | 7 с 12 мин 12 ч | 6 с 16 мин 12 ч | 5 с 6 мин 30 мин |
| 0 20 50 | 120 | 40 с 5 ч 12 ч | 35 с 5 ч 10 мин 12 ч | 20 с 2 ч 10 мин 3 ч 16 мин |
| 0 20 | 125 | 6...7 мин 12 ч | 6 мин 12 ч | 6 мин 12 ч |

Таблица 3

Зависимость времени растворения пленок смолы СФ-141 в проявителе 0,6% КОН от режима сушки

| Режим сушки (20 м), °C | Время растворения пленки | | |
|------------------------|--------------------------|-----------------|-----------------|
| | из композиции Е | из композиции Д | из композиции Г |
| 90 | 45 с | — | 1 мин |
| 120 | — | 60 с | 1 мин 30 с |
| 150 | 60 с | 2 мин 15 с | 5 мин 40 с |

Полученные экспериментальные данные позволяют высказать некоторые предположения о механизме формирования негативного изображения на ПНФ. (Кратко этот вопрос рассматривался в работах [4, 5]).

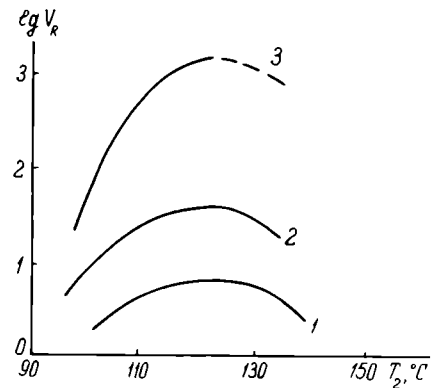


Рис. 2. Зависимость фактора селективности от температуры второй термообработки (20 мин) для композиции А после проявления в КОН различной концентрации: 1 — 3% ; 2 — 1,5% ; 3 — 0,6%

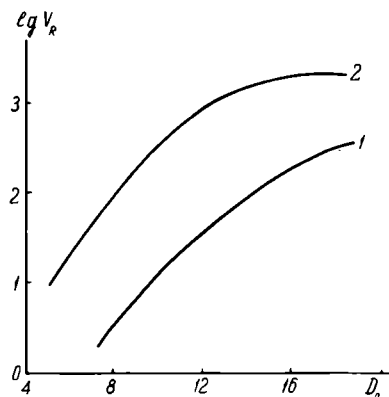


Рис. 3. Зависимость фактора селективности от дозы локального экспонирования при температурах второй термообработки (20 мин): 1 — 100 °C; 2 — 120 °C

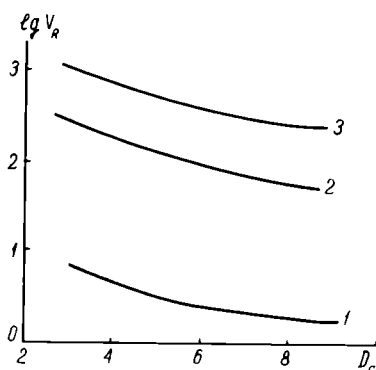


Рис. 4. Зависимость фактора селективности от дозы сплошного экспонирования для композиции А при различных режимах второй термообработки: 1 — 100 °C (20 мин); 2 — 110 °C (10 мин); 3 — 110 °C (20 мин)

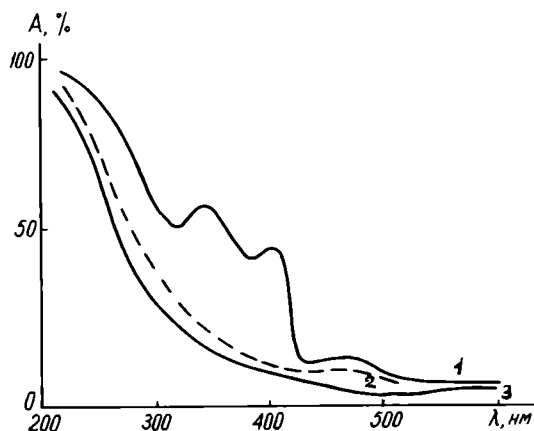


Рис. 5. УФ-спектр пленки ПНФ: композиция А 1 — до экспонирования; 2 — после экспонирования; 3 — после термообработки 150°C; 30 мин (композиции А и В)

В УФ-спектре поглощения пленки ПНФ по сравнению со спектром обычного позитивного ФР появляется новая широкая, но не очень интенсивная полоса в области 450...550 нм, которая может быть отнесена к образуемому в растворе и сохраняющемуся в пленке комплексу ДНТ с ГМТА. О возможности образования такого комплекса с переносом заряда о-ХНДА с аминсоединениями сообщалось в литературе [6].

Экспериментально установлено, что после экспонирования интенсивность полосы в области 450...550 нм уменьшается незначительно, однако после длительного нагревания до температур 120...125°C она практически исчезает из спектра как экспонированных, так и неэкспонированных пленок ПНФ. Это показывает, что формирование инверсного рельефного изображения проходит через стадию образования термически нестойкого комплекса ДНТ с ГМТА, который, разлагаясь при повышенных температурах, взаимодействует со смолами, давая труднорастворимые продукты.

Таким образом, применяя различные маршруты фотолитографической обработки, на ПНФ может быть получено либо позитивное, либо негативное рельефное изображение. Инверсный процесс фотолитографии более критичен к режимам обработки, чем позитивный. Качество получаемого негативного изображения в основном определяется режимами локального экспонирования и второй термообработки.

ЛИТЕРАТУРА

1. Пат. 4.196.003 (США).
2. Пат. 1.492.620 (Великобритания).
3. Пат. 4.007.047 (США).
4. Larry M. Image reversal technique with standard positive photoresist.— SPIE, Advances in Resist Technology, 1984, vol. 469, p. 189—193.
5. Alling E., Stauffer C. Image reversal of positive photoresist.— SPIE, Advances in Resist Technology, 1985, vol. 539, p. 194—218.
6. Калибачук В.А. Фотолит замещенных о-НХДА в присутствии аминов.— ЖФХ, 1978, 52, № 1, с. 113.
7. Pocsansky J. Photochemical decomposition mechanism for AZ-type photoresist.— IBM J of Research and Devel, 1979, vol. 23, N 1, p. 42—45.
8. Лосев И.П., Тростянская Е.Б. Химия синтетических полимеров.— М.: Химия, 1973, с. 436.

Статья поступила 4 декабря 1986 г.

УДК 621.315.616.97

Н.П.Газоева, В.П.Дегавцова, К.И.Ильина,
В.Д.Лобков, Л.А.Митрофанов,
Ю.П.Сергиенко

КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКИЕ ПОЛИМЕРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ЗАЩИТЫ ВЫСОКОВОЛЬТНЫХ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ПРИБОРОВ

Использование кремнийорганических эластичных термостойких компаундов марок КЭТ-1, КЭТ-2, КЭТ-2Н, КЭН-1С для защиты полупроводниковых приборов позволяет повысить стабильность их параметров при высоких температурах эксплуатации, надежность и долговечность, увеличить выход годных изделий.

Кремнийорганические материалы марок КЛТ-30, 159-167, 139-40 из-за ряда недостатков, в частности невысокой степени чистоты, наличия компонентов ионогенного характера и ограниченного диапазона рабочих температур, не могут быть использованы для защиты мощных высоковольтных приборов. Для герметизации этих приборов требуются материалы с ограниченным количеством примесей металлов, высокими электроизоляционными и влагозащитными свойствами и выдерживающие продолжительное воздействие температуры 250°C и кратковременное температур 350...400°C. Важнейшим требованием является также их эластичность и ее стабильность при низких температурах (—60...—80°C) [1].

В соответствии с предъявленными требованиями разработаны кремнийорганические компаунды марок КЭТ-1, КЭТ-2, КЭТ-2Н, КЭН-1С (см. таблицу).

Материалы изготавливают на основе низкомолекулярных силоксановых каучуков высокой степени чистоты: КЭТ-1 — на основе каучука СКТН (α, ω-диоксиполидиметилсилоксана), КЭТ-2, КЭТ-2Н и КЭН-1С — на основе каучука СКТН2Ф-6 (α, ω-диоксиполидиметилдифенилсилоксана). Компаунд КЭТ-2Н относится к наполненным материалам.

Высокие защитные свойства компаундов марок КЭТ и КЭН-1С, их устойчивость к термо- и термоокислительной деструкции достигнуты благодаря использованию металло- и металлофосфоркремнийорганических олигомерных термостабилизаторов, катализаторов вулканизации неионогенного характера, а также высочистых каучуков, так как микропримеси в силоксановых каучуках с концевыми силанольными группами катализируют процессы термодеструкции [2]. Применение новых кремнийорганических олигомерных термостабилизаторов и катализаторов поликонденсационной вулканизации позволило также решить вопрос совместности их с кремнийорганической полимерной основой [3].

Компаунды КЭТ-2Н и КЭН-1С благодаря использованию фенилсодержащего силоксанового каучука обладают более высокой термо- и морозостойкостью: фенильные радикалы в боковой цепи полиорганосилоксана снижая

Технологические, защитные и эксплуатационные свойства компаундов марок КЭТ и КЭН-1С

| Параметры | КЭТ-1 | КЭТ-2 | КЭТ-2Н | КЭН-1С |
|---|--|--|--|--|
| Диапазон рабочих температур, °С | -70...+250 | -80...+250 | -80...+250 | -80...+250 |
| Содержание, % Na K | 5 · 10 ⁻⁴ 4 · 10 ⁻⁴ | 2 · 10 ⁻⁴ 2 · 10 ⁻⁴ | 5 · 10 ⁻⁴ 3 · 10 ⁻⁴ | 3 · 10 ⁻⁴ 3 · 10 ⁻⁴ |
| Жизнеспособность при температуре (25 ± 10)°С, ч | 2 | 2 | 2 | 2,5 |
| Вязкость по вискозиметру ВЗ-1 при температуре (20 ± 0,5)°С, с | 100—240 | 100—240 | 150—300 | — |
| Режимы отверждения, °С(ч) | 25 ± 10(20) 110(2) 150(10) | 25 ± 10(20) 110(2) 150(10) | 25 ± 10(20) 110(2) 150(10) | 100(3) |
| Механические внутренние напряжения при температуре -80°С, МПа | 1 | 0,4 | 0,4 | 0,5 |
| Удельное объемное электрическое сопротивление, Ом · см, при температуре | | | | |
| 25 ± 10°С | 3 · 10 ¹⁵ | 2 · 10 ¹⁵ | 3 · 10 ¹⁵ | 1 · 10 ¹⁵ |
| 200°С | 1 · 10 ¹³ | 1 · 10 ¹³ | 2 · 10 ¹³ | — |
| 250°С | 3 · 10 ¹² | 3 · 10 ¹² | 2 · 10 ¹³ | — |
| 300°С | 2 · 10 ¹¹ | 8 · 10 ¹¹ | 1 · 10 ¹³ | — |
| Тангенс угла диэлектрических потерь на частоте 10 ⁶ Гц при температуре (25 ± 10)°С | 5 · 10 ⁻⁴ ... 1 · 10 ⁻³ | 5 · 10 ⁻⁴ ... 1 · 10 ⁻³ | 2 · 10 ⁻³ ... 2 · 10 ⁻² | 6 · 10 ⁻⁴ |
| Диэлектрическая проницаемость на частоте 10 ⁶ Гц при температуре (25 ± 10)°С | 3,0...3,5 | 3,0...3,5 | 3,5...4,0 | 3,0...3,5 |
| Электрическая прочность, кВ/мм | 25...30 | 34...40 | 25...29 | 25 |
| Водопоглощение, % | | | | |
| после 1 сут. | 0,04 | 0,03 | 0,08 | Отсутств. |
| после 7 сут. | 0,08 | 0,06 | 0,14 | — « — |
| Коэффициент влагопроницаемости, кг/м · с · Па | 1 · 10 ⁻¹³ | 1 · 10 ⁻¹³ | 1,4 · 10 ⁻¹³ | 1,2 · 10 ⁻¹¹ |
| Адгезия (предел прочности при сдвиге), МПа | | | | |
| к алюминию | 1...1,2 | 1...1,2 | 1...1,3 | 0,9...1,0 |
| к меди | 0,8...1 | 0,8...1 | 0,7...0,9 | — |
| к стали | 0,8...0,9 | 0,8...0,9 | 0,8...0,9 | — |

температуру кристаллизации каучука, повышают его морозостойкость [4, 5]; одновременно система сопряженных связей ароматического радикала, обладая способностью поглощать избыточную энергию, стабилизирует силоксан при повышенных температурах. Все компаунды поставляются в комплекте из двух компонентов — основы и отвердителя в соответствии с отраслевыми техническими условиями: БУ0.028.047 ТУ — для компаундов марок КЭТ и БУ0.028.055 для компаунда КЭН-1С.

При герметизации приборов компаундом КЭТ-2Н требуется применение дополнительного подслоя — адгезива, поскольку введение в систему компаунда наполнителей (за исключением активных), как правило, приводит

к снижению адгезионных характеристик. Этот компаунд применяют в совокупности с подслоем КА (БУ0.028.066 ТУ). Компаунды марок КЭТ используют обычно для защиты выпрямительных диодов с диапазоном рабочих температур от -60 до 150°С, умножительных диодов, диодных тиристоров и диодов с барьером Шотки.

Использование компаундов марок КЭТ и КЭН-1С для защиты *p-n*-переходов высоковольтных приборов обеспечивает повышение стабильности их параметров, снижение токов утечки при высоких температурах, улучшение эксплуатационных характеристик приборов, повышение их надежности и долговечности. Выход годных изделий увеличивается на 23...30%.

Применение рассмотренных эластичных кремнийорганических материалов повышенной термостойкости для защиты полупроводниковых приборов позволяет также повысить диапазон их рабочих температур, открывает новые возможности в области усовершенствования конструкции и создания более мощных высоковольтных приборов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Долгов О.Н., Воронков М.Г., Гринблат М.П. Кремнийорганические жидкие каучуки и материалы на их основе. — Л., Химия, 1975, с. 95—97.
2. Термическая стабилизация кремнийорганических полимеров: Обзорная информация. — Сер. Элементорганические соединения и их применение. — М., НИИТЭХИМ, 1984, с. 3—15.
3. Исследование эффективности действия полиметаллфосфорсилоксановых олигомерных термостабилизаторов при термической и термоокислительной деструкции полидиметилсилоксана: Всесоюзный научно-исследовательский институт синтетического каучука им. С.В.Лебедева. № Гос. рег. 78041829. — Ленинград, 1980, с. 28—35.
4. Соболевский М.В., Музовская О.А., Попелева Г.С. Свойства и области применения кремнийорганических продуктов. — М., Химия, 1975, с. 48—50.
5. Разработка и исследование свойств высокотемпературных электроизоляционных материалов на основе полиорганосилоксанов: Московский химико-технологический институт им. Д.И.Менделеева. № Гос. рег. 74060750. — М., 1977, с. 17—20.

Статья поступила 19 февраля 1987 г.

УДК 621.395.623.32

Е.П.Вишнякова, Е.М.Куприна,
Г.И.Лапинский, В.Е.Редина**МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ МЕМБРАН
ИЗОДИНАМИЧЕСКИХ
ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ**

Тонкопленочные фольгированные диэлектрики ФДЛ-А и ФДИ-А-20 для мембран электроакустических изодинамических преобразователей позволили организовать производство отечественных высококачественных стереотелефонов типа «Электроника ТАС-5», «Амфитон ТАС-7» и высокочастотных головок 10 ГИ-1 акустической системы 25 АС-027 категории «Hi-Fi».

Создание малогабаритной и высококачественной бытовой электроакустической аппаратуры связано с обеспечением максимальной точности воспроизведения речевых и музыкальных программ. Одно из наиболее перспективных направлений в звукотехнике — разработка электроакустических изодинамических преобразователей категории «Hi-Fi», звукоизлучающим элементом которых является эластичная мембрана, помещенная в магнитном поле параллельных постоянных магнитов [1]. Такая мембрана конструктивно представляет собой двух- или трехслойную структуру, состоящую из диэлектрика и электропроводящего слоя (нанесенного методом напыления, гальванического осаждения и др.) или диэлектрика, склеенного с металлической фольгой методом дублирования, который наиболее рентабелен и доступен по технологическим соображениям.

Требования, предъявляемые к фольгированным диэлектрикам для акустических систем, обусловлены технологией производства печатных элементов и условиями их эксплуатации. Пленочная основа, выполняющая роль диэлектрического звуковоспроизводящего элемента, должна быть химически устойчивой к агентам, воздействующим на нее при изготовлении печатных элементов методом фотолитографии, иметь хорошие диэлектрические свойства, быть прочной, легкой, эластичной.

Снижение инерционности мембраны при ее колебаниях в магнитном поле акустического преобразователя может быть достигнуто за счет применения (в качестве токопроводящего покрытия) фольги из легкого гибкого металла, имеющего хорошую коррозионную стойкость к климатическим воздействиям. Ввиду повышенных требований к точности электрического сопротивления катушки, формируемой на поверхности диэлектрической мембраны, разнотолщинность такого металла должна быть не более $\pm 10\%$, что может быть обеспечено только использованием катаной фольги. Вышеназванным требованиям удовлетворяют фольгированные материалы ФДЛ-А и ФДИ-А-20.

Фольгированный материал ФДЛ-А представляет собой лавсановую пленку марки ПЭТ-КЭ толщиной 8 мкм, покрытую с одной стороны алюминиевой фольгой А-5Т толщиной 10...14 мкм. Пленка и фольга соединены термопластичным адгезивом толщиной 5 мкм.

В зависимости от условий экспонирования и травления металла на диэлектрике ФДЛ-А можно получать методом фотолитографии с высокой точностью рисунки проводящей ка-

**Механические и электрические
свойства ФДЛ-А**

| | |
|---|----------------------------|
| Разрушающее напряжение при разрыве, МПа | |
| вдоль | 9000...11000 |
| поперек | 9000...11000 |
| Прочность сцепления пленки с фольгой, мН/см | |
| в исходном состоянии | 3100...4500 |
| после воздействия относительной | |
| влажности 98% при температуре 40°C | |
| в течение 48 ч | 3500...4300 |
| после воздействия температуры 50°C | |
| в течение 7 суток | 3200...4800 |
| Стойкость к воздействию двойных | |
| перегибов на угол 90° при радиусе | |
| закругления 1 мм, кол-во перегибов | более 1000 |
| Тангенс угла диэлектрических потерь .. | не более $1 \cdot 10^{-2}$ |
| Удельное объемное электрическое | |
| сопротивление, Ом·см | не менее $1 \cdot 10^{15}$ |
| Пробивное напряжение, кВ/мм | не менее 100 |
| Диапазон рабочих температур, °C | -10...50 |

тушки мембраны с шириной проводников от 50 до 100 мкм. Термомеханические свойства лавсановой пленки позволяют проводить термовакуумную или термомеханическую гофрировку мембран, за счет чего повышается КПД изодинамических преобразователей.

Конструкция стереофонических головных телефонов типа ТАС-5 на основе тонкопленочных мембран из ФДЛ-А обеспечивает максимальную естественность звучания. Характеристическая кривая не имеет провалов во всем диапазоне воспроизводимых частот (от 20 до $2 \cdot 10^4$ Гц) [2].

Расширение номенклатуры изодинамических преобразователей, обусловленное созданием высокочастотных головок для акустических систем высшего класса, потребовало разработки нового материала для изготовления мембран.

При испытаниях головок типа 10 ГИ-1 с сопротивлением катушки на паспортную мощность 30 Вт было установлено, что температура мембраны в зоне наибольшей концентрации проводников достигает $185 \pm 3^\circ\text{C}$. При этой температуре под действием частотных растягивающих колебаний лавсановая мембрана рвется, так как максимальная рабочая температура ПЭТ-пленок не превышает 155°C [3].

Для мембран ВЧ-преобразователей разработан безадгезивный лакофольговый материал ФДИ-А-20 с рабочей температурой не менее 200°C . В качестве электроизоляционной основы использована лаковая полиимидная пленка со степенью имидизации не менее 93% [4], обладающая высокой термостойкостью, хорошими диэлектрическими и физико-механическими свойствами. Мембраны из ФДИ-А-20 имеют меньшую массу вследствие меньшей массы полиимидной пленки (14 г/м^2) по сравнению с массой лавсановой пленки с адгезивом в ФДЛ-А (18 г/м^2). Все это ведет к расширению диапазона рабочих частот головок и увеличению их чувствительности.

Материал ФДИ-А-20 обладает высокой статической и динамической усталостной прочностью. Термообработка при температуре 200°C в течение 1000 ч не вызывает ощутимых изменений физико-механических и диэлектрических свойств этого материала, однако в лаковой пленке резко снижаются внутренние напряжения, что выражается в уменьшении усадки полиимида в 3 раза.

Использование ФДИ-А-20 в производстве мембран высокочастотных изодинамических пре-

Механические и электрические свойства
материала ФДИ-А-20

| | В исходном состоянии | После термообработки при температуре 200°C в течение 1000 ч |
|--|----------------------------|---|
| Разрушающее напряжение при разрыве, МПа | 8400...10000 | 9000...10000 |
| Относительное удлинение при разрыве, % | 9...15 | 9...16 |
| Стойкость к воздействию двойных перегибов на угол 90° при радиусе закругления 1 мм, кол-во перегибов | 2000 | 2000 |
| Тангенс угла диэлектрических потерь при частоте 10 ⁶ Гц | (6...9) · 10 ⁻³ | (7...9) · 10 ⁻³ |
| Удельное объемное электрическое сопротивление, Ом · см | (3...8) · 10 ¹⁵ | (1...3) · 10 ¹⁵ |
| Удельное поверхностное электрическое сопротивление, Ом | (1...8) · 10 ¹⁵ | (1...3) · 10 ¹⁵ |
| Усадка лаковой пленки после травливания фольги в водном растворе хлорного железа, % | 0,1...0,2 | 0,03...0,08 |

образователей позволило организовать серийный выпуск головок 10 ГИ-1 со следующими параметрами:

| | |
|---|------------|
| Диапазон воспроизводимых частот, кГц | 2,0...31,5 |
| Чувствительность, дБ | 87 |
| Паспортная мощность, Вт | 30 |
| Неравномерность частотной характеристики звукового давления, дБ | 6...8 |

Применение высокочастотного изодинамического преобразователя 10 ГИ-1 в акустической системе 25 АС-027 обусловило расширение диапазона воспроизводимых частот до 31,5 кГц и улучшение качества передачи высоких частот по сравнению с базовой акустической системой 35 АС-012 (S-90) и ее модификациями.

ЛИТЕРАТУРА

- Алдошина И.А., Войтвилло А.Г. Высококачественные акустические системы и излучатели. — М.: Радио и связь, 1985, с. 61—64.
- ГОСТ 24234—80. Пленка полиэтилентерефталатная. Технические условия.
- Газохроматографический метод определения степени имидизации полиимидных пленок/Б.И.Башков, С.Г.Гусенков, Н.М.Гайдарова, Г.И.Лапинский. — Электронная техника. Сер. 6. Материалы, 1980, вып. 4, с. 113—117.

Статья поступила 19 января 1987 г.

УДК 621.315.316.97:615.47

А.П.Акопов, Ю.А.Васильев, С.Г.Гагнева,
Р.Д.Джатиева, З.А.Дзгоева, А.М.Пойманов

ПОЛИМЕРЫ ДЛЯ ГЕРМЕТИЗАЦИИ ИМПЛАНТИРУЕМЫХ В ОРГАНИЗМ ИЗДЕЛИЙ МЕДИЦИНСКОЙ ТЕХНИКИ

Изделия медицинской техники, герметизируемые отвержденными полимерными композициями Ф-3 и Ф-14, не оказывают на живой организм вредного действия, что свидетельствует о возможности их имплантации.

Современный этап проектирования и производства изделий медицинской техники характеризуется широким применением полимерных материалов различного состава. Созданные для медицины компаунды марок ЭК (БГУО.037.056 ТУ) которые изготавливаются на основе эпоксидных диановых смол и отвердителей аминного типа, имеют высокие механические и электроизоляционные свойства, но малую жизнеспособность (25...30 мин). К тому же их полимеризация сопровождается большим выделением тепла и увеличением вязкости, в результате чего не всегда обеспечивается качественная герметизация изделий. С целью устранения этих недостатков при разработке новых компаундов

Таблица 1

| Наименование материала | Цветность по шкале Гарднера | Вязкость сСт | Содержание ОН-групп, % | Содержание эпоксидных групп, % | |
|---|---------------------------------|--------------|------------------------|--------------------------------|--------------|
| | | | | теоретическое | практическое |
| Олигоглицидиловый эфир дифенилолпропана | 1—2 | 1100—1500 | 1,3 | 25 | 24 |
| Диглицидиловый эфир D, α — камфорной кислоты | 1 | 400...500 | — | 28,8 | 26...27 |
| Диглицидиловый эфир метилтетрагидрофталевои кислоты | 1 | 400...500 | — | 27,5 | 26,5 |
| Диглицидиловый эфир дибромдифенилолпропана | По железобальтовой шкале 4(ЖКШ) | Густо-вязкий | — | 17,5 | 17,1 |
| Диглицидиловый эфир тетрахлордифенилолпропана | По ЖКШ 4 | — | — | 17 | 17,8 |
| Диглицидиловый эфир полиоксипропилендиола (лапрол) | По ЖКШ 2 | 2...6,5 | — | 4,5 | 4,5 |

были использованы высокочистые глицидиловые эфиры и жидкие ангидридные отвердители.

Таблица 2

| Физиологическая среда, выдержка в течение, сут. | Изменение массы, %, компаунда | | | | | | |
|---|-------------------------------|--------|--------|--------|---------|--------|---------|
| | Ф-3 | Ф-14 | ЭС-4 | ЭС-15 | ЭС-16 | ДК-17 | ДК-18 |
| Дистиллированная вода | | | | | | | |
| 30 | 0,6264 | 0,6717 | 1,4566 | 0,4585 | 1,3062 | 1,5384 | 1,4310 |
| 60 | 0,6320 | 0,7147 | 1,5350 | 1,5503 | 1,4393 | 1,6069 | 1,5139 |
| 120 | 0,6469 | 0,7994 | 1,5442 | 1,5861 | 1,5268 | 1,7807 | 1,5309 |
| 180 | 0,6593 | 0,7903 | 1,5580 | 1,6299 | 1,5539 | 1,8859 | 1,5567 |
| Раствор Рингера | | | | | | | |
| 30 | 0,6293 | 0,5787 | 4,5184 | 0,5527 | 1,6477 | 1,4938 | 1,2874 |
| 60 | 0,6558 | 0,5037 | 5,3201 | 0,5933 | 1,7667 | 1,5816 | 1,3801 |
| 120 | 0,6691 | 0,6187 | 4,3436 | 0,6112 | 1,8147 | 1,7197 | 1,4062 |
| 180 | 0,6672 | 0,6487 | 4,5151 | 0,6242 | — | 1,7644 | 1,4323 |
| Физиологический раствор | | | | | | | |
| 30 | 0,6651 | 0,5787 | 1,1519 | 1,3306 | 1,3829 | 1,4938 | 1,6318 |
| 60 | 0,6815 | 0,6037 | 1,2478 | 1,4204 | 1,4828 | 1,5816 | 1,7073 |
| 120 | 0,6842 | 0,6187 | 1,2704 | 1,4370 | 1,5077 | 1,7197 | 1,8189 |
| 180 | 0,6815 | 0,6487 | 1,2732 | 1,4670 | 1,5462 | 1,7644 | 1,9367 |
| Этиловый спирт | | | | | | | |
| 30 | 4,8512 | 1,2732 | 5,0299 | — | 7,3403 | — | 10,7201 |
| 60 | 5,4699 | 3,3844 | 5,7985 | — | 1,3070 | — | 10,5909 |
| 120 | 7,2040 | 3,7299 | 6,4789 | — | 12,8413 | — | 10,7966 |
| 180 | 7,4707 | 4,0956 | 6,7024 | — | 13,4162 | — | 10,8320 |

вого эфира дифенилолпропана, диглицидилового эфира метилтетрагидрофталево́й кислоты и отвердителей изо-МТГФА, МГГФА. Данные по влагостойкости этих составов приведены в табл. 2. Наибольшую влагостойкость имеют композиции Ф-3, Ф-14 — на основе олигоглицидилового эфира дифенилолпропана. Композиции на основе глицидилового эфира метилтетрагидрофталево́й и D, α-камфорной кислот (ЭС-4, ЭС-15, ЭС-16, ДК-17, ДК-18) уступают им по этому параметру. Этиловый спирт отрицательно воздействует на исследуемые композиции, что исключает обработку им образцов.

Были исследованы физико-механические и электроизоляционные свойства компаундов в исходном состоянии и после воздействия влаги, а также проведена санитарно-химическая оценка этих компаундов. Результаты (табл. 3) показали, что прочность композиций Ф-3, ЭС-15 и Ф-14 после выдержки в течение 48 ч в камере влаги (98%-ная относительная влажность, T=40°C) практически не меняется. Хотя после длительного (6 мес.) воздействия физиологической среды прочность всех композиций уменьшается, но все же остается на достаточно высоком уровне — 3...31 МПа. Электроизоляционные свойства всех композиций в условиях воздействия физиологической среды в течение различного времени меняются незначительно.

Одной из важнейших задач санитарно-химического исследования полимерных материалов медицинского назначения является определение количества органических веществ, попадающих в контактную среду. Поэтому при оценке водных вытяжек большое значение имеет исследование показателей, дающих представление о суммарном количестве вымываемых веществ*. Один из таких показателей — окисляемость вод-

Таблица 3

| Марка компаунда | Механическая прочность, МПа | | | | | | | Электроизоляционные свойства | | | | | | | | | | | |
|-----------------|-----------------------------|-------------------------------|--|------|------|------|------|------------------------------|-----|------------------------|--|-----|------------------------|----------------------|-----|------------------------|----------------------|-----|------------------------|
| | в исходном состоянии | после выдержки в камере влаги | после выдержки в физиологическом растворе при 40°C в течение, мес. | | | | | в исходном состоянии | | | после выдержки в физиологическом растворе при 40°C в течение | | | | | | | | |
| | | | 1 | 2 | 4 | 5 | 6 | 10 ⁻² tgδ | ε | ρ _v , Ом·см | 48 ч | | | 1 мес. | | | 2 мес. | | |
| | | | | | | | | | | | 10 ⁻² tgδ | ε | ρ _v , Ом·см | 10 ⁻² tgδ | ε | ρ _v , Ом·см | 10 ⁻² tgδ | ε | ρ _v , Ом·см |
| Ф-3 | 32,0 | 32,0 | 31 | 27,0 | 25,0 | 23,1 | 21,0 | 1,5 | 3,4 | 1·10 ¹⁶ | 2 | 3,7 | 1·10 ¹⁶ | 1,4 | 4,0 | 4·10 ¹⁶ | 2 | 4,0 | 5·10 ¹⁶ |
| ЭС-4 | 39,0 | 28,5 | 27,0 | 24,0 | 20,0 | 15,8 | 11,0 | 2,9 | 3,9 | 4·10 ¹⁴ | 1,9 | 3,6 | 6·10 ¹⁵ | 2 | 4,5 | 3·10 ¹⁵ | 1,5 | 3,5 | 25·10 ¹⁵ |
| Ф-14 | 32,0 | 30,0 | 28,0 | 25,0 | 25,0 | 25,0 | 23,8 | 1,9 | 3,6 | 3·10 ¹⁶ | 1,8 | 3,7 | 1·10 ¹⁶ | 2 | 3,5 | 2·10 ¹⁶ | 1,5 | 3,8 | 5·10 ¹⁶ |
| ЭС-15 | 22,4 | 22,0 | 20,0 | 18,5 | 15,0 | 15,0 | 10,0 | 2 | 3,9 | 3·10 ¹⁵ | 2,5 | 4,2 | 4·10 ¹⁴ | 3,4 | 4,5 | 2·10 ¹⁴ | 1,5 | 5,0 | 3·10 ¹⁴ |
| ЭС-16 | 51,0 | 23,0 | 23,0 | 23,8 | 20,0 | 19,4 | 14,0 | 2 | 4,0 | 3·10 ¹⁴ | 3,6 | 4,3 | 5·10 ¹³ | 3,9 | 4,3 | 5·10 ¹³ | 4 | 4,9 | 4·10 ¹⁴ |
| ДК-17 | 15,4 | 14,5 | 14,0 | 14,0 | 10,3 | 5,8 | 3,7 | 1,4 | 3,4 | 9·10 ¹³ | 6 | 4,5 | 4·10 ¹² | 6 | 4,8 | 1·10 ¹² | 3 | 5,0 | 3·10 ¹² |
| ДК-18 | 60,5 | 55,0 | 48,0 | 40,0 | 38,0 | 35,0 | 31,0 | 3 | 3,8 | 2·10 ¹⁴ | 3,7 | 3,9 | 5·10 ¹³ | 3,4 | 4,0 | 2·10 ¹³ | 3 | 4,0 | 3·10 ¹⁴ |

Из исследованных композиций, составленных на основе указанных в табл. 1 глицидиловых эфиров, наиболее высокие технологические свойства, стойкость к воздействию 100%-ной влажности в течение длительного времени имеют семь составов — на основе олигоглицидило-

вых вытяжек, определяемая как результат окисления органических веществ бихроматом калия в среде 18N серной кислоты в присутствии

* Шерстнев П.П. Полимеры в медицинской технике. — М.: Медицина, 1980.

серноокислого серебра, являющегося катализатором. Как свидетельствуют данные окисляемости исследуемых полимеров (рис. 1), наиболее интенсивное вымывание у всех композиций происходит в первые 30 суток, особенно у композиций ЭС-16, ДК-17, ДК-18, изготовленных

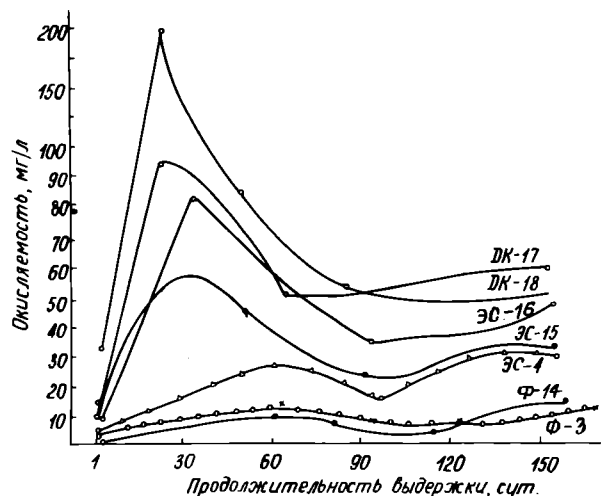


Рис. 1. Зависимость окисляемости водных вытяжек различных компаундов от времени настаивания при температуре 40°C

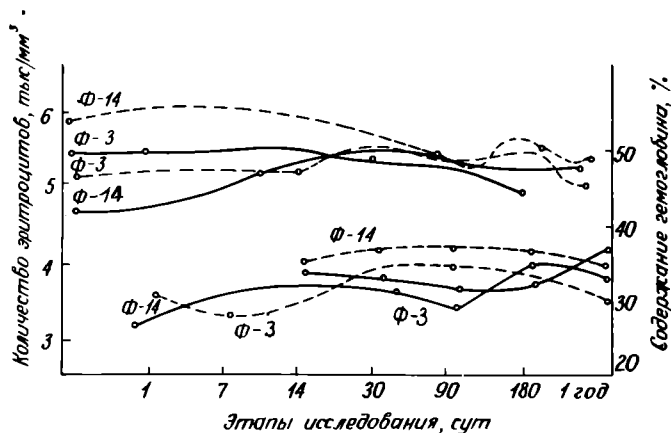


Рис. 2. Зависимость гемоглобина и эритроцитов от длительности внутрисосудистой (сплошные кривые) и подкожной (штриховые кривые) имплантации полимеров Ф-3 и Ф-14

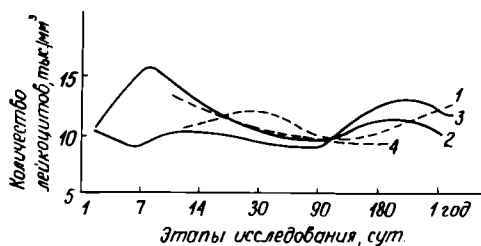


Рис. 3. Зависимость количества лейкоцитов от длительности внутрисосудистой (сплошные кривые) и подкожной (штриховые кривые) имплантации полимеров Ф-3 (1, 2), Ф-14 (3, 4)

на основе диглицидилового эфира метилтетрагидрофталевой кислоты, пластифицированных оксилином и отвержденных 4-метилгексагидрофталевым ангидридом. Минимальная окисляемость — у композиций марок Ф-3, Ф-14, изготовленных на основе олигоглицидилового эфира дифенилолпропана, крезилглицидилового эфира и отвержденных изо-метилтетрагидрофталевым и 4-метилгексагидрофталевым ангидридом. Таким образом, можно сделать вывод, что именно полимеры марок Ф-3 и Ф-14 отвечают требованиям, предъявляемым к медицинским материалам.

Полимеры, рекомендуемые для герметизации изделий медицинской техники, вживляемых в организм человека или длительно контактирующих с кровью, обладая необходимыми физико-механическими, электрическими и химическими свойствами, в то же время не должны оказывать вредного влияния на орган, вызывать его воспаления, изменяться во времени и т.д. Влияние полимера на ткани и особенно на кровь во многом определяется свойствами его поверхности, формой и размерами (часто используют иные критерии), но решающее значение имеет физическая, химическая и механическая устойчивость полимера при взаимодействии с окружающей биологической средой. В связи с этим критериями оценки влияния полимеров на живой организм могут быть их токсические, пирогенные и канцерогенные свойства. Причем для оценки токсичности полимера недостаточен небольшой срок пребывания его в организме; для исследования канцерогенных свойств этот срок увеличивается до 6 мес.

Исследования воздействия полимера на ткани организма собак, проведенные на кафедре нормальной физиологии одного из медицинских институтов, показали, что при внутрисосудистой вживлении полимеров Ф-3, Ф-14 количество эритроцитов и содержание гемоглобина практически не изменяются (рис. 2). Морфологические изменения носят местный характер и заключаются в разрастании соединительных тканей в ответ на механическое повреждение структурных компонентов сосудистой стенки. При подкожном вживлении полимеров выявляется лишь слабая тенденция к увеличению количества эритроцитов и содержания гемоглобина в течение исследуемого периода.

Незначительное повышение лейкоцитоза (рис. 3) можно было бы связать с условиями содержания животных в виварии, однако в лейкоцитарной формуле уже спустя две недели после операции отмечается регенеративный сдвиг нейтрофилов. У контрольных животных обнаружен аналогичный сдвиг лейкоцитарной формулы, следовательно, эта реакция является результатом и пребывания в виварии, и оперативного вмешательства. Выраженность сдвига лейкоцитарной формулы со временем постепенно уменьшается, что также подтверждает влияние самого оперативного вмешательства, а не имплантированного полимера. Электрокардиографическими исследованиями собак с имплантированными полимерами не выявлено существенной электрической активности миокарда в течение всего периода исследований.

Таким образом, полимерные материалы Ф-3 и Ф-14 оказывают лишь механическое повреждающее действие в области имплантации, свойственное любому инородному телу, не обладающему абсолютной биологической совме-

стимостью. Признаков токсичности полимеров не наблюдалось. Кроме того, установлено отсутствие влияния вживленного полимера на репродуктивную функцию животных, что свидетельствует о возможности длительного пребывания компаундов в живом организме.

Статья поступила 6 февраля 1987 г.

УДК 621.315.2/3-418:621.314.2

В.Н.Воробьев, В.В.Кочев, Е.М.Куприна,
Г.И.Лапинский, Н.Е.Шубин

ОБМОТОЧНЫЕ МНОГОЖИЛЬНЫЕ ПЛОСКИЕ ПРОВОДА ДЛЯ ТРАНСФОРМАТОРОВ

Применение многожильного плоского провода для низковольтных обмоток трансформаторов позволяет формировать при намотке сразу несколько секций, коммутируя которые в различных вариантах, можно получить ряд унифицированных трансформаторов.

Одной из основных задач в трансформаторостроении является создание надежных конструкций, отличающихся малой трудоемкостью и высокой технологичностью. Реализовать это позволяет применение многожильных плоских проводов: фиксированное расположение жил в плоском проводе относительно друг друга повышает стабильность первичных и вторичных параметров передачи, уровень автоматизации и т.д., а появление конструкций трансформаторов и дросселей, базирующихся на использовании в обмотках многожильных плоских проводов, позволяет формировать при намотке сразу несколько секций обмоток (по числу токопроводящих жил в проводе) без остановки намоточного станка и прокладки изоляции.

Отечественной промышленностью освоена широкая номенклатура ленточных проводов [1], однако большинство из них рассчитаны на низкую рабочую температуру (70...80°C) и характеризуются недостаточной точностью геометрических размеров, что затрудняет их применение. К тому же эти провода дефицитны и дороги.

Разработан плоский семижильный провод марки ОМП (ЫУ0.482.002 ТУ) с верхней рабочей температурой 140°C на основе медной ленты [2]. В качестве изолирующего материала выбрана двухслойная полиэтилентерефталатная пленка ПЭТ-КЭ с нанесенным на одну сторону адгезивом. Рекомендуемые температуры ее применения — от -60 до 155°C [3]. Небольшая толщина пленок ПЭТ-КЭ в сочетании с высокими электроизоляционными и физико-механическими параметрами обеспечивает высокую надежность ленточных проводов. Такой электроизоляционный материал позволяет до минимума снизить массу и габариты провода.

Изолирование двухслойными пленками обычно проводится методом контактно-тепловой сварки — это самый прогрессивный способ изготовления многожильных плоских проводов, отличающийся простотой и высокой производительностью. Двухслойные пленки, состоящие из основы и слоя низкоплавкого адгезива,

помещают с двух сторон проводников и по слою адгезива производят сварку. При этом в промежутках между проводниками-жилами образуются однородные монолитные слои, которые после отверждения адгезива обеспечивают надежную электроизоляцию проводников друг от друга и их заданное расположение в проводе.

Основные технические характеристики базового провода ОМП приведены ниже.

| | В исходном состоянии | После термостарения при температуре 150°C в течение 1250 ч |
|---|--|--|
| Ширина, мм | | |
| провода | 45,6±0,2/45,6±0,3* | 45,6±0,2 |
| медной жилы | 5,5±0,05/5,5±0,05 | 5,5±0,05 |
| изолирующих промежутков между жилами, мкм | 850± ¹⁵⁰ ₅₀ /850±150 | 850± ¹⁵⁰ ₅₀ |
| Толщина, мкм | | |
| медной жилы | 150±10/150±10 | 150±10 |
| провода | 255±15/255±15 | 255±15 |
| Число токопроводящих жил | 7/7 | 7 |
| Прочность сцепления медной жилы с пленкой, Н/см | 9,8 | 4,9 |
| Стойкость к двойным перегибам на угол 90° в каждую сторону при радиусе 5 мм, кол-во перегибов | 2200 | 2000 |
| Электрическое сопротивление между соседними жилами, Ом | | |
| при температуре 25° | 5(4...6)·10 ¹¹ /не менее 10 ¹⁰ | (3...6)·10 ¹¹ |
| 140°C | 6,6·10 ⁸ /не менее 1·10 ⁷ | (6...8)·10 ⁸ |
| -60°C | (1,8...2,2)·10 ¹³ /не менее 2·10 ⁸ | (2...3)·10 ¹³ |
| после воздействия относительной влажности (95±3)% при температуре (25±10)°C в течение 10 сут. | (1,2...2)·10 ¹¹ /не менее 10 ⁷ | — |
| Пробивное напряжение между соседними жилами, кВ | 1,4...1,9/не менее 1,0 | 1,9 |
| Рабочая температура, °C | -60...140/-60...140 | 8 |

*В знаменателе приведены значения параметров согласно техническим требованиям.

Анализ технических характеристик показывает, что свойства провода ОМП полностью соответствуют требованиям трансформаторостроения; в процессе термического старения при температуре 150°C в течение 1250 ч они изменяются незначительно.

Применение провода ОМП исключает межвитковые и межслойные короткие замыкания

в процессе изготовления вторичных обмоток трансформаторов, ликвидирует пожароопасные операции, связанные с пропиткой обмоток, позволяет упростить и автоматизировать процесс изготовления трансформаторов.

Расширение номенклатуры проводов типа ОМП (по толщине, ширине и числу токоведущих жил) позволит создать ряд унифицированных трансформаторов повышенной надежности.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ларин Ю.Т., Плетнева И.М. Ленточные провода.— М.: Энергоиздат, 1982, с. 143.
2. ГОСТ 1173—77. Ленты медные. Технические условия.
3. ГОСТ 24234—80. Пленка полиэтилентерефталатная. Технические условия.

Статья поступила 19 января 1987 г.

УДК 621.315.612:621.3.049.77

И.В.Красиков, **Д.М.Карпинос**,

С.П.Листовничая

КЕРАМИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ПОДЛОЖЕК ГИБРИДНЫХ ИНТЕГРАЛЬНЫХ СХЕМ

Керамика в микроэлектронной технике применяется главным образом благодаря ее хорошим изоляционным свойствам. Вместе с тем, к подложкам ГИС, работающим в СВЧ-диапазоне, предъявляется ряд специфических требований, среди которых можно выделить основные:

— гладкая поверхность, что особенно важно при изготовлении прецизионных конденсаторов и резисторов;

— инертность к реактивам, используемым в технологическом процессе производства ГИС, в связи с чем исключается использование стекол, большинство из которых вступает в реакцию с плавиковой кислотой, широко применяемой в технологии получения ГИС;

— высокие значения объемного и поверхностного сопротивления, чтобы устранить эффекты, связанные с миграцией ионов и обеспечить инертность подложек при обработке в высоких электрических полях;

— высокая теплопроводность, благодаря чему исключаются неоднородности прогрева при расположении тепловыделяющих элементов с большой плотностью;

— согласование по КТР керамики и наносимых на подложку пленок;

— высокая механическая прочность, необходимая для противодействия напряжениям в подложке при операции сверления и получении сложной формы подложки;

— стойкость к термоударам при проведении сварки;

— вакуумная плотность, чтобы свести к ми-

нимуму газовыделения в процессе вакуумного напыления;

— хорошая плоскостность, податливость цапанию, разрезанию, возможность разделения на модули.

Специфика работы в СВЧ-диапазоне предъявляет также требования к структуре подложки (в основном требуются малые размеры зерен материала и неоднородностей состава, структуры и т.п.) и к числовым значениям комплексной диэлектрической проницаемости в рабочем диапазоне частот. В подложках ГИС желательно применять материал с низкими значениями ϵ и $\text{tg}\delta$. Поскольку потери электромагнитной энергии в диэлектрике определяются коэффициентом диэлектрических потерь $\epsilon'' = \epsilon \text{tg}\delta$, а не тангенсом угла диэлектрических потерь, то в первую очередь следует добиваться снижения величины ϵ'' ; однако уменьшение ее ниже значений, при которых потери в металлических частях схемы превышают потери в диэлектрике, как правило, неоправдано.

Как известно, идеальных материалов, обладающих полным набором необходимых свойств для изготовления подложек, не существует. В зависимости от выполняемых функций и условий работы ГИС для подложек выбираются материалы, обладающие в большей мере необходимыми свойствами и удовлетворяющие компромиссным требованиям.

В настоящее время в качестве подложек ГИС используются керамические материалы оксидной системы, хотя возможно применение керамики на основе нитридов (табл. 1). Но использование, например, нитридов бора, кремния и алюминия осложнено необходимостью спекать нитридную керамику при высоких температурах в специальных атмосферах. При условии преодоления этой технологической трудности и таких отрицательных свойств, как низкая твердость нитрида бора, малый КТР и низкая прочность нитрида кремния, большая диэлектрическая проницаемость нитрида алюминия, путем легирования исходного порошка, введения добавок и использования специальных технологических приемов указанные материалы могут применяться в промышленности для производства подложек ГИС.

Таблица 1

Свойства нитридной керамики*

| Параметр | Нитрид бора | Нитрид кремния | Нитрид алюминия |
|---|-------------|----------------|-----------------|
| Плотность, г/см ³ | 2,20 | 3,184 | 3,05 |
| Прочность на сжатие, 10 ⁸ Па | | 4,97...6,21 | 2,06 |
| Модуль Юнга, 10 ¹¹ Па | | 2,70 | 3,43 |
| Твердость, ед. Мооса | 2 | 9 | 7 |
| Теплопроводность, Вт/(м·К) | 9,3 | 20,0 | 50 |
| КТР, 10 ⁻⁶ К ⁻¹ | 7,5 | 2,75 | 4,8 |
| Коэффициент диэлектрической проницаемости | 4,15 | 7,4...12,1 | 27 |

* Данные приведены на основании работ [1—6].

Керамика на основе оксида алюминия (табл. 2, 3, рис. 1,2) является традиционным широко используемым материалом. Технология промышленного получения таких материалов с высокой надежностью и качеством хорошо отработана, однако дальнейшее совершенствование их затруднено главным образом из-за пониженной стабильности диэлектрических параметров в субмиллиметровом диапазоне и роста тангенса угла диэлектрических потерь при повышенных

частотах. Кроме того, недостатком керамики на основе оксида алюминия является довольно высокий коэффициент диэлектрической проницаемости, достигающий 10; резкая зависимость параметров материала от небольших количеств примеси (так, диэлектрическая проницаемость изменяется от 8,5 для материала, содержащего 90—96% Al_2O_3 , до 10 у материала с более чем 96% Al_2O_3 ; еще более резкая зависимость у коэффициента диэлектрических потерь).

Таблица 2

Электрофизические свойства керамики на основе оксида алюминия*

| Параметры | $\alpha-Al_2O_3$ монокрист., гексагон. | Al_2O_3 80...90% | Al_2O_3 90...96% | Al_2O_3 >96% | Поликор 99,8% | Сапфир | Сапфирит 98% | A995 99,8% | УФ-47 |
|--|--|-----------------------|-----------------------|---------------------|------------------|--------|-----------------|---------------|-----------|
| Диэлектрическая проницаемость | 11,5 9,4 | 7,5...9 | 8,5...9,5 | 9,0...10,0 | 9,6 | 9,9 | 9,3...9,6 | 9,65 | 8,5 |
| Тангенс угла диэлектрических потерь, $tg\delta \cdot 10^4$ | 20 | 2...10 | 1...5 | 8...15 | 1 | 1 | 1 | 1 | 12 |
| Коэффициент диэлектрических потерь, 10^4 | | 15...90 | 8,6...48 | 27...150 | 10 | 10 | 10 | 10 | 100 |
| Электропрочность, МВ/м | 47 | 7,1...10 | 7,1...13,4 | 8,7...13,4 | | | | | 2 |
| Удельное объемное сопротивление, Ом·м | | $10^8...10^{10}$ | $10^8...10^{11}$ | $10^{11}...10^{13}$ | | | | | 10^{10} |

* Данные приведены на основании работ [7—9].

Таблица 3

Тепловые и механические свойства керамики на основе оксида алюминия*

| Параметр | $\alpha-Al_2O_3$ монокрист., гексагон. | Al_2O_3 80...90% | Al_2O_3 90...96% | Al_2O_3 >96% | Поликор 99,8% | Сапфир | Сапфирит 98% | A995 99,8% | УФ-47 |
|---|--|--|---------------------------------------|---------------------------------------|------------------|---------|-----------------|---------------|-------|
| Теплопроводность, Вт/(м·К) | 38 | 12,6...16,8 | 12,6...25,1 | 16,8...29,3 | 25,1 | 25,1 | 20,9...25,1 | 16,7 | |
| КТР, $10^{-6} K^{-1}$ | 8 | 6,5...8 | 6,5...8 | 7...10 | 7,5 | 5...6,7 | | 6,2 | 5,0 |
| Плотность, г/см ³ | 3,98 | 3,3...3,6 | 3,5...3,8 | 3,7...3,9 | | | | | 3,4 |
| Прочность, $10^8 N/m^2$: на изгиб на сжатие на растяжение | 4,46...6,9 | 2,41...3,10 9,8...19 0,55...1,52 | 2,75...3,43 17...27 0,69...1,92 | 3,14...4,47 21...29 1,44...1,92 | | | | | |
| Модуль Юнга, $10^{11} N/m^2$ | 3,43...3,83 | 2,14...2,75 | 2,75...3,18 | 3,10...3,58 | | | | | |
| Твердость, ед. Мооса | 9 | >9 | >9 | >9 | | | | | |

* Данные приведены на основании работ [7...9].

Ситаллы (табл. 4), характеризуются диэлектрической проницаемостью того же порядка, что и оксид алюминия, имеют более высокий по сравнению с последним коэффициент диэлектрических потерь и крайне низкие теплопроводность и КТР, что сильно ограничивает их применение в качестве подложек ГИС.

Керамика на основе оксида магния (в виде форстерита и стеатита) имеет достаточно высокие параметры (табл. 5, 6), но ее широкому использованию в микроэлектронике препятствуют сложность технологии получения и трудность эксплуатации изделий вследствие высокой гидратируемости окиси магния и низкой химической стабильности [11]. Кроме того, форстерит и стеатит обладают низкой твердостью, малой теплопроводностью, высокими диэлектрическими потерями.

Керамика на основе оксида бериллия (табл. 7) обладает отличной теплопроводностью и низкой диэлектрической проницаемостью, но ее применению препятствуют высокая стоимость и токсичность.

Алюмомагнезиальная шпинель $MgAl_2O_4$ — один из самых прочных оксидов, отличается химической стойкостью, термостойкостью (табл. 8) [16]. По сравнению с оксидом алюминия шпинель более устойчива к шлакам, щелочам, расплавам металлов и солей, углероду, не поддается воздействию концентрированных минеральных кислот [13]. Керамика на основе алюмомагнезиальной шпинели способна работать при высоких температурах. Теплопроводность этого материала того же порядка, что и у традиционной керамики на основе оксида алюминия. Диэлектрические же параметры подложек из алюмомагнезиальной шпинели лучше, чем у подложек из оксида алюминия. КТР шпинели в большей степени, чем у оксида алюминия, согласуется с КТР металлов, обычно используемых при изготовлении пленочных ГИС.

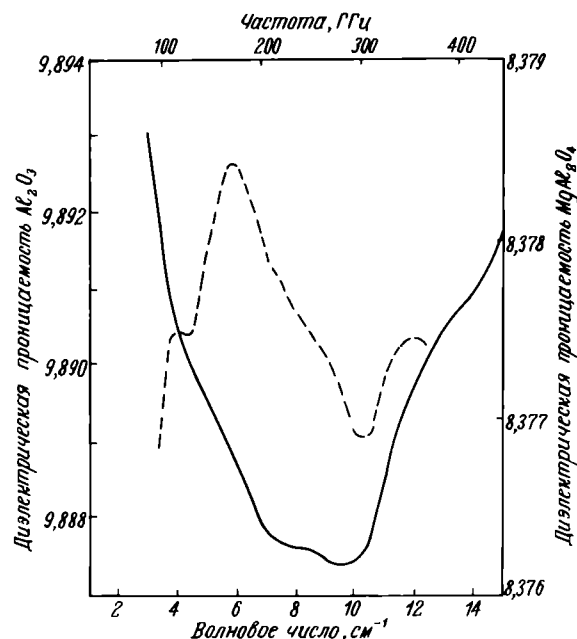
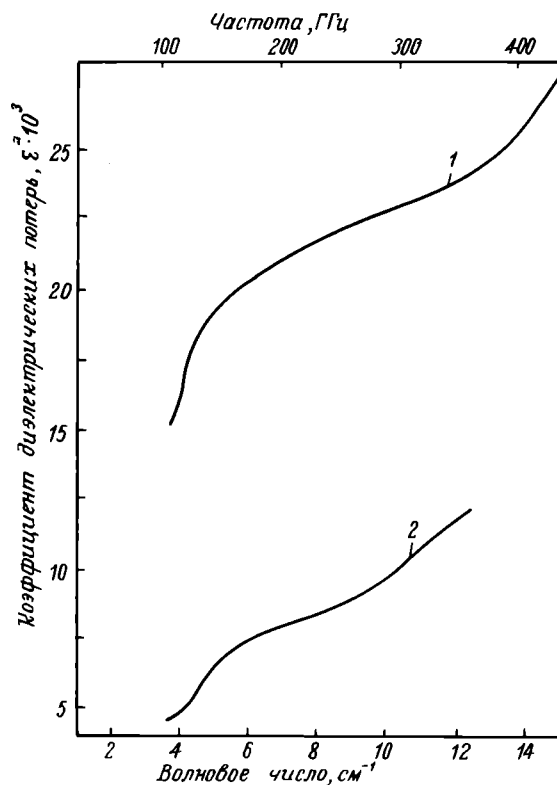
Таблица 4

Электрофизические и тепловые свойства ситаллов*

| Параметр | КП-10 | КП-15 | СТ-32-1 | СТ-38-1 | СТ-50-1 |
|---|-------|-------|---------|---------|-----------|
| Диэлектрическая проницаемость | 10 | 15 | 10 | 7,25 | 8,3...8,5 |
| Тангенс угла диэлектрических потерь, $\text{tg}\delta \cdot 10^4$ | 5 | 5 | 3...5 | 2 | 12...20 |
| Коэффициент диэлектрических потерь, $\epsilon'' \cdot 10^4$ | 50 | 75 | 30...50 | 14,5 | 100...170 |
| Электропрочность, МВ/м | | | | | 40 |
| Удельное объемное сопротивление, Ом·м | | | | | 10^{12} |
| Теплопроводность, Вт/(м·К) | 2,9 | 2,9 | | | 1,4 |
| КТР, 10^{-6} K^{-1} | | | 3,5 | 3,8 | 5,0 |

* Данные приведены на основании работ [8, 10].

Важными преимуществами алюмомагнезиальной шпинели являются недефицитность, дешевизна исходного сырья и готовых подложек, простота ее получения. Технологичность обус-

Рис. 1. Зависимость коэффициента диэлектрической проницаемости 99,9%-ной Al_2O_3 (сплошная кривая) и алюмомагнезиальной шпинели $MgAl_2O_4$ (штриховая кривая) от частотыРис. 2. Зависимости коэффициента диэлектрических потерь 99,9%-ной Al_2O_3 (1) и алюмомагнезиальной шпинели $MgAl_2O_4$ (2) от частоты

ловлена, во-первых, оксидным составом материала, что дает возможность получать ультрадисперсные гомогеннолегированные порошки методом совместного соосаждения с последующим отжигом, во-вторых, возможностью воздействия на все технологические процессы путем введения малых количеств добавок (например, для улучшения микроструктуры материала, снижения температур спекания и горячего прессования, получения заранее заданных диэлект-

рических параметров и улучшения механических свойств).

В настоящее время применяется практически только материал на основе алюмомагнезиальной шпинели-Ш-15 [15], являющийся по электрическим характеристикам и механической прочности одним из лучших высокочастотных материалов.

Таким образом, на основании вышеизложенного можно заключить, что современным требованиям в наиболее полной мере удовлетворя-

Таблица 5

Электрофизические свойства керамики на основе оксида магния (форстериты и стеатиты)*

| Параметр | Форстериты | | | | | | Стеатиты | | | СК-1 |
|---|------------|-----------|-----------|-------|---------|--------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| | MgO | 2MgO | Ф-58 | ЛФ-11 | ФС-5А | MgSiO ₃ | ТК-21 | СПК-2 | СНЦ | |
| Диэлектрическая проницаемость | 9,65 | 6,2 | 6,8...7,0 | 6...7 | 7,0 | 5,9...6,3 | 5,5 | 5,9 | 6,5 | 7,5 |
| Тангенс угла диэлектрических потерь, $\text{tg}\delta \cdot 10^4$ | 3 | 40 | 1...2 | 2...3 | 3 | 8...35 | 15 | 20...25 | 2...3 | 10 |
| Коэффициент диэлектрических потерь, $\epsilon'' \cdot 10^4$ | 30 | 250 | 7...14 | 12.20 | 21 | 50...210 | 80 | 120...150 | 13...20 | 75 |
| Электропрочность, МВ/м | | 9,5 | 35...40 | | 30...35 | 8,3...9,1 | 40 | 40 | 40 | 20...30 |
| Удельное объемное сопротивление, Ом·м | | 10^{12} | | | | $10^8...10^{11}$ | 10^{10} | 10^{11} | 10^{11} | 10^{10} |

* Данные приведены на основании работ [7, 12].

Таблица 6

Механические и тепловые свойства керамики на основе оксида магния (форстериты и стеатиты)*

| Параметр | Форстериты | | | Стеатиты | | |
|--|------------|-------------------------------------|-------|-------------------------------------|-------------------------------|---------------------------|
| | MgO | 2MgO · SiO ₂ | ФС-5А | MgSiO ₃ | ТК-21 | СПК-2 |
| Плотность, г/см ³ | 3,58 | 2,8...3,1 | 3,15 | 3,4...2,8 | 2,61 | 2,66 |
| Прочность, 10^8 Н/м ² на изгиб на сжатие на растяжение | 1,4 | 0,8...2,1 5,5...5,9 0,6...0,7 | 1,7 | 1,2...1,5 4,7...6,2 0,6...0,9 | 1,5 4,9...6,9 0,5...0,6 | 1,32 5,9...7,8 0,72 |
| Модуль Юнга, 10^{11} Н/м ² | 2,5...3,5 | 0,52 | | 0,52 | | |
| Твердость, ед. Мооса | 5,5 | 7,5 | | 7,5 | | |
| Теплопроводность, Вт/(м·К) | 25 | 5,02 | | 3,8...4,2 | | |
| КТР, 10^{-6} К ⁻¹ | 13,8 | 6,8...10 | 7,8 | 6...11,1 | | |

* Данные приведены на основании работ [7, 12].

Таблица 7

Свойства керамики на основе оксида бериллия*

| Параметр | BeO (98%) | BeO (99,5%) | Брокерит (97%) |
|--|-------------------|--------------------|----------------|
| Плотность, г/см ³ | 2,8 | 2,85...2,88 | |
| Прочность, МПа на изгиб на сжатие на растяжение | 172...191 1550 | 206 1550 137 | |
| Модуль Юнга, ГПа | 62 | 62 | |
| Твердость, ед. Мооса | 9 | 9 | |
| Теплопроводность, Вт/(м·К) | 105 | 147 | 167 |
| КТР, 10 ⁻⁶ К ⁻¹ | 6,5 | 8,0 | 7,5...9,2 |
| Коэффициент диэлектрической проницаемости | 6,5 | 6,7 | 6,8 |
| Тангенс угла диэлектрических потерь, tgδ · 10 ⁴ | 1 | 3 | 6 |
| Коэффициент диэлектрических потерь, ε'' · 10 ³ | 1 | 2 | 4 |
| Электропрочность, МВ/м | 13,8 | 13,8 | |
| Удельное объемное сопротивление, Ом·м | 10 ¹² | 10 ¹² | |

* Данные приведены на основании работ [7, 8].

Таблица 8

| Свойства алюмомагнезальной шпинели* | |
|---|------------------|
| Параметр | |
| Плотность, г/см ³ | 3,58 |
| Прочность | |
| на изгиб, МПа | 120...150 |
| на сжатие, ГПа | 19,6 |
| на растяжение, МПа | до 150 |
| Модуль Юнга, ГПа | 220...250 |
| Твердость, ед. Мооса | 8...9 |
| Теплопроводность, Вт/(м·К) | 16,5...16,8 |
| Коэффициент термического расширения, 10 ⁻⁶ К ⁻¹ | 5,5...6,1 |
| Коэффициент диэлектрической проницаемости | 7,5...8 |
| Тангенс угла диэлектрических потерь, tgδ · 10 ⁴ | 4...6 |
| Коэффициент диэлектрических потерь, ε'' · 10 ⁴ | 30...48 |
| Электропрочность, МВ/м | 20...30 |
| Удельное объемное сопротивление, Ом·м | 10 ¹³ |

* Данные приведены на основании работ [2, 11, 13, 14, 15].

Ют материалы на основе неметаллических нитридов, в частности нитрида алюминия, а из оксидной керамики — алюмомагнезальная шпинель

MgAl₂O₄, имеющая значительные преимущества при работе в СВЧ-диапазоне.

ЛИТЕРАТУРА

1. Краткий справочник по химии/Под ред. С.Д.Куриленко.— Киев, Наукова думка, 1974.— 992 с.
2. Огнеупоры для космоса. Справочник/Дж.Р.Хей и др.— М.: Металлургия, 1967.— 266 с.
3. Самсонов Г.В., Виницкий И.М. Тугоплавкие соединения. Справочник.— М.: Металлургия, 1976.— 560 с.
4. Спеченные материалы для электроники и электротехники. Справочное издание/Под ред. Г.Г.Гнесина.— М.: Металлургия, 1981.— 344 с.
5. Францевич И.Н., Воронов А.А., Бакута С.А. Упругие постоянные и модули упругости металлов и неметаллов.— Киев: Наукова думка, 1982.— 286 с.
6. Пат. 4533645 (США).
7. Технология тонких пленок. Справочник/Под ред. Л.Майссела, Р.Глэнга, Т. 1.— М.: Сов. радио, 1977.— 664 с.
8. Малорацкий Л.Г. Микроминиатюризация элементов и устройств СВЧ.— М.: Сов. радио, 1976.— 216 с.
9. Грибовский П.О. Керамические твердые схемы.— М.: Энергия, 1971.— 448 с.
10. Минаков В.И., Коган М.З. Производство тонкопленочных микросхем.— Л.: Энергия, 1973.— 176 с.
11. Балкевич В.Л. Техническая керамика. М.: Изд-во лит-ры по стр-ву, 1968. 198 с.
12. Аветиков В.Г., Зинько Э.И. Магнезиальная электротехническая керамика.— М.: Энергия, 1973.— 184 с.
13. Выдрик Г.А., Соловьева Т.В., Харитонов Ф.Я. Прозрачная керамика.— М.: Энергия, 1980.— 97 с.
14. Bratton R.J., Tevwilliger G.R., Ho S.U. Densification phenomena in the hotpressing of spinel.— J.Mater. Sci., 1972, 7(12), p. 1363—1368.
15. Богородицкий Н.П., Пасынков В.В. Материалы радиоэлектронной техники.— М.: Высшая школа, 1969.— 423 с.
16. Ryshkewitch E. Oxide ceramics.— Physical Chemistry and Technology. Academic Press, New York, 1960.

Статья поступила 11 марта 1987 г.

УДК 621.396.22.029.7

А.Ф.Ларичев, Р.А.Нехорошева,
Я.М.Хелемский, В.Ф.Чупраков, В.В.Шитов

ОПТИЧЕСКИЕ КАБЕЛИ

Широкое применение оптических кабелей обуславливается такими их преимуществами, как низкий уровень затухания, большая пропускная способность, высокие скорости передачи и помехозащищенность, сложность подслушивания, малые масса и габариты. Достигнутый низкий уровень затухания дает возможность применять в кабелях световоды различных типов. Наряду с кварцевыми световодами типа «кварц—кварц» со ступенчатым профилем показателя преломления могут использоваться световоды типа «кварц—полимер», которые благодаря увеличенному диаметру световедущего сердечника

характеризуются повышенной эффективностью ввода сигнала. Такие кабели отличаются также малыми габаритами и массой, повышенной гибкостью и, как правило, не содержат в конструкции металлических элементов. Разрывная нагрузка кабеля зависит от условий прокладки и эксплуатации и может находиться в пределах от десятков до сотен ньютон. Интервал рабочих температур охватывает диапазон от -60 до 155°C . Однако, исходя из конкретных условий применения, эти температурные пределы ограничиваются и могут быть от -10 до $55...70^{\circ}\text{C}$; от -20 до 70°C ; от $-40...-60$ до 155°C .

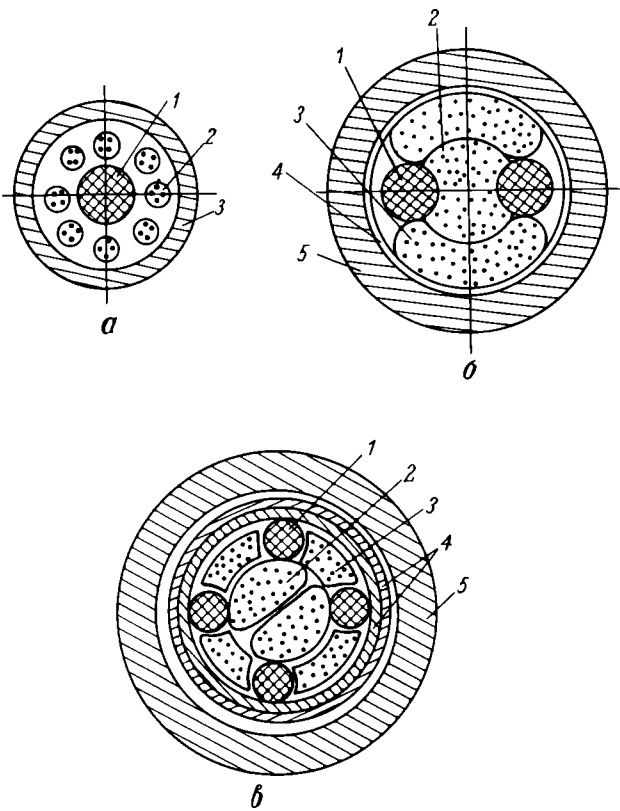


Рис. 1. Конструкции оптических кабелей: двух- (а), четырех- (б) и одножильных (в)

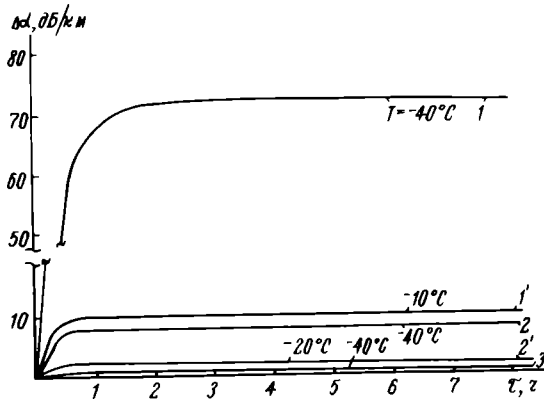


Рис. 2. Прирост коэффициента затухания в зависимости от времени воздействия пониженных температур: 1, 1' и 2, 2' — одноволоконные кабели со световодами «кварц-полимер» (1, 1') и «кварц-кварц» (2, 2'); 3 — двухволоконный кабель со световодами «кварц-кварц»

Комплекс требований к физико-механическим характеристикам является определяющим при разработке конструкций оптических кабелей. Конструкции кабелей с числом световодов 1, 2 и 4 представлены на рис. 1. Световоды 1 в двух- (б) и четырехволоконных (в) кабелях с целью обеспечения необходимой гибкости конструкции скручиваются вокруг мягкого центрального сердечника 2 и обматываются пластмассовой лентой 4. При этом центральный элемент в данных конструкциях, так же как упрочняющие нити в одноволоконном (а) кабеле, несет на себе основную нагрузку при растягивающих усилиях. Наличие в конструкции кабелей мягких заполняющих элементов 3, являющихся своеобразными демпферами, и наложение с зазором по отношению к скрученному сердечнику внешней оболочки дают световодам возможность перемещаться внутри конструкции при воздействии радиальных и изгибающих нагрузок.

Диапазон рабочих температур оптического кабеля является одним из определяющих параметров при выборе материалов его конструкции, в частности покрытий световодов и оболочек кабелей.

Условия эксплуатации световодов и кабелей тесно связаны со свойствами полимерных материалов (табл. 1). Материалы, предназначенные для эксплуатации при высоких температурах, например фторопластовые оболочки, ограничивают минимальный радиус изгиба и увеличивают жесткость кабеля.

Таблица 1

| Материал | Рабочая температура, $^{\circ}\text{C}$ | Модуль упругости при изгибе, МПа | Температурный коэффициент линейного расширения, K^{-1} |
|--|---|----------------------------------|---|
| Полиэтилен ВД (защитная оболочка) | $-50...70$ | 140...250 | $(2,2...5,5) \cdot 10^{-4}$ |
| Поливинилхлоридный пластикат (защитная оболочка) | $-50...70$ | 10...20 | $8 \cdot 10^{-5}$ |
| Полиамид 6 (вторичное защитное покрытие) | $-60...100$ | — | $(8...10) \cdot 10^{-5}$ |
| Фторопласт-2М (трубчатое защитное покрытие) | $-60...145$ | 1200 | $(8...12) \cdot 10^{-5}$ |
| Фторопласт-4МБ (вторичное защитное покрытие и защитная оболочка) | $-190...205$ | 570 | $9 \cdot 10^{-5}$ |

В табл. 2 даны основные характеристики оптических кабелей, конструкции которых приведены на рис. 1.

При эксплуатации кабели подвергаются воздействию различных климатических и механических факторов. Воздействие повышенной и пониженной температур, повышенной влажности, циклической смены температур может вызывать обратимые и необратимые изменения коэффициента затухания. Причинами увеличения этого показателя могут быть не только зависимость коэффициента затухания воло-

Таблица 2

| Тип кабеля | Материал покрытия световодов | Материал оболочки | Радиус изгиба, мм | Допустимая растягивающая нагрузка, Н | Диаметр кабеля, мм | Рабочая температура, °С | Масса кабеля, кг/км |
|-------------------|------------------------------|-------------------|-------------------|--------------------------------------|--------------------|-------------------------|---------------------|
| Одноволоконный | Полиамид | Полиэтилен | 25 | 200 | 2,5 | -40 ÷ 70 | 5,0 |
| | | ПВХ пластикат | 25 | 200 | 2,5 | -40 ÷ 70 | 6,0 |
| | | Фторопласт-4МБ | 30 | 200 | 2,5 | -60 ÷ 155 | 7,5 |
| Двухволоконный | Полиамид 6 | Полиэтилен | 25 | 500 | 4,0 | -40 ÷ 70 | 8,0 |
| | | ПВХ пластикат | 25 | 500 | 4,0 | -40,0 ÷ 70 | 9,6 |
| Четырехволоконный | Фторопласт-4МБ | Фторопласт-4МБ | 40 | 1000 | 6,3 | -60 ÷ 155 | 39,0 |

конного световода от температуры (что связано с его конструкцией и применяемыми материалами), но и влияние на волоконный световод конструктивных элементов кабеля. Степень этого влияния зависит от конструкции кабеля, используемых материалов, технологических факторов (рис. 2).

Механизм увеличения потерь в кабеле со световодами «кварц—полимер» в сильной мере связан с увеличением показателя преломления материала отражающей полимерной оболочки световода при понижении температуры. Дополнительным фактором увеличения потерь в кабеле является сжатие полимерной оболочки кабеля при охлаждении: при сжатии оболочка, воздействуя на световод, может привести к его искривлению и, следовательно, к увеличению потерь. Как правило, изменение коэффициента затухания при пониженной температуре является обратимым. При отогреве кабеля до нормальной температуры этот параметр возвращается к исходному уровню.

Использование для отражающей оболочки световодов кремний-органического компаунда с меньшей степенью зависимости показателя преломления от температуры (рис. 3) позволяет расширить диапазон отрицательных рабочих температур оптического кабеля.

При нагревании кабеля может наблюдаться некоторое уменьшение коэффициента затухания. Это происходит в связи с тем, что снижаются механические напряжения в защитной оболочке световода при тепловом воздействии. Некоторое увеличение потерь может происходить при последующем охлаждении кабеля до нормальной температуры вследствие проявления тепловой усадки полимерной наружной оболочки, что является результатом релаксации напряжений, заложенных при формовании оболочки. Тепловую усадку оболочки можно снизить соответствующим подбором технологического инструмента и режимов формования.

Длительное тепловое старение оптического кабеля при максимальной рабочей температуре приводит к некоторому увеличению коэффициента затухания, что также связано с релаксационными процессами в полимерных оболочках. Установлено, что за первые 1000...3000 ч процесс релаксации напряжений в основном прекращается, и дальнейшая выдержка кабеля при повышенных температурах не приводит к увеличению коэффициента затухания (рис. 4).

Воздействие на кабели механических факторов вибрации, ударов (одиночных и многократных), акустических шумов не ухудшает их оптических и механических параметров: прироста коэффициента затухания не наблюдается.

Таким образом, выбор условий эксплуатации кабеля следует проводить с учетом изменения

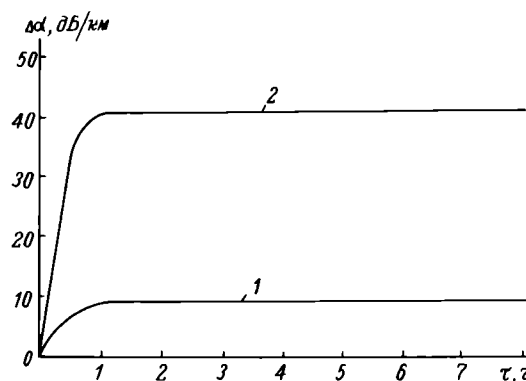


Рис. 3. Прирост коэффициента затухания в четырехволоконном кабеле со световодами «кварц-полимер» при -40°C (кривая 1) и -60°C (кривая 2)

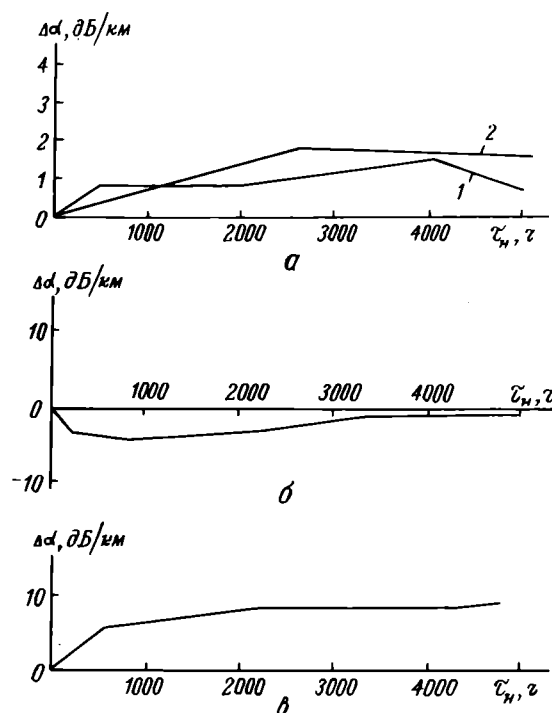


Рис. 4. Прирост коэффициента затухания: а — в одноволоконном кабеле со световодами «кварц-кварц» в полиэтиленовой оболочке при температуре выдержки 65°C (кривая 1) и в оболочке из поливинилхлоридного пластиката при температуре выдержки 80°C (кривая 2); б — в одноволоконном кабеле со световодами «кварц-полимер» при температуре выдержки 80°C ; в — в двухволоконном кабеле в полиэтиленовой оболочке со световодами «кварц-кварц» при температуре выдержки 80°C

коэффициента затухания при воздействии отрицательных температур. В кабелях со световодами типа «кварц—кварц» увеличение коэффициента затухания составляет в среднем 2; 5 и 10 дБ/км соответственно при температурах -10 , -20 , -40°C . При температуре -60°C в случае использования световодов с морозостойким кремнийорганическим компаундом для первичного защитного покрытия наблюдается увеличение коэффициента затухания на 20 дБ/км.

Применение кабелей со световодами типа «кварц—полимер» ограничивается температурой -10°C , при которой прирост коэффициента затухания не превышает 10 дБ/км. Световоды с морозостойким кремнийорганическим компаундом позволяют расширить температурный диапазон использования кабелей данного типа до температуры -40°C , при которой прирост коэффициента затухания не более 10 дБ/км, а для -60°C — 50 дБ/км.

Наличие в оптических кабелях мягких заполнителей и силовых элементов из цельноформованных высокопрочных жгутов ЦФЖСВМ линейной плотностью 600 и 1000 текс обеспечивает запас по разрывной нагрузке до 500...800 Н при минимальных радиусах изгиба и позволяет максимально снизить массу и геометрические размеры кабелей.

ЛИТЕРАТУРА

1. Кацнельсон М.Ю., Балаев Г.А. Пластические массы: Свойства и применение: Справочник. — Л.: Химия, 1978. — 384 с.
2. Основы кабельной техники/Под ред. В.А.Привезцева. — М.: Энергия, 1975. — 472 с.

Статья поступила 29 декабря 1986 г.

УДК 678.046:666.1.037.6

В.Б.Калинин, Г.Б.Княжер, А.Г.Лаптев,
В.Н.Сигаев, А.Ю.Шашков

НОВЫЕ НАПОЛНИТЕЛИ ДЛЯ ЛЕГКОПЛАВКИХ ПРИПОЕЧНЫХ СТЕКЛОКОМПОЗИЦИЙ

Новые наполнители для припоечных стеклокристаллических материалов — перовскитоподобные твердые растворы, температуры фазовых переходов которых согласованы с температурой трансформации легкоплавкого стекла, обеспечивают приготовление стеклокомпозиций с $\text{КТР} \sim (52...55) \cdot 10^{-7} \text{K}^{-1}$ и спайвание с их помощью изделий из стекла и железо-никелевых сплавов при $480...520^\circ\text{C}$. Наполнитель с PbMoO_4 с $\text{КТР} = 200 \cdot 10^{-7} \text{K}^{-1}$ позволяет готовить стеклокомпозиции с $\text{КТР} = (120...145) \cdot 10^{-7} \text{K}^{-1}$, которые необходимы для спайвания при $480...500^\circ\text{C}$ изделий из кристаллического α -кварца, фотоситаллов и при использовании в качестве подложек для микросхем спаев на основе меди, алюминия, никеля.

Проблема создания легкоплавких припоечных материалов, обеспечивающих вакуумплотное спайвание деталей для изделий электронной

техники с различными коэффициентами термического расширения, успешно решается в ряде случаев с помощью стеклокомпозиций типа легкоплавкое стекло — кристаллический (или аморфный) наполнитель. Введение в стекло с температурой стеклования ниже 350°C и высоким КТР (как правило $(110...150) \cdot 10^{-7} \text{K}^{-1}$) наполнителя преследует цели повышения механической и химической прочности спая, а также доведение КТР стеклокомпозиционного материала до значений, определяемых конкретными технологическими требованиями. Ассортимент используемых в настоящее время наполнителей невелик: титанат свинца, кордиерит, титанат алюминия, β -эвкрипит, β -сподумен, циркон, кварцевое стекло. Эти наполнители позволяют снизить КТР стеклокомпозиции до $(65...70) \cdot 10^{-7} \text{K}^{-1}$ при оптимальном соотношении объемов кристаллической и аморфной фаз $(0,9...1,0)/1$. Композиции такого типа используются для спайвания изделий из алюмооксидной керамики типа ВК94-1 со сплавами Н42, Н44 и др.

Для спайвания деталей из стекол С52-1, С52-2, ситаллов СТ50-1 и СТ50-2 требуются легкоплавкие стеклокомпозиции с еще более низкими $\text{КТР} = (50...55) \cdot 10^{-7} \text{K}^{-1}$, а для герметизации микросхем на подложках — стеклокомпозиции с высокими $\text{КТР} = (120...150) \cdot 10^{-7} \text{K}^{-1}$ [1, 2]. Последняя задача стоит особенно остро при спайвании деталей из кристаллического α -кварца, фотоситаллов и при использовании в качестве подложек для микросхем сплавов на основе меди, алюминия и никеля.

Припоечные стеклокомпозиции с КТР ниже $65 \cdot 10^{-7} \text{K}^{-1}$ и выше $110 \cdot 10^{-7} \text{K}^{-1}$ с известными наполнителями и приемлемыми технологическими параметрами в литературе не описаны. Поэтому поиск новых наполнителей для создания стеклокомпозиций с заданными свойствами представляется актуальным.

В качестве критериев, определяющих пригодность вещества для его использования как наполнителя, используют КТР, модуль упругости, а также возможность синтеза в порошкообразном состоянии с заданным гранулометрическим составом, обеспечивающим требуемые температуру спайвания и растекаемость. Температура спайвания ($t_{\text{сп}}$) определяется типом легкоплавкого стекла и концентрацией введенного наполнителя. Высокое содержание наполнителя уменьшает растекаемость стеклокомпозиции и может вызвать кристаллизацию стеклофазы. Поэтому для создания припоечных стеклокомпозиций с низкими $t_{\text{сп}}$ (чем ниже $t_{\text{сп}}$, тем шире возможности припоечного материала) и низкими КТР целесообразно уменьшать содержание наполнителя в стекломатрице. Но тогда необходимо повышать эффективность наполнителя, например за счет согласования свойств кристаллической и стеклообразной частей припоечной стеклокомпозиции.

Анализ зависимости «объем элементарной ячейки — температура» для PbTiO_3 [3, 4] позволил предположить, что наиболее эффективное воздействие наполнителя на КТР стеклокомпозиции реализуется при условии близости значений температуры трансформации стекла (t_g) и точки Кюри (t_c) наполнителя (т.е. $t_c - t_g \geq 0$), поскольку при охлаждении припоечной стеклокомпозиции до температуры меньшей t_g фиксируется наиболее низкое значение КТР наполнителя.

Известно, что PbTiO_3 при нагревании до 490°C претерпевает фазовый переход $\text{P4mm} \rightarrow \text{Pm3m}$,

причем КТР этого соединения по мере приближения к t_c становится все более отрицательным [3]. При температуре выше 490°C КТР этого материала положителен.

Оптимизация критерия $(t_c - t_g)$ достигалась снижением температуры Кюри наполнителя за счет создания твердых растворов на основе $PbTiO_3$. Понижение температуры фазового перехода в твердом растворе по сравнению с индивидуальным соединением носит достаточно общий характер и отражает общую тенденцию повышения стационарной симметрии системы при повышении ее энтропии [5]. В кристаллических решетках твердых растворов $Pb_{1-x}Sr_xTiO_3$ атомы Pb и Sr статистически заселяют А-позиции структуры перовскитоподобной фазы, что приводит к росту конфигурационной части энтропии. При этом расширяется температурный интервал существования высокосимметричной фазы [6]. Экспериментальные данные подтверждают, что с уменьшением t_c эффективность наполнителя увеличивается (рис. 1). Оптимальным является состав $Pb_{0,74}Sr_{0,26}TiO_3$, поскольку при более высокой концентрации Sr параметр $(t_c - t_g)$ меняет знак, и наполнитель становится менее эффективным (см. таблицу). Следует отметить, что на повышение эффективности наполнителя состава $Pb_{0,74}Sr_{0,26}TiO_3$ по сравнению с $PbTiO_3$ оказывает влияние также и повышение коэффициента всестороннего сжатия K , связанного с модулем упругости E соотношением $K = 1/3 \cdot E \cdot (1 - 2\mu)$, где μ — коэффициент Пуассона [7].

Большую эффективность $Pb_{0,74}Sr_{0,26}TiO_3$ в стеклокомпозиции с легкоплавким стеклом по сравнению с $PbTiO_3$ иллюстрируют зависимости «КТР — объемная доля наполнителя» (рис. 2, кривые 1, 2). Экспериментальные данные аппроксимировались нелинейной зависимостью

$$a_{ск} = (ax + v) / (cx + d), \quad (1)$$

представляющей собой одну из форм уравнения Кингери [8]:

$$a_{ск} = [a_1 V_1 K_1 + a_2 (1 - V_1) K_2] / [V_1 K_1 + (1 - V_1) K_2], \quad (2)$$

где a_1, V_1, K_1 — КТР, объемная доля и коэффициент всестороннего сжатия кристаллической фазы; $a_2, 1 - V_1, K_2$ — КТР, объемная доля и коэффициент всестороннего сжатия стекла; $a_{ск}$ — КТР стеклокомпозиции.

Коэффициенты уравнений (1) и (2) связаны между собой соотношениями:

$$a = a_1 K_1 - a_2 K_2; \quad v = a_2 K_2; \quad c = K_1 - K_2; \quad d = K_2. \quad (3)$$

В соответствии с данными работы [9] $a_{лс} = 110 \cdot 10^{-7} K^{-1}$, $K_{лс} = 0,071$. Подгонка экспериментальных данных функцией вида (1) с помощью модифицированного метода наименьших квадратов дает возможность с использованием соотношений (3) определить значения a_1 и K_1 приме-

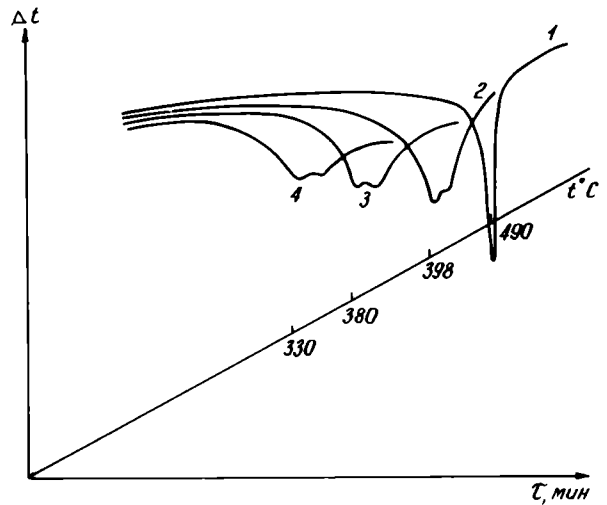


Рис. 1. Кривые дифференциально-термического анализа твердых растворов $Pb_{1-x}Sr_xTiO_3$ ($0 < x < 0,26$): 1 — $PbTiO_3$; 2 — $Pb_{0,85}Sr_{0,15}TiO_3$; 3 — $Pb_{0,80}Sr_{0,20}TiO_3$; 4 — $Pb_{0,74}Sr_{0,26}TiO_3$

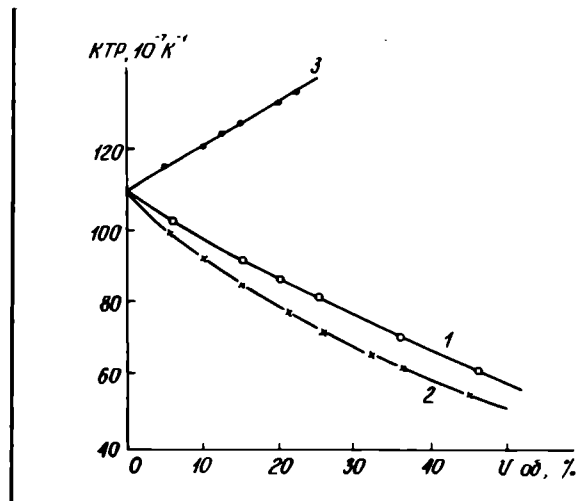


Рис. 2. Зависимости КТР стеклокомпозиций от объемной доли наполнителя: 1 — $PbTiO_3$, 2 — $Pb_{0,74}Sr_{0,26}TiO_3$, 3 — $PbMoO_4$

| Содержание компонентов в композиции, г | | Коэффициенты термического расширения стеклокомпозиций, $10^{-7} K^{-1}$, при различных составах наполнителя и температурах фазового перехода | | | | |
|--|---------------------|---|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|------------------------------------|
| наполнитель | легкоплавкое стекло | $PbTiO_3$ (495°C) | $Pb_{0,85}Sr_{0,15}TiO_3$ (440°C) | $Pb_{0,78}Sr_{0,22}TiO_3$ (345°C) | $Pb_{0,74}Sr_{0,26}TiO_3$ (330°C) | $Pb_{0,7}Sr_{0,3}TiO_3$ (300°C) |
| 1,67 | 8,33 | 95,9 | 90,1 | 85,6 | 81,1 | 87,1 |
| 2,86 | 7,14 | 81,3 | 77,1 | 71,7 | 68,2 | 73,1 |
| 4,80 | 5,20 | 64,1 | 59,2 | 56,3 | 54,1 | 58,8 |

няемого в стеклокомпозициях наполнителя. Но поскольку в уравнение (1) не входят в качестве переменных гранулометрический состав и форма частиц, влияющие на КТР стеклокомпозиции, полученные расчетным путем значения α_1 и K_1 наполнителя могут рассматриваться лишь как оценочные для данного гранулометрического состава.

В случае стеклокомпозиции с PbTiO_3 уравнение (1) принимает вид:

$$\alpha_{\text{СК}} = (-102,1x + 108,5) / (0,710x + 1),$$

а с учетом нормировки

$$\alpha_{\text{СК}} = (-7,242x + 7,688) / (0,050x + 0,071). \quad (4)$$

Значения $\alpha_{\text{PbTiO}_3} = 3,5 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ и $K_{\text{PbTiO}_3} = 0,121$, полученные из этого уравнения близки к экспериментально определенным значениям ($K_{\text{PbTiO}_3} = 0,159$; α_{PbTiO_3} можно приближенно считать равным нулю, хотя при температуре более 300°C наблюдается сильная нелинейность и переход КТР к отрицательным значениям).

Для стеклокомпозиции, содержащей $\text{Pb}_{0,74}\text{Sr}_{0,26}\text{TiO}_3$, становится заметной нелинейность (см. рис. 2, кривая 2), что связывается с увеличением различий в значениях K наполнителя и стекломатрицы. Уравнение (1) в этом случае принимает вид:

$$\alpha_{\text{СК}} = (-30,4x + 108,9) / (1,61x + 1),$$

а с учетом нормировки

$$\alpha_{\text{СК}} = (-2,158x + 7,73) / (0,114x + 0,071), \quad (5)$$

из которого $\alpha_{\text{Pb}_{0,74}\text{Sr}_{0,26}\text{TiO}_3} = 30,1 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$,

$K_{\text{Pb}_{0,74}\text{Sr}_{0,26}\text{TiO}_3} = 0,185$.

Разработанный с учетом оптимизации критерия ($t_c - t_p$) припоечный стеклокристаллический материал имеет КТР $= (52...55) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$, что ниже, чем у используемого в настоящее время [10]. Этот материал обеспечивает спаивание изделий с КТР $= 50...60 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ при 480°C в течение 10 мин.

Синтез наполнителей для получения этого стеклоприпоя проводится путем спекания стехиометрических количеств Pb_3O_4 , SrCO_3 , TiO_2 (категории «ХЧ») при 1200°C с последующим помолем в шаровой мельнице до удельной поверхности $1200...1400 \text{ см}^2/\text{г}$ и просеиванием через

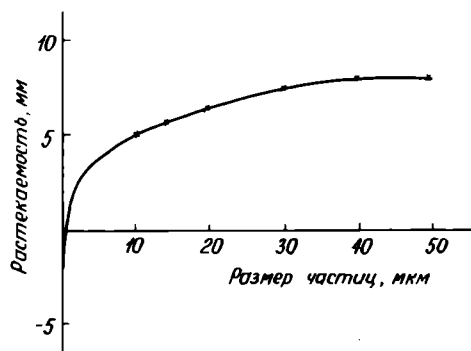


Рис. 3. Влияние размера частиц порошка наполнителя на растеканность стеклокомпозиции при температуре спаивания

капроновое сито № 0040. Средний размер частиц наполнителя составляет $10...20 \text{ мкм}$, количество частиц размером менее 3 мкм не превышало 20%.

Для создания припоечных стеклокомпозиций с высокими КТР необходимы наполнители, КТР которых выше, чем у легкоплавкого стекла. Известно, что соединения, структуры которых характеризуются невысоким коэффициентом заполнения кристаллического пространства, обладают низкими КТР: большие объемы свободного пространства «гасят» тепловые колебания атомов, и вклад ангармонических членов разложения потенциала силового взаимодействия ионов стремится к нулю. Напротив, в плотноупакованных структурах наблюдаются высокие КТР. Так, циркон, в структуре которого можно выделить вакантные полости, имеет сравнительно низкий КТР $= 42 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$. В то же время для некоторых соединений, кристаллизующихся в этом структурном типе, например RVO_4 , RAsO_4 ($\text{R} = \text{Y} - \text{Lu}, \text{Sc}$), известны плотноупакованные шеелитоподобные модификации с выровненными межкатионными расстояниями [11]. Для одного из таких соединений, в частности для PbMoO_4 , величина КТР $\sim 200 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$. Анизотропия КТР в этом соединении выражена слабо: вдоль a КТР $_a = 269 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$; вдоль c КТР $_c = 159 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$.

Аппроксимация экспериментальных данных (зависимости «КТР — объемная доля PbMoO_4 ») приводит к почти линейной функции:

$$\alpha_{\text{СК}} = (239,7x + 108,2) / (0,88x + 1),$$

а с учетом нормировки

$$\alpha_{\text{СК}} = (17,01x + 7,73) / (0,062x + 0,071), \quad (6)$$

откуда $\alpha_{\text{PbMoO}_4} = 186 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$, $K_{\text{PbMoO}_4} = 0,133$ (см. рис. 2, кривая 3). Вычисленное значение весьма близко экспериментально определенному ($200 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$).

Стеклокомпозиция с наполнителем PbMoO_4 , имеющая КТР $= (120...145) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$, обеспечивает спаивание деталей из кристаллического α -кварца, фотоситаллов, сплавов на основе Al , Ni , Cu при температурах $480...520^\circ\text{C}$.

Синтез молибдата свинца проводится отжигом стехиометрических количеств Pb_3O_4 и парамолибдата аммония (либо MoO_3) при 800°C в течение 5...10 ч. Помол до необходимого гранулометрического состава (удельная поверхность $1200...1400 \text{ см}^2/\text{г}$) осуществляют в шаровой мельнице с соотношением шаров и веществ 4:1.

Следует отметить, что на свойства стеклокомпозиций оказывает значительное влияние гранулометрический состав наполнителя. Мелкие фракции вызывают кристаллизацию стеклофазы, что уменьшает растекаемость и делает невозможным спаивание при невысоких температурах (рис. 3). Крупные фракции наполнителя практически не увеличивают его механическую и химическую прочность, так как в стеклокомпозиции оказывается повышенное количество структурных несовершенств.

Разработанные припоечные стеклокомпозиции расширяют возможности конструирования различных узлов ИЭТ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Журавлев Г.И. Стекла для электронной промышленности. — Журн. Всес. химич. общества им. Менделеева, 1982, т. 27, № 5, с. 38—45.

2. А.с. 1209627 (СССР). Припоечная стеклокompозиция/В.Б.Калинин, А.Ю.Шашков, В.Н.Сигаев и др.—Опублик. в Б.И., 1986, № 5.

3. Смоленский Г.А. Титанат свинца и его свойства.— Успехи физических наук, 1957, т. 62, № 1, с. 47.

4. Калинин В.Б., Шашков А.Ю., Сигаев В.Н. Сегнетоэлектрики и твердые электролиты как наполнители стеклокристаллических материалов.— В кн.: Тезисы докл. II Всес. совещания «Научно-технический прогресс в производстве стекла» (Окт., 1983, Москва), с. 167—168.

5. Шубников В.А., Копчик В.А. Симметрия в науке и искусстве.— М.: Наука, 1972, с. 339.

6. Калинин В.Б., Стефанович С.Ю., Ногай А. Кристаллохимия и свойства соединений с ромбоэдрическими каркасами $[M_2(ЭО_4)_3]_{100}$ и твердых растворов на их основе.— Изв. АН СССР. Неорганические материалы, 1986, т. 22, № 1, с. 107—111.

7. Никифоров Л.Г. Взаимосвязь модулей упругости с температурой плавления керамических материалов.— Изв. АН СССР. Неорганические материалы, 1983, т. 19, № 3, с. 472—475.

8. Кингери И.Д. Введение в керамику.— М.: Изд-во литературы по строительству, 1967, с. 312.

9. Wihsmann F.G., Kirsch M., Bonach U., Klenke H. Zur Eigenschaftsentwicklung niedrig erweichender und ihre Anwendung als Lötgläser/Silikattechnik, 1982, vol. B33, N 8, p. 227.

10. Заявка № 55-100239 (Япония). Стеклоприпой для изделий из Al_2O_3 /И.Кокубу, Д.Тиба, Т.Кавагути и др.—Опублик. 31.07.80.

11. Stubican V.S., Roy R. High-pressure sheelite — structure polymorphs of rare-earth vanadates and arsenates.— Z. Krist., 1963, vol. B119, N 1—2, p. 90.

Статья поступила 29 декабря 1986 г.

с тем, что производительность установки для получения ВС зависит от скорости формирования защитного покрытия. В свою очередь, свойства такого покрытия определяют механическую прочность ВС и интервал рабочих температур.

До недавнего времени в производстве ВС использовалось лишь комбинированное двухслойное покрытие, состоящее из слоя силиконовой резины, наносимого в процессе вытяжки кварцевого ВС, и полиамидного или фторопластового защитного слоя. Общая толщина такого покрытия достигает 300...400 мкм при скоростях нанесения 15...20 м/мин.

Использование покрытий на основе эпоксиакрилатов УФ-отверждения позволяет довести скорость вытягивания ВС на стандартной промышленной установке до 70...80 м/мин (при однослойном покрытии). Такие скорости являются оптимальными при получении ВС длиной 1...3 км. При более мощных источниках УФ-излучения можно и дальше повышать производительность процесса. Минимальная толщина од-

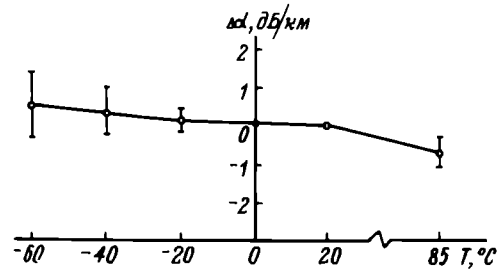


Рис. 1. Зависимость величины приращения коэффициента затухания от температуры для волоконных световодов конструкции 1

УДК 666.189.21:666.192

П.Б.Басков, Н.М.Кононова, С.В.Корышев, В.Ф.Чупраков

КВАРЦЕВЫЕ ВОЛОКОННЫЕ СВЕТОВОДЫ В ЭПОКСИАКРИЛАТНОМ ПОКРЫТИИ

Эпоксиакрилатные защитные покрытия волоконных световодов позволяют увеличить скорость вытягивания световодов до 100...200 м/мин. Такие покрытия позволяют эффективно выводить оболочечные моды, обеспечивают стабильность оптических характеристик в диапазоне температур от -60 до 85°C .

Волоконные световоды (ВС) широко используются в оптоэлектронных системах связи, различных датчиках. Разнообразие применения вызывает необходимость создания ВС с различными геометрическими и оптическими параметрами, которые в широком диапазоне температур сохраняли бы свои световедущие свойства.

Защитное покрытие играет важную роль при изготовлении ВС и их эксплуатации в реальных системах и условиях. В технологическом аспекте определяющим параметром материала покрытия является скорость отверждения. Это связано

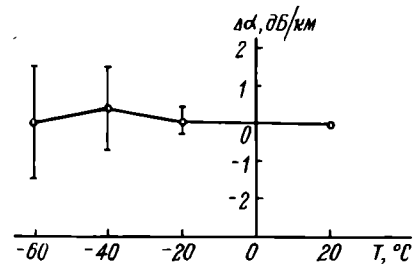


Рис. 2. Зависимость величины приращения коэффициента затухания от температуры для волоконных световодов конструкции 2

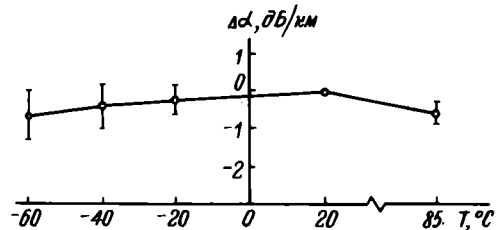


Рис. 3. Зависимость величины приращения коэффициента затухания от температуры для волоконных световодов конструкции 3

| Номер конструкции ВС | Первичное покрытие | | Вторичное покрытие | | Исходное затухание, дБ/км | Длина образца, м | Количество образцов, шт. |
|----------------------|--------------------|--------------|--------------------|--------------|---------------------------|------------------|--------------------------|
| | Материал | Толщина, мкм | Материал | Толщина, мкм | | | |
| 1 | Эпоксикарилат (ВМ) | 50 | — | — | 3,1...5,4 | 250...1050 | 34 |
| 2 | Эпоксикарилат (НМ) | 30 | Эпоксикарилат (ВМ) | 30 | 5,2 | 150...200 | 4 |
| 3 | Эпоксикарилат (ВМ) | 50 | Полиамид | 200 | 7,0 | 180...205 | 4 |

ного слоя эпоксикарилатного покрытия составляет 50 мкм. Диаметр ВС типа кварц—кварц в таком покрытии можно снизить до 225 мкм, что позволяет существенно уменьшить размеры световодных систем. С увеличением скорости вытягивания стабилизируются геометрические параметры ВС, обеспечивая уменьшение потерь сигнала при их согласовании. Показатель преломления используемых эпоксикарилатов выше, чем у стекла, поэтому такое покрытие может быть успешно использовано как для многомодовых, так и для одномодовых ВС.

В целях определения светопропускающих свойств ВС и механической прочности эпоксикарилатных покрытий (в качестве материала покрытия использовались эпоксикарилаты двух модификаций: НМ — низко модульный с модулем Юнга 10 МПа и ВМ — высоко модульный с модулем Юнга 1000 МПа) исследовались образцы ВС различных конструкций, имеющих одно- или двухслойную защитную оболочку (см. таблицу).

Величина приращения коэффициента затухания образцов ВС измерялась на длине волны 0,85 мкм. (Ошибка измерения не превышала $\pm 0,5$ дБ/км). Исследования проводились в интервале температур от -60 до 85°C с выдержкой при температурах -20 , -40 , -60 и 85°C соответственно 4, 18, 24 и 2 ч. Точность поддержания

температурного режима в испытательной камере составляла $\pm 2^\circ\text{C}$. Температурные зависимости приращения коэффициента затухания (рис. 1..3) исследованных конструкций ВС показывают, что возникающее при охлаждении увеличение оптических потерь не превышает 1,5 дБ/км (при температуре -60°C). Роста потерь при высоких температурах практически не наблюдалось ни в одном из вариантов конструкции ВС. В образцах ВС конструкции 3 — с вторичной оболочкой из полиамида — во всем интервале температур от -60 до 85°C коэффициент затухания сохранялся постоянным. Все изменения оптических потерь были полностью обратимы при возвращении температуры к комнатной как после охлаждения, так и после нагрева образцов.

Высокое качество эпоксикарилатного покрытия, полученное на образцах ВС в данной работе, обеспечило снижение притока низкотемпературных потерь в два раза по сравнению со значениями для ВС аналогичной конструкции [1] и в 5...10 раз по сравнению со значениями для ВС с УФ-отверждаемым уретанакрилатным двухслойным покрытием, толщина первичного и вторичного слоев которого составляет 70 и 60 мкм соответственно [2]. Эти результаты хорошо согласуются с выводами работ [3, 4] о том, что приток низкотемпературных потерь тем больше, чем толще вторичное покрытие.

Исследование механической прочности (при скорости нагружения 80 мм/мин) ВС с однослойным покрытием показало (рис. 4), что абсолютные значения разрывной прочности на уровне 50% вероятности — как исходные, так и после 4 тыс.ч хранения при 20°C — с точностью до 10% совпадают с данными, приведенными в работах [5, 6]. Характер изменения прочностных свойств во времени аналогичен представленному в работе [5], следует отметить снижение разрывной прочности на 20% после 4 тыс.ч нахождения ВС в дистиллированной воде в условиях воздействия на образцы постоянной растягивающей нагрузки 0,2 Н.

Таким образом, ВС с УФ-отверждаемыми эпоксикарилатными покрытиями с точки зрения уровня низкотемпературных потерь и механической прочности перспективны для практического использования.

ЛИТЕРАТУРА

1. Изготовление и исследование волоконных световодов с малыми потерями и УФ-отверждаемым полимерным покрытием/В.П.Минкович, Б.Г.Задонцев, В.В.Григорьянц и др.— Квантовая электроника, 1984, т. 11, № 9, с. 1876—1878.
2. Low temperature characteristics of uw-curable resin coated optical fiber/N.Yoshizawa, M.Ohnishi, O.Kawata at all.— J.Lightwave Technol, 1985, vol. LT-3, N 4, p. 779—784.
3. Морозостойкие волоконно-оптические модули/

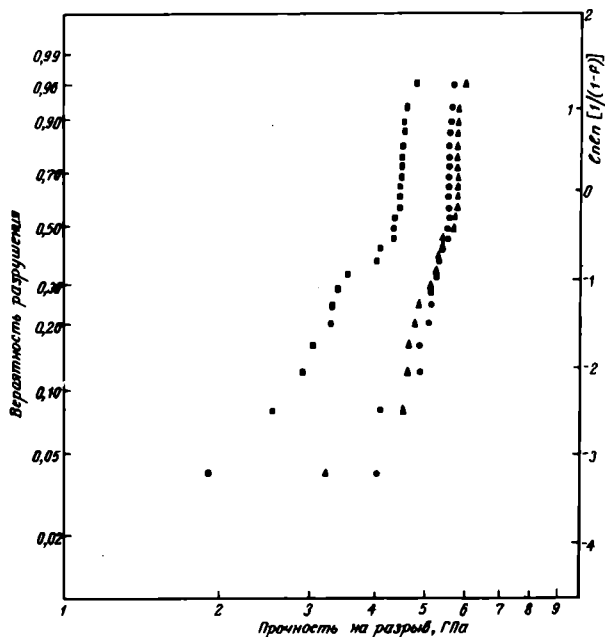


Рис. 4. Вейбулловские графики функции распределения удельной разрывной прочности волоконных световодов конструкции 1: ● — исходная прочность при 20°C ; ▲ — прочность после 4 тыс.ч хранения при 20°C ; — прочность после 4 тыс.ч нахождения в воде при 20°C под нагрузкой 0,2Н.

А.А.Абрамов, Г.Ю.Боркина, М.М.Бубнов и др.— Квантовая электроника, 1985, т. 12, № 9, с. 1951—1954.

4. Attenuation increase mechanism of jacketed and cabled fibers at low temperature/Y.Sugawara, T.Kobayashi, H.Tanaka et al.— Trans. Inst. Electr. Commun. Engin. Japan, 1979, vol. J62-C, N 12, p. 864—871.

5. Wang T.T., Zupko H.M., Long-term mechanical behavior of optical fibers with a u.v.-curable epoxy acrylate.— J. Mater. Scien., 1978, vol. 13, N 10, p. 2241—2248.

6. Static and dynamic fatigue of high-strength epoxy-acrylate glass fibers coated with a uv-curable epoxy-acrylate/H.Schonhorn, T.T.Wang, H.N.Vazirani et al.— J. Appl. Phys., 1978, vol. 49, N 9, p. 4783—4787.

Статья поступила 29 декабря 1986 г.

УДК 669.018.95

Т.В.Лисицкая, Р.Д.Нураллева,
В.В.Соснин, Г.Н.Суровая

КОМПОЗИЦИОННЫЙ СПЛАВ С ПОВЫШЕННЫМИ ИМПУЛЬСНЫМИ СВОЙСТВАМИ

Разработана технология изготовления и дополнительной механической обработки сплава 52К9ФН, обеспечивающая в определенных отрезках проволоки необходимое сочетание структурных, магнитных и упругих свойств, приводящее к перемагничиванию такого отрезка и дающее возможность получения в обмотке, нанесенной на проволоку, импульсов напряжения с амплитудой более 10 В.

Оснащение электроники, автоматики и вычислительной техники устройствами бесконтактной коммутации и ввода информации на новых физических принципах, обеспечивающих повышение надежности и стабильности устройств, миниатюризацию, снижение энергоемкости и стоимости изделий — важная и актуальная задача. Одним из направлений ее решения является разработка и использование магнитоимпульсных элементов на основе материала 52К9ФН, обладающего повышенными импульсными свойствами.

Для перспективного использования магнитоимпульсные элементы должны удовлетворять следующему требованию: при сопротивлении нагрузки 100 кОм и сопротивлении постоянному току ~ 250 Ом они должны вырабатывать импульс напряжения амплитудой ≥ 5 В и длительностью, не превышающей 20 мкс. Это обусловлено необходимостью создания универсальных устройств бесконтактной коммутации, способных работать с разнообразными типами интегральных микросхем [1, 2].

Для определения условий получения повышенных импульсных характеристик было проведено исследование структуры, магнитных и упругих свойств проволоочных образцов сплава 52К9ФН. Благодаря его особенностям магнитоимпульсные элементы в знакопеременном магнитном поле имеют пороговый характер срабатывания, не требуют усиления и не потребляют электроэнергию.

Исследование проводили на холоднотянутых образцах (степень обжатия 95%) и закаленных от различных температур (в интервале 750...925°C). Намагниченность насыщения, остаточная индукция и коэрцитивная сила определялись на образцах диаметром 0,3 мм и длиной 13 мм на автоматизированной установке УММП-15 в режиме медленно меняющегося поля, магнитострикция — фотометрическим методом на образцах такого же диаметра, но длиной 150 мм. Импульсные свойства оценивали с помощью запоминающего осциллографа С8-13 в измерительной катушке с 2000 витков из провода ПЭТВ-Р диаметром 0,05 мм.

Рентгенографическими исследованиями установлено, что образцы в исходном состоянии, которому соответствуют максимальные значения намагниченности, имеют ОЦК структуру α -фазы. После закалки образцов на рентгенограммах наряду с линиями ОЦК α -фазы появляются слабые линии ГЦК γ -фазы. При этом намагниченность снижается, а коэрцитивная сила и остаточная индукция возрастают, что объясняется двухфазным состоянием сплава после закалки. Поскольку γ -фаза немагнитна, по изменению намагниченности насыщения можно судить об изменении соотношения фаз. Наибольшее количество остаточного аустенита сохраняется после закалки от температуры 750°C (рис. 1). При повышении температуры до 825°C количество остаточного аустенита уменьшается, намагниченность насыщения растет. Дальнейшее повышение температуры закалки ведет к стабилизации количества остаточного аустенита и намагниченности насыщения. Остаточная индукция при повышении температуры закалки от 750 до 800°C возрастает, становясь постоянной при дальнейшем повышении температуры закалки. Иной характер изменения имеет коэрцитивная сила.

Результаты термического анализа свидетельствуют о следующей последовательности фазовых и структурных изменений при нагреве холоднотендерформированных образцов сплава 52К9ФН: в интервале температур 200...300°C про-

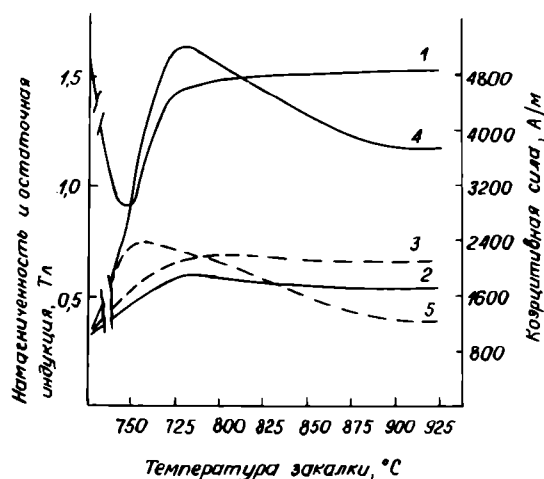


Рис. 1. Зависимость намагниченности насыщения (1), остаточной индукции (2, 3) и коэрцитивной силы (4, 5) образцов сплава 52К9ФН от температуры закалки. Штриховыми линиями показано изменение параметров образцов, закаленных после механической обработки

исходит снятие структурных искажений, вызванных пластической деформацией, в интервале 520...830°C — бездиффузионное $\alpha \rightarrow \gamma$ превращение. При охлаждении до $\sim 160^\circ$ протекает мартенситное $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение.

Из зависимостей, приведенных на рис. 2, видно, что если статические магнитные свойства образцов в интервале температур 800...925°C практически не зависят от температуры закалки, то магнитострикция и амплитуда импульса напряжения максимальны примерно при 825°C. При этой же температуре наблюдается резкий спад значений модуля упругости, а также заканчивается бездиффузионное $\alpha \rightarrow \gamma$ превращение при нагреве.

Дополнительная механическая обработка, включающая пластическую и упругую деформации и проводимая с целью достижения необходимых импульсных свойств, приводит к появлению на частной петле гистерезиса участков с резким изменением намагниченности (рис. 3), возрастанию намагниченности насыщения за

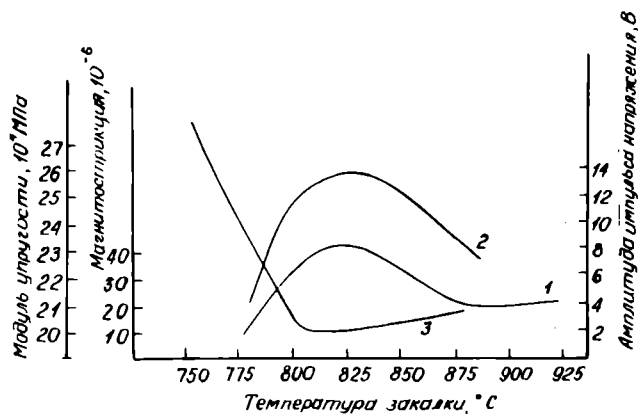


Рис. 2. Зависимость магнитострикции (1), амплитуды импульсов напряжения (2) и модуля упругости (3) от температуры закалки

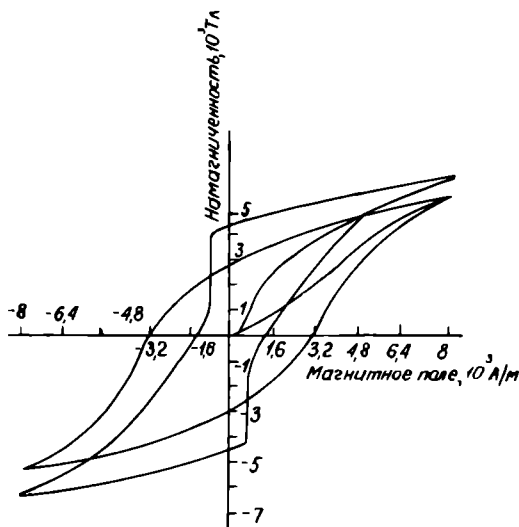


Рис. 3. Частные петли гистерезиса образцов сплава 52К9ФН после закалки (1) и механической обработки (2)

счет образования мартенсита деформации, к повышению остаточной индукции и снижению значений коэрцитивной силы.

Мартенситное превращение в зависимости от вида деформации протекает с различной интенсивностью. Деформация растяжением способствует образованию α -фазы, так как $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение сопровождается увеличением объема. Механической обработкой в отрезке проволоки создаются области с различным распределением внутренних напряжений. Это различие усугубляется фазовыми напряжениями, возникающими в результате $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения, идущего в этих областях с разной интенсивностью. Намагниченность насыщения образцов после закалки и механической обработки остается несколько ниже намагниченности холоднодеформированных образцов, что свидетельствует о сохранении некоторого количества немагнитной γ -фазы.

Анализ изменения уровня внутренних напряжений в процессе дополнительной деформации свидетельствует об их уменьшении на 25...30% по сравнению с закаленным состоянием. Возможно, дополнительная направленная деформация отрезков проволоки, находящихся после закалки в напряженном состоянии, приводит к релаксации напряжений и перераспределению их таким образом, что уменьшаются суммарное значение напряжений и их градиент. На это же указывает и уменьшение значений коэрцитивной силы, которая, как известно, в материалах с большой магнитострикцией сильно зависит от величины и градиента внутренних напряжений. Оценка по изменению намагниченности объема перемещающейся скачком области дает величину $\sim 10^{-6}$ см³, что более чем на порядок больше объема, перемещающегося при обычных скачках Баркгаузена.

Таким образом, в отрезках проволоки длиной 13 мм и диаметром 0,3 мм закалкой создается определенное двухфазное состояние с областями немагнитной γ -фазы в магнитной α -фазе. Дополнительная деформация вызывает направленные напряжения, которые благодаря высокой магнитострикции приводят к образованию магнитной текстуры, способствующей перемещению большой области материала скачком, генерирующем импульс напряжения необходимой амплитуды.

ЛИТЕРАТУРА

1. Композиционные магнитные материалы со сложной формой петли гистерезиса/Р.Д.Нуралиева, О.Г.Вербичкий, Ю.Л.Бормотов, С.П.Поляков. — М., 1983. — Вып. 3. Материалы.
2. Обзоры по электронной технике. Новые направления в технике бесконтактной коммутации/Е.М.Морозов, А.А.Комиссаров, Ю.А.Пименов. — Сер. 5. Радиодетали и радиокомпоненты. — М., 1983. — вып. 3.

Статья поступила 19 января 1987 г.

ИЗМЕРЕНИЯ И КОНТРОЛЬНО-ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ АППАРАТУРА

УДК 621.315.592.2

В.В.Батавин, В.С.Пантуев, В.А.Петухов

ПРИБОРЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ТИПА ПРОВОДИМОСТИ
МАТЕРИАЛОВ $A^{III}B^V$ И КРЕМНИЯ

Определение типа проводимости материалов в ряде случаев представляет достаточную трудность. Так, при определении типа проводимости материалов $A^{III}B^V$ в связи с высоким контактным сопротивлением зонд—полупроводник требуется предварительная формовка контактов, а для тонких высокоомных слоев кремния необходимо применение приборов с высокой чувствительностью.

Разработанный прибор с автоматической формовкой контактов (рис. 1) обеспечивает оперативный контроль типа проводимости материалов $A^{III}B^V$. В основу его работы положен принцип

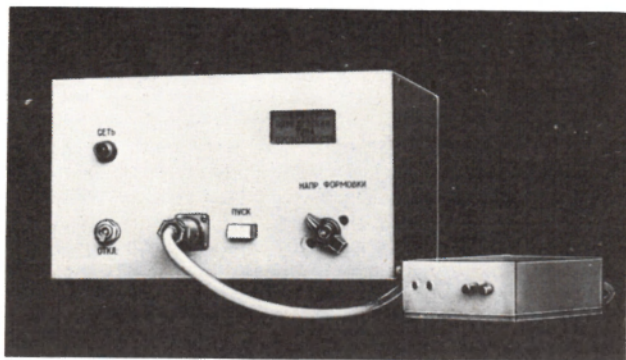
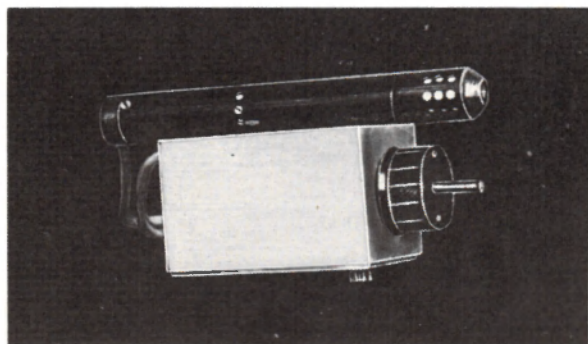
Рис. 1. Прибор для определения типа проводимости материалов $A^{III}B^V$ 

Рис. 2. Прибор для определения типа проводимости тонких высокоомных эпитаксиальных слоев кремния

регистрации сигнала термо-э.д.с. между двумя зондами, установленными на поверхности образца, один из которых нагрет.

Прибор работает в автоматическом режиме. Перед началом измерения на зонды подается импульс напряжения с устройства формовки, после чего устройство управления переключает прибор в режим измерения. Если в первом цикле формовка не произошла, то циклы автоматически повторяются до тех пор, пока прибор не зарегистрирует наличие сигнала термо-э.д.с. между зондами, после чего процесс формовки контактов прекращается. Усиленный сигнал термо-э.д.с. подается на индикатор типа проводимости, выполненный на двух светодиодах, расположенных на корпусе зондовой головки. Напряжение формовки устанавливается переключателем на передней панели прибора в диапазоне 20...100 В с дискретностью 20 В.

Прибор обеспечивает высокую производительность процесса измерений, надежен и прост в обслуживании.

В режиме с отключенной формовкой он может быть использован для определения типа проводимости монокристаллического кремния.

Основные технические характеристики

| | |
|--|------------|
| Удельное сопротивление образцов, Ом·см | 0,01...500 |
| Напряжение формовки, В | 20...100 |
| Температура нагреваемого зонда, °С | 80 ± 10 |

Для определения типа проводимости тонких высокоомных эпитаксиальных слоев кремния разработан малогабаритный прибор (рис. 2), состоящий из зондовой головки и блока питания (размеры зондовой головки $\varnothing 22 \times 185$ мм, блока питания $140 \times 60 \times 60$ мм). Внутри зондовой головки расположены подвижный нагреваемый зонд, плата усилителей и элементы индикации — светодиоды. Вторым зондом служит металлическая конусообразная насадка на нижней части зондовой головки. Размещение платы усилителей в непосредственной близости от зондов позволило снизить их чувствительность к наводкам и повысить коэффициент усиления, что дало возможность получить надежную регистрацию значений токов $2 \cdot 10^{-9}$ А. Для улучшения контакта с эпитаксиальным слоем наконечник нагреваемого зонда изготовлен из карбида вольфрама.

С помощью этого прибора осуществляется оперативный контроль типа проводимости тонких эпитаксиальных слоев, монокристаллов и пластин кремния. Кроме того, прибор позволяет определить однородность типа проводимости по площади пластины — достоверные результаты получены для эпитаксиальных слоев кремния толщиной 0,5 мкм с удельным сопротивлением до 50 Ом·см.

Статья поступила 1 декабря 1986 г.

УДК 669.018.25:621.318.2

Ф.В.Васильева, И.М.Кучинская, И.М.Мяляев,
Т.В.Соколова, П.Н.Щеценко

МАГНИТОТВЕРДЫЕ БЫСТРОЗАКАЛЕННЫЕ СПЛАВЫ СИСТЕМЫ Fe-Nd-B

Быстрозакаленные магнитотвердые сплавы системы Fe—Nd—B используются для постоянных магнитов по технологии магнитоластов. По магнитным параметрам такие магниты приближаются к магнитоластам с наполнителями из текстурированных сплавов системы Sm—Co. Преимущество их — в использовании более дешевых и менее дефицитных материалов, а также более простой и дешевой технологии.

В последние годы все большее внимание привлекает изготовление сплавов, содержащих соединения кобальта и (или) железа с редкоземельными элементами, методами быстрой закалики расплава, т.е. путем выдавливания струи жидкого металла на поверхность быстро вращающегося холодильника (диска, валков, барабана). При этом получают магнитный материал в виде фрагментов лент или чешуек толщиной в несколько десятков микрон и шириной несколько миллиметров, который может быть использован для производства изотропных постоянных магнитов по технологии магнитоластов с уровнем магнитных параметров $B_c=0,6...0,7$ Тл, $|BH|_{max}=70$ кДж/м³, что приближается к уровню аналогичных магнитов с наполнителем из текстурированных сплавов системы Sm—Co [1]. После двойного горячего прессования быстрозакаленных сплавов системы Fe—Nd—B благодаря созданию в материале в процессе пластического течения кристаллической текстуры, совпадающей по направлению с осью легчайшего намагничивания сплава [2], достигаются значения $|BH|_{max}=320$ кДж/м³ при $B_c=1,3$ Тл и $H'_{cm}=880$ кА/м.

Использование методов пластической деформации открывает возможности существенного расширения номенклатуры изделий из магнитотвердых сплавов. Так, например, для быстрозакаленных сплавов системы Fe—Nd—B, содержащих 28...34,4% Nd, 0,7...1,5% В (Fe — остальное), получены $|BH|_{max}$ до 112 кДж/м³, $B_c=0,7...0,8$ Тл, H_{cm} до 1400 кА/м (рис. 1). При изменении содержания неодима от 25 до 30% в сплаве резко возрастает коэрцитивная сила, после чего увеличение количества неодима мало влияет на этот параметр (рис. 2). Остаточная индукция и максимальная магнитная энергия монотонно снижаются с повышением массовой доли указанного элемента с 21 до 44%.

Исследование методами рентгеноструктурного анализа структуры сплавов с различным содержанием неодима в исходном быстрозакаленном состоянии и после отжига при 650...750°C в течение 1 ч показало, что при всех использованных в процессе быстрой закалики скоростях охлаждения структура сплава из смешанной аморфно-кристаллической (на фоне диффузного галло, характеризующего аморфное состояние, видны отдельные максимумы, характерные для кристаллической фазы) становится полностью кристаллической.

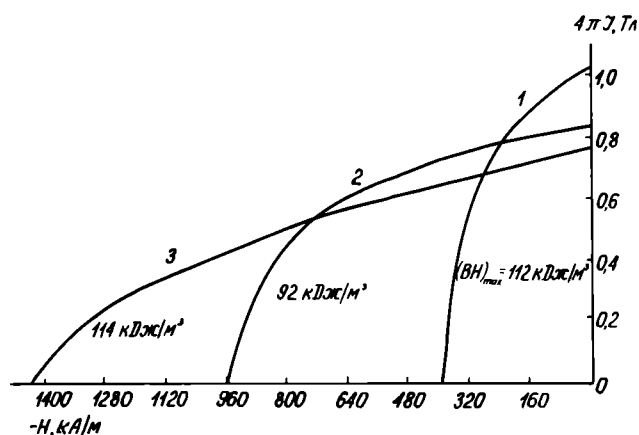


Рис. 1. Кривые размагничивания сплавов Fe-Nd-B с различным содержанием неодима: 1 — 21; 2 — 28,7; 3 — 34,4%

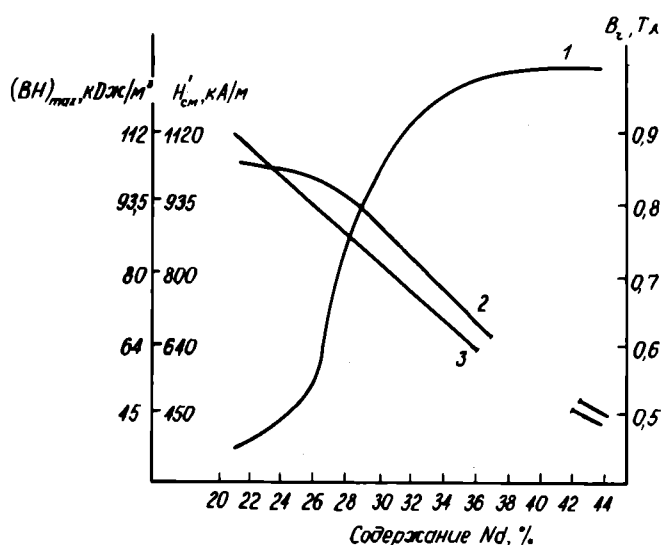


Рис. 2. Зависимость магнитных параметров быстрозакаленных сплавов Fe-Nd-B от содержания неодима (1 — H'_{cm} ; 2 — $|BH|_{max}$; 3 — B_c)

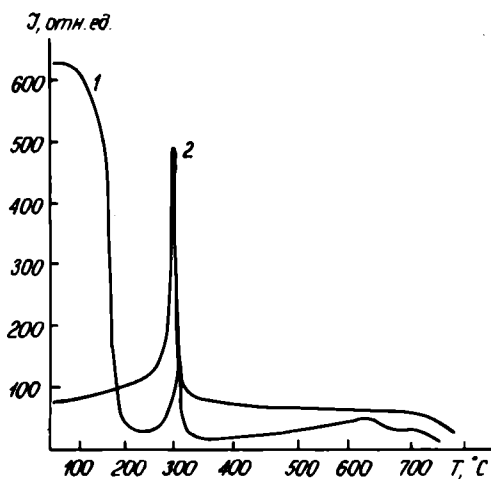


Рис. 3. Термомагнитные кривые сплава Fe-Nd-B, содержащего 30% Nd, в исходном быстрозакаленном состоянии (кривая 1) и при повторных измерениях (кривая 2)

Фазовым рентгеноструктурным анализом сплавов установлено, что если содержание неодима ниже 30%, в структуре присутствуют фазы α -Fe и $Fe_{14}Nd_2B$, при содержании неодима более 30% обнаруживается только последняя фаза.

Независимо от содержания неодима в сплаве на термоманитных кривых сплавов Fe—Nd—B выявляются точки Кюри аморфной фазы (180...190°C), магнитотвердой фазы $Fe_{14}Nd_2B$ (300...320°C) и эффект Гопкинсона, выражающийся в более или менее резком возрастании намагниченности при температурах ~300°C. В сплавах с содержанием неодима ниже 30% при температурах ~800° обнаруживается точка Кюри фаз на основе α -Fe (рис. 3). Для сплава, содержащего 18% Co, который заменяет железо, температуры Кюри аморфной и магнитотвердой фаз увеличиваются соответственно до 340 и 460°C.

Наложение магнитного поля (~240 кА/м) в процессах отжига и последующего охлаждения ведет к существенному возрастанию магнитных параметров сплавов по сравнению с аналогичными процессами без наложения магнитного поля. После такой термоманитной обработки уровень магнитных параметров даже превышает значения этих параметров после отжига при 700°C в течение 1 ч.

Таким образом, быстрозакаленные сплавы системы Fe—Nd—B могут быть использованы в качестве наполнителя при изготовлении магнитов по технологии магнитоластов. При этом магнитные параметры соответствуют требованиям ТУ на магниты, изготавливаемые из магнитоласта с наполнителем из текстурованного сплава $SmCo_5$.

ЛИТЕРАТУРА

1. EP № 0125752. 09.05.1983.
2. Lee R.W. Hot-pressed neodymium — iron—boron magnets.— Appl. Phys. Lett., 1985, vol. 46, p. 790.

Статья поступила 19 января 1987 г.

УДК 669.018.58:621.313

Л.А.Кавалерова, И.А.Малько, И.М.Мялев, А.П.Селезнев, Б.А.Яковлев

СПЛАВЫ ДЛЯ ГИСТЕРЕЗИСНЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ

Отечественной промышленностью в гистерезисных и магнитоэлектрических преобразователях энергии применяются сплавы 4 групп [1]:

1. На основе системы Fe-Co-Y — для двигателей повышенной мощности.
2. На основе систем Fe-Co-Cr-Y и Fe-Co-Ni-Y с пониженным содержанием кобальта — для двигателей с рабочими полями 1,6...96 кА/м.
3. На основе систем Fe-Co-Y-Mo и Fe-Cr-W — для двигателей с рабочими полями 2,4...270 кА/м.
4. На основе систем Fe-Ni-Mn, Fe-Ni-Al-Nb, Al-Ni-Co — для двигателей с рабочими полями 4...160 кА/м.

Эти материалы различаются как по химическому составу, так и по режимам термической обработки, магнитным и гистерезисным характеристикам (табл. 1) [1]. В гистерезисных преобразователях энергии, где перемагничивание активного слоя происходит под действием магнитодвижущих сил статора, используются сплавы с малой коэрцитивной силой $H_c=2...30$ кА/м. В магнитоэлектрических преобразователях энергии постоянные магниты должны иметь $H_c=50...200$ кА/м. У перечисленных магнитотвердых сплавов обычно не удается обеспечить удовлетворительные гистерезисные характеристики одновременно при малых и при больших значениях коэрцитивной силы. Сплавы даже одной группы, различающиеся по составу, могут работать лишь в определенном диапазоне полей. Так, например, изменение содержания вольфрама в сплавах типа 5XB на 6% изменяет $H_{\mu \max}$ в 2 раза.

Применимость магнитотвердых материалов в активной части гистерезисных двигателей в режиме перемагничивания определяется магнитными характеристиками, снятыми в переменном магнитном поле. Вместе с тем, оценивая качество этих материалов, следует рассматривать не предельные петли гистерезиса, а характеристики вблизи максимальной амплитудной проницаемости μ_{\max} (точка перегиба основной кривой намагничивания): необходимым условием пригодности является попадание точки, соответствующей μ_{\max} , в диапазон рабочих полей гистерезисных двигателей (2...35 кА/м). Лучшим магнитотвердым материалом в заданном поле следует считать материал, который имеет не только наибольшие удельные потери на гистерезис, но и наибольший коэффициент выпуклости петли. Поэтому материалы для активной части ротора гистерезисного двигателя оценивают комплексом гистерезисных параметров: напряженностью поля максимальной проницаемости и характеристиками, снятыми при намагничивании этим полем, максимальной индукцией, коэффициентом выпуклости петли, удельными потерями на

гистерезис и отношениями (B_r/B_m) и (H_c/H_m) и μ_{\max}

Напряженность поля максимальной проницаемости — величина заданная, так как определяется рабочим полем двигателя, а величины K_v , B_m , (H_c/H_m) , (B_r/B_m) для обеспечения высоких параметров двигателя должны обладать максимально возможными значениями. Перечисленные факторы могут быть заданы также в некоторой фиксированной точке основной кривой намагничивания, например, наиболее часто при $B_{\mu \max}=1$ Тл.

Из перечисленных групп сплавов наиболее часто в производстве постоянных магнитов с высокой удельной магнитной энергией применяются сплавы системы альнико (ГОСТ 17809-72), а

в качестве гистерезисного материала — кобальтовые сплавы типа викаллоу [1].

Сплавы типа викаллоу обладают наилучшими на данный момент гистерезисными свойствами

($K_v = 0,5...0,7$; H_c до 0,75; B_r до 0,85). Однако они имеют ряд недостатков: чувствительность к температуре отпуска (при отпуске сплавов типа 52КФ температуру необходимо поддерживать с точностью $\pm 2...3^\circ\text{C}$), высокое содержание остродефицитных компонентов (кобальта до 52%, ванадия до 13%), высокая стоимость

(стоимость активной части ротора из викаллоя достигает 38% общей стоимости двигателя), низкая технологичность (после термообработки допускается только шлифование с малыми подачами), значительные отходы материала (50...70%), большой процент брака в заготовках (до 20...30%) из-за невозможности исправления брака в результате нарушения режимов термообработки; ограниченный сортамент (листы и проволока). Эти недостатки не позволяют изготовить активную часть ротора в виде единой заготовки, что наиболее рационально при конструировании двигателей.

Сплавы альинко трудоемки в изготовлении, формобразование изделий из этих сплавов возможно только литьем методом направленной кристаллизации, их термообработка осуществляется в печах периодического действия, что снижает производительность труда. При существующей технологии изготовления магнитотвердых материалов выход годных не превышает 25...45% [1]. Изделия из сплава альинко подвергаются только шлифованию из-за высокой твердости материала, причем брак по сколам и трещинам достигает 50%. При размерной обработке литых заготовок велики безвозвратные потери исходного материала.

Сплавы на основе системы Fe-Cr-Co можно использовать в качестве магнитополужеских. По сравнению с викаллоем эти сплавы содержат в 3...5 раз меньше кобальта (10...15%), в их состав не входит ванадий, они примерно в 2,5 раза дешевле викаллоя. Сплавы на основе Fe-Cr-Co хорошо поддаются механической обработке резанием, ковке, вытяжке, штамповке, допускают пластическую деформацию после термообработки. Незначительно изменив режимы термообработки, разработанные для этих сплавов, можно придать им магнитные свойства, не уступающие свойствам лучших сплавов викаллоем. По уровню полей (2...30 кА/м), например, сплав 25X15КА, имеющий высокие гистерезисные свойства (табл. 2) [2], может заменить существующие гистерезисные материалы. Кроме того, сплавы на основе Fe-Cr-Co обладают следующим преимуществом: после термообработки имеют расширенную по магнитной индукции область высоких значений таких относительных параметров, как $[B_r]$, $[H_c]$ и $[K_v]$ (см. рисунок). Постоянство указанных параметров в широком диапазоне магнитных индукций позволяет широко варьировать значения рабочих индукций в роторе гистерезисного электродвигателя, что упрощает его проектирование и изготовление.

Таблица 1

Стандартные материалы для роторов гистерезисных двигателей

| Марка сплава | Состав (%) | Тип заготовки | $H^{\mu_{\max}}$, кА/м | $B^{\mu_{\max}}$, Тл | $K_v^{\mu_{\max}}$, отн.ед. | $(B_r/B)^{\mu_{\max}}$, отн.ед. | $(H_c/H)^{\mu_{\max}}$, отн.ед. |
|------------------------|---|-------------------------|---------------------------------------|-----------------------|---|----------------------------------|--|
| 5X10B 5X16B 5XMB | Cr(5)W(10) Cr(5)W(16) Cr(5)Mo(1)W(8) | Поковка То же —»— | 2,5...3,5 7,0...9,0 10,0...26,0 | 1,1 0,85 0,8 | 0,5...0,55 0,5...0,55 0,45...0,55 | 0,8 0,8 0,8...0,85 | 0,65...0,7 0,65...0,7 0,65...0,7 |
| Ю9Н10 Ю11Н16 | Al(9)Ni(10) Al(11)Ni(16) | Отливка То же | 4,0 20 | 0,9 0,9 | 0,6 0,6 | 0,82 0,82 | 0,75 0,75 |
| ЮН11 ЮН13 | В соответствии с ОСТ180393—79 | Прессовка То же | 3,0 4,0 | 0,95 0,95 | 0,6 0,6 | 0,82 0,82 | 0,75 0,75 |
| 52К5Ф 35КХ8Ф | В соответствии с ТУ 14-1-826-34 В соответствии с ТУ 14-1-1252—75 | Прокат То же | 4,0...5,2 6,1...8,6 | 1,3 1,98 | 0,5...0,6 0,55...0,6 | 0,8...0,85 0,7...0,8 | 0,7...0,75 0,63...0,65 |

Таблица 2

Гистерезисные свойства материалов на основе системы Fe—Cr—Co

| Марка сплава | Состав (%) | $H^{\mu_{\max}}$, кА/м | $B^{\mu_{\max}}$, Тл | $K_v^{\mu_{\max}}$, отн.ед. | $(B_r/B)^{\mu_{\max}}$, отн.ед. | $(H_c/H)^{\mu_{\max}}$, отн.ед. |
|--|---|--------------------------------------|--|--|--|---|
| Ю8Н13К13 Ю8Н14К15 25X15К 25X15К без терромаг- нитной об- работки | Al(8)Ni(13)Co(13) Al(8)Ni(14)Co(15) Cr(25)Co(15) Тот же | 2...14 3...20 2...45 2...45 | 1,0 0,9...1,0 0,9...1,1 0,8...0,9 | 0,75...0,82 0,75...0,82 0,7...0,85 0,45...0,5 | 0,85...0,9 0,82...0,9 0,75...0,9 0,75 | 0,8...0,9 0,85...0,95 0,9...0,95 0,7 |
| 52К5Ф 35КХ8Ф | В соответствии с ТУ 14-1-826-34 В соответствии с ТУ 14-1-1252—75 | 4,0...5,2 6,1...8,6 | 1,3...1,4 0,55...0,6 | 0,5...0,6 1,98...1,2 | 0,8...0,85 0,7...0,8 | 0,7...0,75 0,63...0,65 |

Высокие гистерезисные свойства сплавов на основе Fe-Cr-Co формируются при термомагнитной обработке в круговом магнитном поле — постоянном либо переменном промышленной частоты [2]. Для получения необходимой в гистерезисных двигателях жесткости материала $H_c = 2...30$ кА/м требуются иные режимы отпуска, чем для постоянных магнитов. Отпуск проводят со скоростью охлаждения $5^\circ\text{C}/\text{мин}$ в интервале температур $560...600^\circ\text{C}$.

Результаты применения сплава 25X15KA в девяти типоразмерах гистерезисных двигателей, где он заменил сплав викаллой, показали, что электромеханические характеристики двигателей улучшаются на $10...30\%$, при этом трудозатраты при механической обработке и сборке роторов, а также брак по термообработке уменьшаются [3].

Основным недостатком сплавов на основе Fe-Cr-Co является температурная нестабильность коэрцитивной силы и связанных с ней гистерезисных характеристик.

При исследовании зависимости коэрцитивной силы от режима термической обработки (ТМО) сплавов системы Fe-Cr-Co обнаружено, что после ТМО при 640°C в течение 30 мин наблюдается резкий рост H_c в интервале температур $20...400^\circ\text{C}$ от относительно низких значений при комнатной температуре до 80 кА/м при 400°C . Такой характер изменения H_c объясняется изменением разности намагниченности двух фаз, так как после отпуска при 640°C α_2 -фаза еще ферромагнитна и при нагреве ее намагниченность резко снижается, тогда как намагниченность α_1 -фазы

изменяется незначительно. При дальнейшем отпуске температура Кюри α_2 -фазы снижается и перемещается в область отрицательных температур. В таком состоянии температурная нестабильность коэрцитивной силы сплава составляет около 3% .

Температурные изменения индукции в зависимости от режимов термообработки также обусловлены величиной намагниченности α_2 -фазы. После обработки при 640°C B_r сильно снижается с ростом температуры, что обусловлено температурной зависимостью остаточной индукции α_2 -фазы, которая после такого отпуска еще сохраняет намагниченность при комнатной температуре.

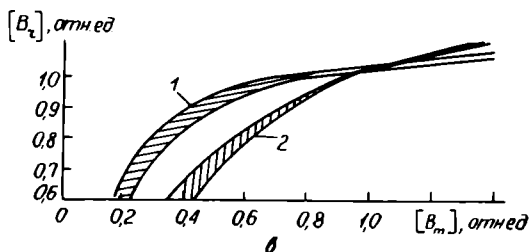
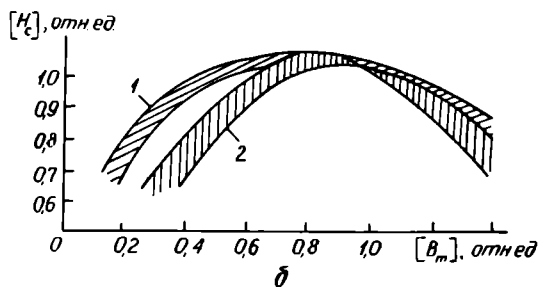
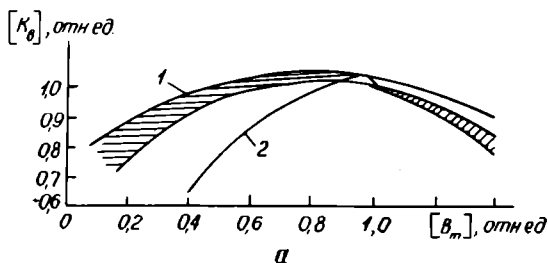
В сплавах на основе Fe-Cr-Co, обработанных на жесткость в полях напряженностью $2...30$ кА/м, из-за недостаточной степени распада температурная нестабильность коэрцитивной силы достигает $10...30\%$.

Дальнейшие работы применительно к сплавам системы Fe-Cr-Co связаны с повышением стабильности их магнитных и гистерезисных свойств. Решение этой задачи будет способствовать широкому внедрению сплавов Fe-Cr-Co в производстве гистерезисных двигателей для приборной электронной промышленности.

ЛИТЕРАТУРА

1. Учитель М.А., Плотников О.В., Башкиров В.М. — В кн.: Труды Всесоюзного научно-исследовательского ин-та электроизмерительных приборов. — М.: Лениздат, 1974, № 2, с. 125—128.
2. Селезнев А.П., Яковлев Б.А. Формирование улучшенных магнитных свойств в роторе гистерезисного двигателя. — Труды Моск. энерг. ин-та, 1983, вып. 599, с. 90—94.
3. Универсальный сплав для гистерезисных и магнитоэлектрических преобразователей энергии/В.Б.Никаноров, А.П.Селезнев, Б.А.Яковлев, И.М.Милаев. — Труды Моск. энерг. ин-та, 1985, вып. 67, с. 109—113.
4. Белозеров Е.В., Майков В.Г. Высокотемпературные измерения магнитных свойств в процессе распада сплавов типа Fe—Cr—Co. — Тезисы докладов VI Всесоюзной конференции по постоянным магнитам. — Владимир, 1979, с. 52—54.
5. Cremer R., Pfeiffer I. Permanent magnet properties of Cr—Co—Fe alloys. — Physica, 1975, vol. 80B, pp. 164—176.

Статья поступила 29 декабря 1986 г.



Зависимость относительных гистерезисных характеристик сплава 25X15KA (кривая 1) и викаллой (кривая 2) от относительной индукции: а — $[B_c]$; б — $[H_c]$; в — $[B_r]$

УДК 669.018.47

Л.Ф.Арцишевская, Ф.В.Иванов-Филиппов,
Т.Г.Короткова, В.Х.Левинзон,
Л.В.Рослякова

СПЛАВЫ ДЛЯ СПАЕВ С МЯГКИМИ СТЕКЛАМИ

Для спаев с мягкими стеклами разработаны две марки сплавов: 18ХТФЮ, не содержащий никеля, и 42НХЮ, экономно легированный никелем.

Сплав 18ХТФЮ на основе железа является усовершенствованной модификацией сплава 18ХТФ, который применялся для изготовления

металлических конусов кинескопов. В результате установления жестких пределов содержания основных химических элементов в сплаве и микролегирования достигнута высокая стабильность структуры и хорошая технологичность сплава. Поскольку сплав имеет ОЦК структуру, его расширение обратимо в интервале температур эксплуатации. Кривая температурной зависимости относительного удлинения не имеет перегиба, характерного для сплавов на основе железо—никель вплоть до температуры размягчения стекла. Поэтому расширение сплава и стекла можно считать идеально согласованным. Сплав 18ХТФЮ разработан для изготовления фиксаторов маски цветных кинескопов в паре со стеклом типа С99-1, ТКЛР которого приведен в табл. 1.

Таблица 1

| Марка сплава и стекла | Температурный коэффициент линейного расширения, 10^{-6} K^{-1} в интервале температур от 20°C до | | | | | Температура перегиба кривой расширения, °C |
|-----------------------|--|------|------|-------|------|--|
| | 100 | 200 | 300 | 400 | 500 | |
| Стекло С99-1 | 8,8 | 9,8 | 10,3 | 10,8 | 11,4 | 460 |
| 18ХТФЮ | 10,0 | 10,4 | 10,8 | 11,2 | 11,4 | — |
| Стекло С98-2 | 8,8 | 9,5 | 10,0 | 10,43 | — | 450 |
| 42НХЮ | 6,3 | 6,5 | 7,8 | 9,6 | 10,8 | 270 |
| 50НЗХЮ | 9,6 | 9,5 | 9,5 | 9,9 | 10,9 | 385 |
| 47НХР | 8,6 | 8,6 | 8,6 | 9,7 | 10,9 | 330 |

Сплав 42НХЮ предназначен для спаев со стеклами типа С94-1, имеющих ТКЛР, равный $(9,3...9,8) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, и отличается от широко применяющихся в промышленности сплавов 47НХР и 50НЗХЮ меньшим содержанием никеля. Анализ температурных зависимостей относительного

расширения указанных сплавов показал, что все они имеют довольно низкую температуру перегиба кривой расширения (280...380°C), при нагреве выше которой расширение изменяется линейно и в интервале 400...500°C может считаться одинаковым (в пределах ошибки измерения). Это обеспечивает одинаковое рассогласование ТКЛР сплавов 47НХР, 50НЗХЮ и 42НХЮ со стеклами типа С94-1 и одинаковые остаточные напряжения при охлаждении спаев до 20°C [1]. Несмотря на низкое значение ТКЛР до 300°C, временные напряжения, возникающие при охлаждении спая сплава 42НХЮ со стеклом С98-2, находятся в допустимых пределах (7 МПа).

Известно, что напряжения в спае, его прочность и вакуумная плотность зависят не только от согласованности расширения пары стекло—металл, но и от физико-химических процессов, происходящих на границе спая. Перед спаиванием со стеклом на металле специально создается окисная пленка, которая растворяется в расплавленном стекле, образуя переходную зону. Основными требованиями, предъявляемыми к окисной пленке, являются хорошая смачиваемость ее стеклом, оптимальная толщина, обеспечивающая вакуумноплотный, прочный спай, и хорошая ее адгезия к металлу. Эти параметры зависят от состава окисных пленок на железо-никелевых сплавах, образующихся при окислении на воздухе. Окисная пленка состоит из окислов Fe_2O_3 и шпинелей Fe_3O_4 и Fe_2O_4 . Этот состав не обеспечивает прочного сцепления окисной пленки с металлом и при достижении толщины, определяемой величиной привеса (разница массы образцов после и до окисления, отнесенная к единице поверхности), превышающей $0,3 \text{ мг/см}^2$ [2, 3], пленка отслаивается. Легирование железо-никелевых сплавов хромом значительно повышает адгезию окисных пленок к металлу и увеличивает прочность спая. Оптимальный привес для сплавов Fe—Cr и Fe—Ni—Cr составляет $0,2...0,4 \text{ мг/см}^2$ [2].

Таблица 2

| Марка сплава | Время выдержки и среда | Привес сплавов после окисления в водороде, мг/см^2 , при температурах (°C) | | | | | | | |
|--------------|---|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | | 900 | 950 | 1000 | 1050 | 1100 | 1150 | 1200 | 1300 |
| 47НХР | 1 ч в водороде ($T_{\text{росы}} = -40^\circ\text{C}$) | 0,06 | 0,095 | 0,116 | — | 0,193 | 0,297 | 0,243 | 0,575 |
| 50НЗХЮ | | 0,055 | 0,072 | 0,075 | 0,097 | 0,108 | 0,176 | 0,185 | 0,329 |
| 42НХЮ | | 0,07 | 0,101 | 0,145 | 0,168 | 0,180 | 0,248 | 0,319 | 0,568 |
| 18ХТФЮ | | 0,049 | 0,082 | 0,145 | 0,177 | 0,37 | 0,542 | 0,575 | 1,006 |
| 50НЗХЮ | (Тросы = -40°C) | | | 0,045 | | 0,045 | | 0,112 | 0,32 |
| 42НХЮ | | | | 0,071 | | 0,189 | | 0,199 | 0,459 |
| 18ХТФЮ | | | | 0,05 | | 0,164 | | 0,421 | 0,882 |
| 47НХР | 1 ч в водороде ($T_{\text{росы}} = -60^\circ\text{C}$) | | | | | 0,110 | | | 0,150 |
| 42НХЮ | | | | | | 0,099 | | | 0,247 |

Для установления зависимости кинетики окисления и состава формирующейся окисной пленки на металле от температуры был проведен отжиг рассматриваемых сплавов во влажном водороде с точкой росы -40°C при температурах $900\text{...}1300^{\circ}\text{C}$. Образцы были предварительно обезжирены в бензине и спирте и отожжены в вакууме при температуре 850°C в течение 1 ч. Состав окисной пленки определялся рентгеноструктурным методом и микрорентгеноспектральным анализом поперечного среза окисленных образцов.

Результаты эксперимента (табл. 2) показывают, что скорость окисления пропорциональна содержанию железа в сплаве. Оптимальная величина привеса достигается отжигом при $1150\text{...}1200^{\circ}\text{C}$ для сплавов 42НХЮ и 47НХР и $1200\text{...}1300^{\circ}\text{C}$ для сплава 50НЗХЮ. Необходимо отметить, что уменьшение влажности водорода (точка росы -60°C) не позволяет достигнуть требуемой величины привеса даже при повышении температуры отжига до 1300°C . Для образцов сплава 18ХТФЮ оптимальный привес достигается при более низкой температуре отжига ($1050\text{...}1100^{\circ}\text{C}$).

Рентгеноструктурные исследования окисной пленки сплавов 47НХР, 50НЗХЮ и 42НХЮ выявили ее идентичность по фазовому составу: она состоит из окислов хрома Cr_2O_3 и шпинели Fe_2O_4 . Сравнение межплоскостных расстояний

свидетельствует, что рассматриваемые фазы не являются чистыми окислами, а представляют собой твердые растворы, в которых существуют и хром, и железо. Соотношение этих фаз изменяется в зависимости от температуры и условий окисления. Микрорентгеноспектральным анализом поперечного среза окисленных образцов установлено наличие во внешних слоях окисной пленки железа, хрома, марганца, алюминия и кремния (см. рисунок). В результате преимущественного окисления железа и хрома окисные слои на границе с металлом обогащаются никелем, который может входить в состав смешанного слоя окислов в виде окисной составляющей, образуя шпинель типа NiFe_2O_4 . Присутствие алюминия, марганца и кремния в окисной пленке и обеднение ими пограничных слоев металла дает возможность предположить, что внутренний слой окисной пленки содержит мелкие выделения окислов Al_2O_3 , SiO_2 и MnO_2 , которые, взаимодействуя с окислами железа, образуют фазы шпинельного типа.

Анализируя влияние фазового состава окисной пленки на ее адгезию к металлу, для сплавов Fe—Cr и Fe—Ni—Cr, можно сделать вывод, что более высокая адгезия окисной пленки сплава Fe—Ni—Cr обеспечивается внутренним избирательным окислением хрома с образованием окисла Cr_2O_3 . В результате этого затрудняется диффузия ионов железа к поверхности, снижается скорость окисления, уменьшается толщина окисной пленки и повышается ее прочность сцепления с металлом.

Исследование механических свойств сплавов продемонстрировало высокую их пластичность, которая позволяет получать изделия методом глубокой вытяжки. Свойства, определенные на ленточных образцах, приведены в табл. 3.

Таблица 3

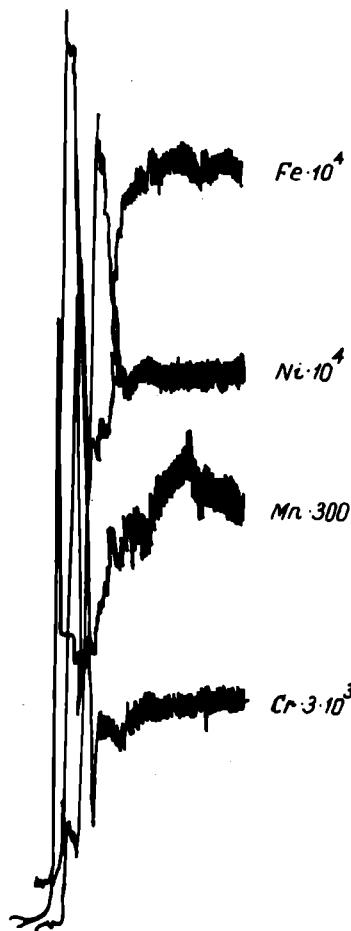
| Марка сплава | Предел прочности, МПа | Предел текучести, МПа | Относительное удлинение, % | Микротвердость | Глубина выдавливания по Эриксену (диаметр пуансона 20 мм) |
|--------------|-----------------------|-----------------------|----------------------------|----------------|---|
| 18ХТФЮ | 440 | 290 | 32 | 174 | 8,3...9,0 |
| 42НХЮ | 480 | 330 | 31 | 170 | 8,1...9,0 |
| 47НХР | 520 | 350 | 30 | 175 | 8,9...9,1 |
| 50НЗХЮ | 500 | 300 | 31 | 172 | 8,8...9,3 |

Примечание. Определение свойств проводили после отжига при температуре 900°C в течение 15 мин лент толщиной 0,8 мм для сплава 18ХТФЮ и толщиной 0,3 мм для остальных сплавов.

Таким образом, полученные результаты свидетельствуют, что предлагаемые сплавы могут использоваться в спаях с мягкими стеклами взамен высоконикелевых сплавов 50НЗХЮ и 47 НХР.

ЛИТЕРАТУРА

1. Роус Б. Стекло в электронике.— М.: Советское радио, 1969.— 200 с.



Кривые интенсивности распределения элементов в переходном слое спая сплава 42НХЮ со стеклом

2. Икэда Х. Некоторые теоретические и практические аспекты образования окисных пленок на металлах в процессах его спайки со стеклом.— М. ВИНТИ, 1966. (Перевод № 52451/5).

3. Окисление металлов.— М.: Металлургия, 1968, т. 2.— 500 с.

4. Эталон на спай металла со стеклом. Рекомендуемая методика изготовления и испытания.— М.: ВИНТИ. (Перевод № А-3752, стандарт США ASTM F-14-68).

Статья поступила 17 апреля 1987 г.

УДК 621.892.9

Г.С.Абакумова, О.В.Атаева,
В.В.Михайлов, И.А.Сегалевич

ПЛАСТИЧНАЯ СМАЗКА ДЛЯ СЛАБОТОЧНЫХ СКОЛЬЗЯЩИХ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ КОНТАКТОВ

Смазка ЭЛЕКТРА-1 обеспечивает надежную коммутацию, низкое и стабильное сопротивление контактов типа кольцо—щетка. Она характеризуется высокими противозносными свойствами, коррозионно неактивна, грибоустойка, обладает хорошей термоокислительной стабильностью.

Одним из путей увеличения надежности коммутации и износостойкости скользящих контактов радио- и электронной техники является использование смазочных материалов. К смазке из-за одновременного протекания электрических и механических процессов на контактах предъявляются специальные требования: наличие хороших антифрикционных и защитных свойств, электропроводность в тонком слое, химическая совместимость с контактирующими материалами. При разложении под действием электрического тока смазка не должна образовывать нетокопроводящих продуктов.

Работы, проведенные с целью подбора смазки для скользящей контактной пары серебро—латунь, показали, что широко применяемая в приборостроении пластичная смазка ЦИАТИМ-221 повышает износостойкость контактов [1], однако она лишь частично удовлетворяет предъявляемым требованиям.

Анализ литературных данных свидетельствует, что в качестве компонентов пластичных смазок наиболее часто применяют дизфиры, минеральные масла и кремнийорганические жидкости, а в качестве загустителей — литиевые мыла СЖК и неорганические загустители (силикагель, бентон). Важно установить оптимальные составляющие пластичной смазки. С этой целью проведены исследования модельных систем (табл. 1). Опытные образцы смазок испытывали в системе слабых скользящих контактов, состоящих из серебряных щеток и колец из сплавов серебро—никель—медь (эта пара наиболее распространена в контактах

Таблица 1
Состав и характеристика модельных систем
пластичных смазок

| Загуститель | Дисперсионная среда | Предел прочности при 50°С, Па | Удельное объемное сопротивление, Ом·см | Коллоидная стабильность при нагрузке 3Н, % выдел. масла |
|---------------|----------------------------------|-------------------------------|--|---|
| Стеарат лития | Изопарафиновое масло | 300 | $1,2 \cdot 10^{11}$ | 10,7 |
| | Эфир бензиляртарной кислоты | 150 | $2,0 \cdot 10^{11}$ | 14,0 |
| | Диоктилсебацат | 60 | $5,0 \cdot 10^{11}$ | 25,3 |
| | Полигликоль | 110 | $9,5 \cdot 10^8$ | 5,9 |
| | Алкилароматическое масло | 100 | $6,5 \cdot 10^{10}$ | 2,0 |
| | Фторкремнийорганическая жидкость | 50 | — | — |
| Силикагель | Изопарафиновое масло | 50 | $1,0 \cdot 10^{11}$ | — |
| | Эфир бензиляртарной кислоты | 100 | $1,0 \cdot 10^{11}$ | — |
| | Диоктилсебацат | 180 | $9,0 \cdot 10^{10}$ | — |
| | Полигликоль | 120 | $9,2 \cdot 10^8$ | — |
| | Алкилароматическое масло | 120 | $5,5 \cdot 10^{10}$ | — |
| | Фторкремнийорганическая жидкость | 160 | $9,5 \cdot 10^9$ | — |
| Бентон | Изопарафиновое масло | 200 | $1,7 \cdot 10^{10}$ | 9,1 |
| | Эфир бензиляртарной кислоты | 240 | $3,0 \cdot 10^{10}$ | 6,9 |
| | Диоктилсебацат | 80 | $2,0 \cdot 10^{10}$ | 25,0 |
| | Полигликоль | 220 | $1,6 \cdot 10^8$ | 10,2 |
| | Алкилароматическое масло | 200 | $1,0 \cdot 10^{10}$ | 3,0 |
| | Фторкремнийорганическая жидкость | 50 | $5,0 \cdot 10^9$ | — |

информационных микромашин). Щетки скользили по одному следу со скоростью 6,3 см/с, контактное давление составляло 7 МПа.

Как показали испытания, проведенные со смазками на установке, описанной в работе [2], значительного повышения износостойкости скользящих контактов удается достичь, используя смазочные системы на основе алкилароматического масла (табл. 2). Эти результаты легли в основу разработки смазки ЭЛЕКТРА-1 (ТУ 381011030—85), характеристики которой представлены ниже.

Промышленная партия смазки ЭЛЕКТРА-1 испытана в электроконтактах вращающихся трансформаторов типа ВТ-5 при следующих

Таблица 2

Технический ресурс (км) слаботочных скользящих контактов с модельными образцами смазок

| Дисперсионная среда | Загустители | | |
|----------------------------------|---------------|------------|--------|
| | Стеарат-лития | Силикагель | Бентон |
| Изопарафиновое масло | 98,1 | 18,4 | 25,9 |
| Эфир бензиляртарной кислоты | 83,2 | 40,5 | 78,3 |
| Диоктилсебацинат | 78,8 | 48,6 | 54,0 |
| Полигликоль | 6,7 | 5,4 | 9,3 |
| Алкилароматическое масло | 69,1 | 113,4 | 91,8 |
| Фторкремнийорганическая жидкость | 14,0 | 20,1 | 45,9 |

Характеристика смазки ЭЛЕКТРА-1

Эффективная вязкость при -50°C , $D=10\text{c}^{-1}$, Па·с не более 450
 Предел прочности при 20°C , Па не менее 80
 Пенетрация 300...320
 Испаряемость при 120°C за 5 ч, % не более 5,0
 Коррозионное воздействие на металлы М-1, Л-96, БрБ2 при 100°C за 48 ч выдерживает
 Противоизносные свойства на ЧШМ при 120°C , мм 0,50
 Момент страгивания при -50°C (подшипник № 24), МН·м 3,0...5,0
 Удельное объемное сопротивление, Ом·см $3,0 \cdot 10^{10}$... $1,0 \cdot 10^{11}$

Таблица 3

Результаты испытаний слаботочных скользящих контактов со смазками различных марок

| Наименование смазки | Влагоустойчивость | Холодоустойчивость | Теплоустойчивость | Промышленная атмосфера | Морской туман | Технический ресурс, км |
|---------------------|-------------------|--------------------|-------------------|------------------------|---------------|------------------------|
| ЭЛЕКТРА-1 | 0/1,0* | 1,6/0,91 | 0/1,0 | 0/1,0 | 4,0/0,92 | 61,3 |
| ВНИИ НП-502 | 0/1,0 | 2,3/0,40 | 20/0,35 | 0/1,0 | 100/0,10 | 29,5 |
| ВНИИ НП-248 | 0/1,0 | 2,5/0,83 | 100/0,12 | 0/1,0 | 100/0,05 | 20,1 |
| Эсвол | 1,5/0,92 | 3/0,85 | 100/0,04 | 0,5/0,96 | 100/0,01 | 5,4 |
| Паста 164-39 | 0/1,0 | 1,5/0,9 | 7,0/0,51 | 0,9/0,92 | 100/0,01 | 16,2 |
| Winn's | 0/1,0 | 0,6/0,94 | 6,5/0,86 | 0/1,0 | 100/0,05 | 49,9 |
| Electrolube 2X | 0/1,0 | 100/0,15 | 2,5/0,74 | 0/1,0 | 3,5/0,82 | 31,8 |
| Electrolube 2GX | 0/1,0 | 80/0,25 | 10/0,35 | 0/1,0 | 40/0,36 | 37,0 |
| Без смазки | 4/0,65 | 19/0,95 | 50/0,20 | 1,5/0,6 | 100/0,01 | 0,21 |

* В числителе указано максимальное значение изменения переходного сопротивления (Ом), в знаменателе — коэффициент безотказной работы, вычисляемый по формуле $K = (T - \sum_{i=1}^m t_i) / T$, где T — время контроля (с), $\sum_{i=1}^m t_i$ — суммарное время, при котором изменение сопротивления превышает норму.

условиях: тропической влажности при температуре 303 K в течение 4 ч; повышенной температуре 373 K в течение 1000 ч; морском тумане в течение 7 сут; в среде, имитирующей промышленную атмосферу в течение 2 сут. После всех воздействий на образцах определялся технический ресурс (табл. 3). Испытания показали, что по своим характеристикам смазка ЭЛЕКТРА-1 превосходит другие смазки для электроконтактов и не уступает зарубежным.

ЛИТЕРАТУРА

1. Сайколина Б.З., Михайлов А.П. Применение смазок для повышения износостойкости скользящих контактов.— Обмен опытом в радиопромышленности, 1967, № 10, с. 72—73.
2. Михайлов В.В., Королев В.И. Установка для испытаний слаботочных скользящих контактов.— Приборостроение, 1980, № 28, с. 53—55.

Статья поступила 12 января 1987 г.

УДК 621.3.032.2:669.018.5

Г.Г.Гнесин, Г.В.Левченко, Р.Б.Лубан

НОВЫЕ ДУГОСТОЙКИЕ ЭЛЕКТРОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Композиты с включениями эмиссионно-активной фазы LaB_6 обладают в 1,5...7 раз большей дугостойкостью по сравнению с традиционными электродными псевдосплавами, что обуславливает возможность создания на основе таких композитов нового поколения мощных разрядников.

Наиболее распространенные дугостойкие материалы для электродов — псевдосплавы каркасного строения на основе туго- и легкоплавкой составляющих [1] — уже не удовлетворяют требованиям, выдвигаемым при разработке мощных вакуумных и газоразрядных устройств, приборов и аппаратов. Значительному повышению дугостойкости материалов способствует введение в них эмиссионно-активной фазы (ЭАФ) в виде отдельных включений, равномерно распределенных во всем объеме псевдосплава. Композиты с включениями ЭАФ имеют рабочую поверхность с равномерно распределенными участками, характеризующимися пониженной работой выхода электронов.

Перспективным для использования в качестве ЭАФ является гексаборид лантана (LaB_6). Изучение взаимодействия легкоплавких компонентов дугостойких псевдосплавов с LaB_6 [2] позволило определить условия формирования новых композитов и разработать технологию изготовления из них электродов.

Испытания электродов в импульсном дуговом разряде, а также металлографические исследования [3—4], локальный рентгенофазный и ОЖЕ-анализы [5, 6] их рабочих поверхностей до и после испытаний экспериментально подтвердили большую дугостойкость материала с включениями ЭАФ по сравнению с традиционными. Основываясь на результатах проведенных исследований, а также представлениях о катодных пятнах разных типов, предложена качественная физическая модель механизма

эрозии катода с включениями LaB_6 в импульсном дуговом разряде [7]. Такой электрод является самовосстанавливающимся «холодным» катодом. Для него характерно существование пятен первого типа, вызывающих минимальную эрозию материала и мигрирующих по всей рабочей поверхности катода. При этом дуговой разряд существует в распределенной, так называемой псевдодиффузной форме. Вследствие равномерности распределения включений ЭАФ в объеме материала рабочая поверхность катода остается статистически неизменной в течение всего времени его эксплуатации, так как в процессе эрозии электрода на его рабочую поверхность выходят все новые включения ЭАФ.

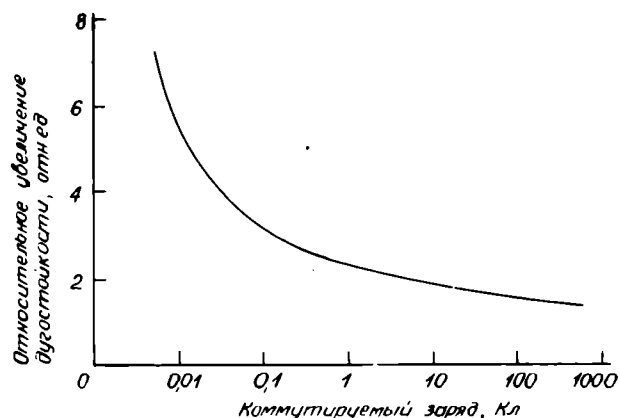
Разработанные дугостойкие гетерогенные материалы, содержащие частицы LaB_6 , являющиеся включениями эмиссионно-активной фазы [8, 9], обеспечивают дугостойкость изготовленных из них катодов в 1,5...7 раз большую, чем из материала соответствующей основы без включений LaB_6 (см. таблицу).

Как показали результаты испытаний, максимальное повышение дугостойкости катодов достигается при оптимальном содержании в них гексаборида лантана. Наличие оптимума объясняется тем, что, с одной стороны, включения LaB_6 обеспечивают псевдодиффузную форму горящего на катоде разряда, но, с другой, — обуславливают некоторое снижение прочности, тепло- и электропроводности, а также увеличение твердости и хрупкости электродного материала. Последнее отрицательно сказывается на его дугостойкости, особенно при больших амплитуде и длительности импульса тока.

Полученные результаты (см. рисунок) иллюстрируют зависимость относительного увеличения эрозионной стойкости катода при оптимальном содержании в нем включений LaB_6 от количества электричества, коммутируемого за 1 разряд. Следует отметить, что коммутация одного и того же количества электричества при более длительном импульсе приводит к повышенной удельной эрозии катода по сравнению с ее величиной в случае более короткого импульса, но с большей амплитудой. Увеличение молекулярного веса наполняющего прибор газа усиливает эрозию электрода при тех же параметрах дуги.

Относительное увеличение эрозионной стойкости катодного материала при введении в него оптимального количества включений LaB_6 в зависимости от параметров дугового разряда

| Параметры дугового разряда | | | | Относительное увеличение эрозионной стойкости материала |
|-----------------------------|-----------------------|-------------------------|--------|---|
| Амплитуда импульса тока, кА | Длительность тока, мс | Давление, Па | Газ | |
| 0,1 | 0,1 | $1 \cdot 10^{-1}$ | — | 6 |
| 0,1 | 1 | $1 \cdot 10^{-2}$ | — | 4 |
| 1 | 0,1 | $1 \cdot 10^{-1}$ | — | 3 |
| 6 | 0,3 | $(1...5) \cdot 10^{-2}$ | — | 3 |
| 10 | 0,003 | $(1...5) \cdot 10^{-2}$ | — | 7 |
| 22 | 0,003 | $3,5 \cdot 10^2$ | He | 4 |
| 3 | 100 | $(2,5...4) \cdot 10^3$ | Ar | 1,5 |
| 700 | 0,01 | $1 \cdot 10^5$ | Воздух | 1,7 |



Зависимость относительного увеличения дугостойкости катодного материала при введении в него оптимального количества включений LaB_6 от коммутируемого заряда

Приведенные данные свидетельствуют о том, что разработанные электродные материалы могут успешно использоваться в различных электроразрядных устройствах и аппаратах при параметрах разряда, отличающихся более чем на два порядка. Это является предпосылкой создания на их основе нового поколения мощных разрядников.

ЛИТЕРАТУРА

1. Францевич И.Н. Применение электроконтактных материалов в силовых аппаратах. — В кн.: Силовоточные электрические контакты. — Киев: Наукова думка, 1970, с. 3—5.
2. Смачиваемое и контактное взаимодействие в системе LaB_6 —(Cu—Ni)/В.А.Юрко, Г.В.Левченко, П.А.Верховодов и др. — Порошковая металлургия, 1981, № 7, с. 68—72.
3. Исследование эрозионной стойкости катодных материалов, содержащих включения эмиссионно-активной фазы, в режиме силовоточной вакуумной дуги/С.В.Антонов, Г.Г.Гнесин, Г.В.Левченко и др. — ЖТФ, 1981, т. 51, № 10, с. 2065—2067.
4. Левченко Г.В., Лубан Р.Б., Ядова О.В. Металлографические исследования следов эрозии на поверхности катодов с включениями эмиссионно-активной фазы. — В кн.: Электрические контакты. Пути повышения качества и надежности. — Киев, ИПМ АН УССР, 1981, с. 43—49.

5. Levtchenko G.V., Luban R.B., Verkhovodov P.A. Study of the working surfaces of cathode materials with LaB_6 — inclusions by X-ray microprobe analysis. — In Precc. of XI Int. Symp. on Discharges and Electrical Insulation in vacuum. In 2v., Berlin, sept., 1984, ZIE, 1984, vol. 1, p. 183—184.

6. Изучение дуговой эрозии поверхности катодных композиционных материалов, содержащих включения эмиссионно-активной фазы, методом оже-спектроскопии/М.И.Булеев, В.И.Запороженко, Р.Б.Лубан, В.И.Раховский. — Поверхность. Физика, химия, механика, 1984, № 11, с. 112—115.

7. Эрозия катодных композиционных материалов с включениями эмиссионно-активной фазы в дуговом разряде/М.И.Булеев, Г.И.Гнесин, Г.В.Левченко и др. — В кн.: Тез. докл. VI Всесоюз. конф. по физ. низкотемп. плазмы. — Л.: Изд-во ФТИ им. А.Ф.Иоффе, 1983, т. 1, с. 219—221.

8. Гнесин Г.Г., Левченко Г.В., Лубан Р.Б. Катодные материалы с включениями эмиссионно-активной фазы. — Порошковая металлургия, 1982, № 7, с. 75—80.

9. Влияние включений LaB_6 в катод на эрозию его поверхности в дуговом разряде/Г.В.Левченко, Р.Б.Лубан, А.П.Верховодов и др. — Поверхность. Физика, химия, механика, 1983, № 5, с. 130—133.

Статья поступила 31 декабря 1986 г.

ИЗМЕРЕНИЯ И КОНТРОЛЬНО-ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ АППАРАТУРА

УДК 621.317.3:621.382

ИЗМЕРИТЕЛЬ ВОЛЬТ-ФАРАДНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК



Прибор предназначен для оперативного контроля и лабораторных исследований структур типа металл—диэлектрик—полупроводник, p - n -переходов, контактов Шотки, гетеропереходов.

При проведении измерений на исследуемый образец подается трапецидальное напряжение смещения и синусоидальный сигнал. С выхода измерительного моста сигнал разбаланса, пропорциональный емкости структуры, подается на усилитель, детектор, усилитель постоянного тока и регистрирующее устройство (графопостроитель или осциллограф). Возможность регулировки в широких пределах двухполярного трапецидального напряжения по амплитуде, длительности основания и крутизне фронтов

позволяет регистрировать высокочастотные равновесные и импульсные вольт-фарадные характеристики, фарадо-секундные зависимости, а также динамические вольт-амперные характеристики и токи утечки. Путем математической обработки перечисленных зависимостей можно определять зарядовые характеристики, например, для системы металл—диэлектрик—полупроводник: потенциал плоских зон, напряжение начала инверсии носителей заряда, плотность поверхностных состояний и ее распределение по запрещенной зоне полупроводника, концентрационный профиль, генерационно-рекомбинационные зависимости.

Техническая характеристика

| | |
|---|--|
| Диапазон измерения емкости, пФ | 2...800 |
| Основная погрешность измеряемой емкости | $\pm 7\%$ |
| Диапазоны регулирования амплитуды трапецидального напряжения смещения (далее — трапеции), В | не менее 0,2...10 2...50 |
| Значение крутизны фронта трапеции (скорость развертки), В/с | 10^{-1} ; 1; 10; 10^2 ; 10^3 ; 10^4 |
| Длительность основания трапеции, с | 10^{-3} ; $5 \cdot 10^{-3}$; 10^{-2} ; 10^{-1} ; $5 \cdot 10^{-1}$; 1; 5 |
| Регулирование смещения трапеции относительно нулевого уровня, В | не менее 20 |
| Частота гармонического тестового напряжения, Гц | 10^6 |
| Диапазоны измерения токов, А | 10^{-8} ; 10^{-7} ; 10^{-6} ; 10^{-5} ; 10^{-4} ; 10^{-3} |
| Погрешность измерения токов, % | не более $\pm 5\%$ |
| Потребляемая мощность, Вт | не более 55 |
| Масса прибора, кг | не более 24 |

Возможно согласование прибора с микроЭВМ, что обеспечит обработку полученных зависимостей по заданной программе и отображение информации на графопостроителе или дисплее.

Л. И. Гурский, А. Г. Дениженко, В. С. Марфель,
А. И. Покрышкин, Б. Л. Сигалов

УДК 621.315.592.2:546.681'19

Ф.М.Кацапов

ОСОБЕННОСТИ СОВМЕЩЕНИЯ АРСЕНИДА ГАЛЛИЯ С КРЕМНИЕМ

Селективная эпитаксия арсенида галлия в сквозных отверстиях кремниевых подложек приводит к устранению трудностей, связанных с прямым осаждением соединений $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$ на кремнии, и дает возможность получать области арсенида галлия с плотностью дислокаций менее 10^3 см^{-2} .

Доминирующее положение в полупроводниковой электронике сейчас занимают приборы и интегральные схемы на кремнии. Однако этот материал, несмотря на ряд его замечательных преимуществ, не может удовлетворить все возрастающее требование оптоэлектроники. Поэтому в последние годы в этой области все большее внимание уделяется другим полупроводниковым материалам и особенно соединениям $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$. Но и они не могут полностью заменить кремний, а способны только существенно дополнить функциональные возможности микронных устройств. В ряде случаев перспективным оказывается совместное применение кремния и соединений $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$. Однако здесь возникают специфические трудности их совмещения. Для решения этой проблемы необходимо преодолеть физическую и технологическую несовместимость этих материалов по коэффициентам температурного расширения (КТР) и параметрам решетки, а также устранить технологические препятствия, мешающие получению эпитаксиальных слоев соединений $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$ на кремнии [1].

Так, различие параметров решетки кремния и арсенида галлия, имеющих кубическую структуру, составляет 4%, а различие КТР — порядка 100%, т.е. параметры, влияющие на гетерозитаксию арсенида галлия на кремнии, весьма далеки от требований идеальной пары. Поэтому в результате гетерозитаксии арсенида галлия на кремнии, осуществляемой методом движущегося растворителя в сэндвич-структуре Si—Ga—GaAs , на гетерогранице возникает большая плотность дислокаций несоответствия.

Серьезнейшим препятствием для непосредственной эпитаксии арсенида галлия на кремнии является пленка двуокиси кремния, которая всегда присутствует на кремниевых подложках. Ее удаление технологически сложно [2].

Локально сформировать на кремнии эпитаксиальные слои арсенида галлия, пригодные для получения излучающих приборов, можно способом селективной эпитаксии [3]. При этом кристаллизацию проводят через слой галлия, предварительно нанесенного на кремниевую подложку. Насыщение галлия мышьяком осуществляют, используя газообразный трихлорид мышьяка, разбавленный водородом. Рост арсенида галлия на отдельных участках кремниевой подложки происходит в процессе жидкофазной эпитаксии при использовании растворов Si—Ga—As и Si—Ga—As—Sb [4]. Эпитак-

сия арсенида галлия проводится в горизонтальном реакторе в атмосфере водорода при температуре 1120...1190 К. Развитие низкотемпературных методов эпитаксии, таких как молекулярно-лучевая и газофазная из металлоорганических соединений дали новый импульс исследованиям по осаждению арсенида галлия на кремнии [5—7]. В то же время анализ литературных данных и экспериментальных результатов позволяет сделать вывод, что наиболее перспективным методом совмещения арсенида галлия и кремния является селективная эпитаксия, в частности эпитаксия в окнах защитной маски из слоя диэлектрика, нанесенного на поверхность пластины [8], эпитаксия в углублениях пластики [9] и эпитаксия в сквозных отверстиях полупроводниковых подложек на зародышевых пластинах из материала, идентичного с выращиваемым [10]. Осаждение селективных областей во всех случаях сопряжено с рядом трудностей, так как конечная форма этих областей сильно зависит от ориентации пластин, на которых происходит рост. Серьезные затруднения имеются и в подавлении спонтанного осаждения на маскирующих слоях. При выращивании селективных областей в углублениях пластин имеет место неравномерность заполнения углублений из-за одновременного роста от дна и от боковых стенок углублений [11]. Возможности селективной эпитаксии рассмотрены в работе [12].

Наиболее оригинальным решением проблемы совмещения соединений $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$ и кремния является создание структур Si—GaAs методом селективной эпитаксии арсенида галлия в сквозных отверстиях кремниевых подложек. Экспериментальная проверка этого способа проведена на примере пары кремний—арсенид галлия при осаждении которого применен метод газотранспортных реакций в системе $\text{Ga—HCl—AsH}_3\text{—H}_2$ [13] в вертикальном кварцевом реакторе с резистивным нагревом. В качестве зародышевых пластин использовался монокристаллический арсенид галлия марки АГЧТ п-типа проводимости с концентрацией носителей тока $10^{17}\dots 10^{18} \text{ см}^{-3}$ и плотностью дислокаций $10^4\dots 10^5 \text{ см}^{-2}$. Пластины были изготовлены по стандартной технологии, ориентированы в плоскости (100) или (111) с точностью до 4° . Подложки кремния толщиной 80...150 мкм были изготовлены из монокристаллического кремния марки КЭФ. В них вытравливались сквозные отверстия с использованием традиционных методов фотолитографии и избирательного травления в смеси (25...75%) $\text{KOH} + (70...75\%) \text{H}_2\text{O}$.

Наложение кремниевых подложек на зародышевые пластины осуществлялось после стандартной химической обработки. Для закрепления подложек использовались специальные прижимы из молибдена. Совокупность подложка—зародышевая пластина помещалась на подложкодержателе в реакционную камеру, в которой после герметизации и продувки устанавливался необходимый температурный профиль. Эпитаксия арсенида галлия проводилась в диапазоне температур 980...1020 К при расходах арсина 2...3 л/ч, хлористого водорода — 1,5...2 л/ч, разбавляющего водорода — 30...60 л/ч [13, 14]. Время эпитаксиального наращивания

селективных областей арсенида галлия определялось толщиной эпитаксиального слоя с учетом средней скорости роста. Последняя сильно зависела как от размеров отверстия, так и от технологических параметров осаждения.

Технологическая последовательность зарощивания отверстий в кремниевых подложках представлена на рис. 1. Установлено, что селективные области арсенида галлия имеют пира-

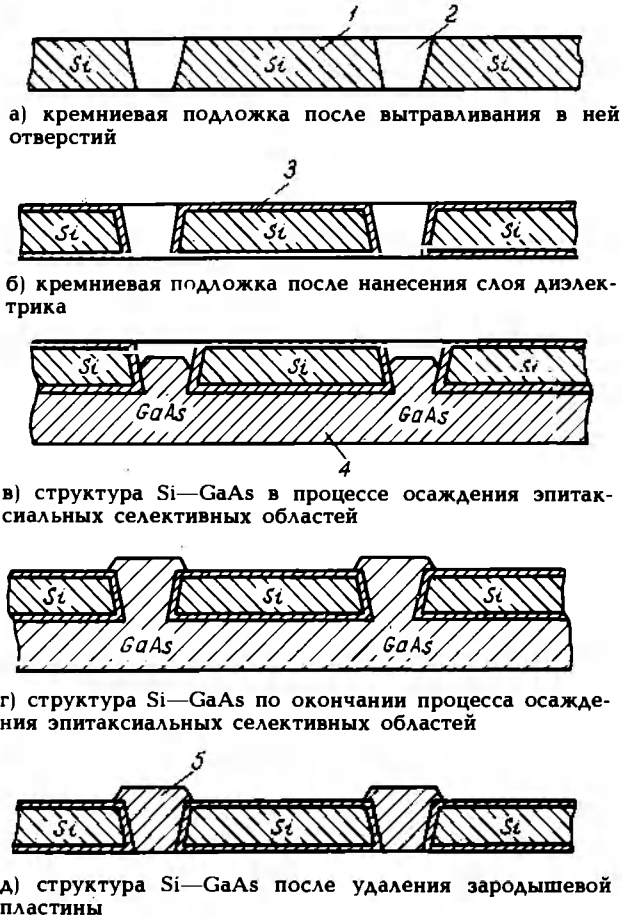


Рис. 1. Технологическая последовательность получения селективных областей арсенида галлия на кремнии: 1 — кремниевая подложка; 2 — отверстия в подложке; 3 — слой диэлектрика; 4 — зародышевая пластина; 5 — эпитаксиальная селективная область

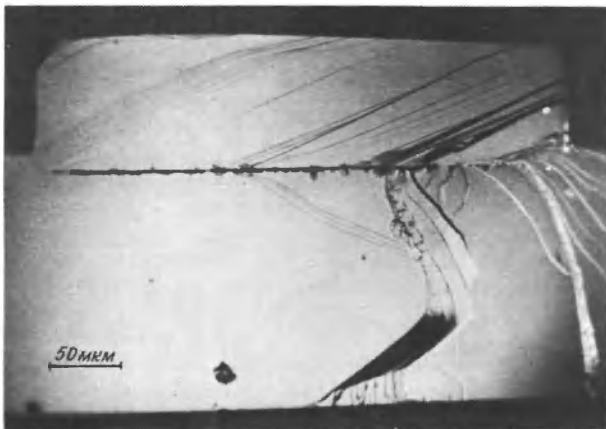


Рис. 2. Вид селективной области арсенида галлия, выращенной в отверстиях кремниевой подложки

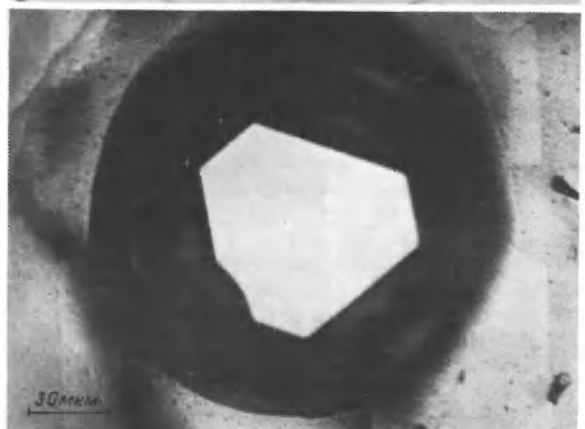
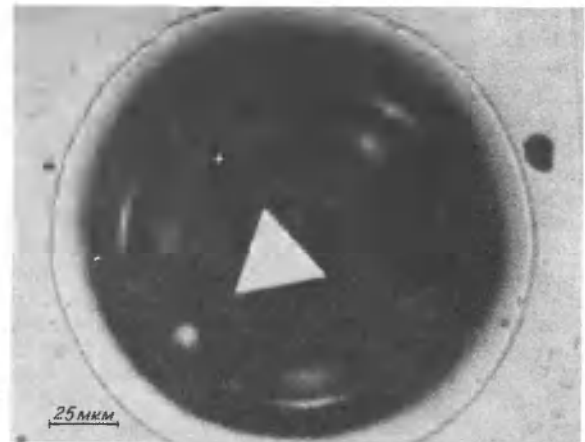
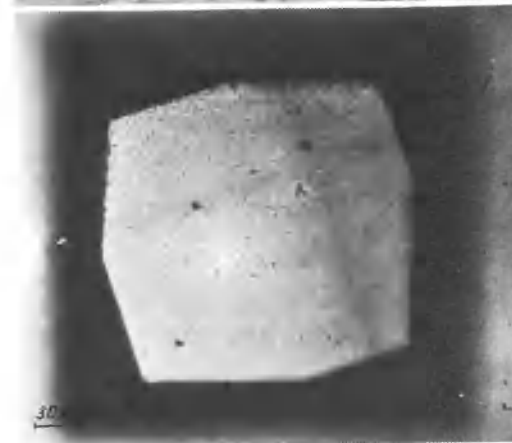
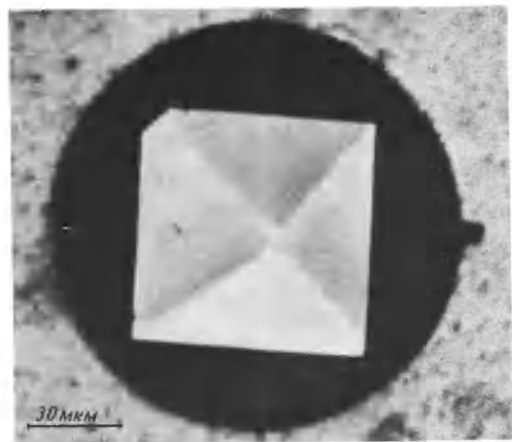


Рис. 3. Вид поверхности пирамид роста селективных областей арсенида галлия, выращенных на подложках, ориентированных в плоскости (100) — а и (111) — б

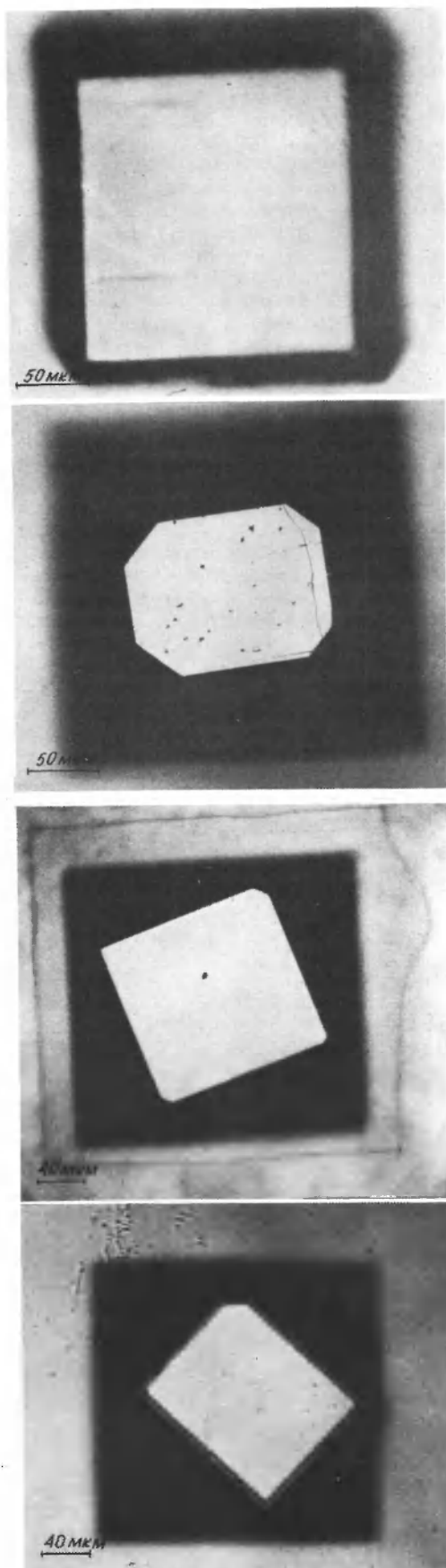


Рис. 4. Вид верхнего основания пирамидальной селективной области арсенида галлия при ориентации (а) и разориентации (б) сторон отверстия относительно скола, выполненного в плоскости (110) зародышевой пластины

мигальную форму (рис. 2), причем в малых отверстиях они растут в виде пирамиды, а с увеличением отверстий — в виде усеченной пирамиды, площадь верхнего основания которой имеет тенденцию к увеличению с ростом размеров отверстий.

Особенностью роста селективных областей арсенида галлия является влияние ориентации зародышевой пластины на форму растущей поверхности. На зародышевых пластинах, ориентированных в плоскости (100), в отверстиях круглой и квадратной формы поверхность растущих пирамид имеет вид четырех- или восьмиугольника (рис. 3, а), а на зародышевых пластинах, ориентированных в плоскости (111), растут трех- или шестигранные пирамиды (ри. 3, б). Наблюдается также влияние на форму селективных областей ориентации зародышевой пластины относительно сторон основания квадратных и прямоугольных отверстий. При выращивании селективных областей на плоскости (100) верхнее основание растущей пирамиды повторяет форму отверстия (рис. 4, а) только в том случае, если стороны отверстия ориентированы относительно среза, выполненного в плоскости (110). При любой другой ориентации зародышевой пластины относительно отверстий в кремние-

а

б

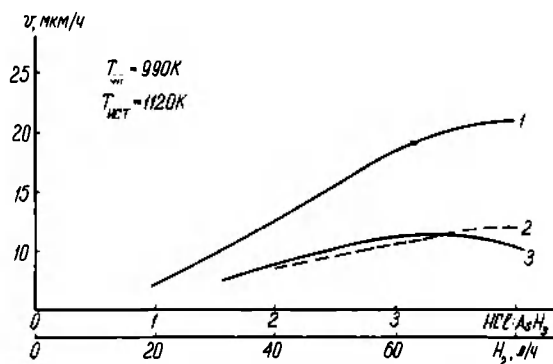


Рис. 5. Зависимости скорости роста арсенида галлия от соотношения хлоридов и гидратов в газовой фазе (кривые 1, 2) и от величины расхода разбавляющего водорода (кривая 3) при отношении $HCl:AsH_3=3$: 1 — на открытой поверхности, 2 — в отверстиях подложек

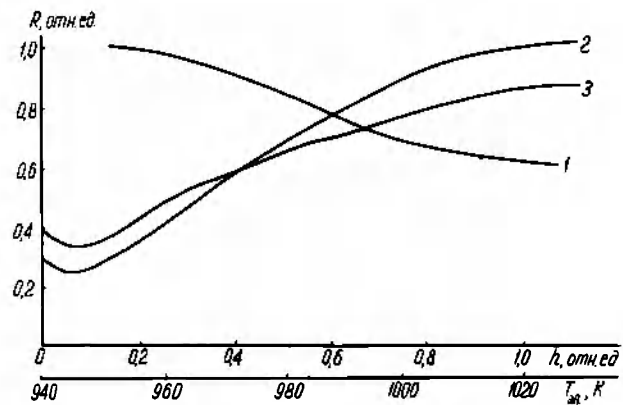


Рис. 6. Зависимость скорости роста селективных областей арсенида галлия от температуры в зоне эпитаксии (кривая 1) и от глубины отверстия при температурах эпитаксии 980 К (кривая 2), 1020 К (кривая 3)

вой подложке наблюдается разориентация растущей пирамиды относительно сторон отверстия (рис. 4, б).

К особенностям эпитаксии селективных областей арсенида галлия на кремнии относятся также изменение скоростей роста в зависимости от размеров отверстия и технологических параметров (рис. 5). В частности, скорость роста селективных областей зависит от температуры в зоне эпитаксии (рис. 6, кривая 1). Наблюдается неравномерность скорости роста и по глубине отверстия (рис. 6, кривые 2, 3).

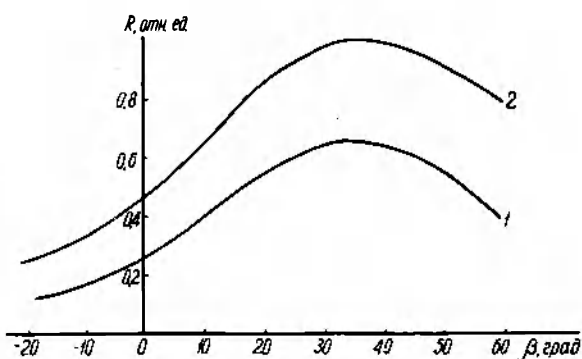
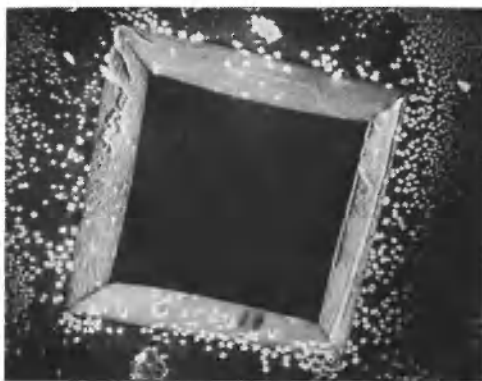


Рис. 7. Зависимость скорости роста селективных областей арсенида галлия от угла наклона подложки к направлению газового потока при размере отверстий 150×150 мкм² (1) и 300×300 мкм² (2)



а



б

Рис. 8. Распределение плотности дислокаций на зародышевой пластине (1) и на поверхности селективной области арсенида галлия (2)

Важное значение имеет угол наклона подложки к направлению газового потока (рис. 7), причем максимальная скорость наблюдается в случае совпадения направления газового потока с образующей отверстия.

Исследования по определению структурного совершенства выращиваемых селективных областей арсенида галлия показали, что в отверстиях кремниевых подложек с использованием зародышевых пластин арсенида галлия, ориентированного в плоскости (100), преобладающим видом дефектов являются дислокации, а в случае селективной эпитаксии на зародышевых пластинах, ориентированных в плоскости (111) — дефекты упаковки. Наибольшая плотность дислокаций наблюдается на границе зародышевая пластина — эпитаксиальный слой, по мере удаления от зародышевой пластины в направлении роста плотность дислокаций заметно снижается. Обнаружено также неравномерное распределение дислокаций и по поверхности растущей селективной области: наибольшая их плотность наблюдается в центре островка, а края остаются практически бездислокационными (рис. 8). Такое поведение дислокаций в селективных областях можно объяснить тем, что в процессе эпитаксии происходит

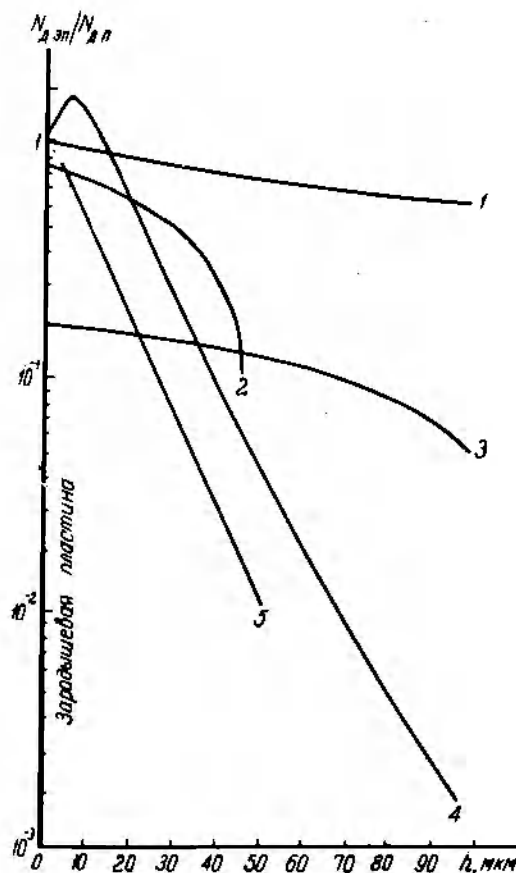


Рис. 9. Изменение плотности дислокаций по толщине эпитаксиальной селективной области арсенида галлия размером 300×300 мкм²: 1 — расчетная кривая для 60°-ных дислокаций без учета скорости их движения; 2 — расчетная кривая β-дислокаций при скорости их движения 100 мкм/ч; 3 — расчетная кривая β-дислокаций при скорости их движения 10 мкм/ч; 4 — экспериментальная зависимость при послонном стравливании островка; 5 — экспериментальная зависимость, полученная на поперечном шлифе

перемещение 60°-ных дислокаций внутри островка. Но так как дислокации не могут заканчиваться внутри кристалла, то, двигаясь вдоль плоскости скольжения (111) под углом к поверхности роста, они постепенно перемещаются к краям селективной области. Поскольку скорости движения дислокаций при температуре эпитаксии довольно высоки [15], то по мере увеличения толщины селективной области количество дислокаций должно уменьшаться. Такое изменение плотности дислокаций по толщине эпитаксиальной селективной области может быть описано выражением [16]:

$$N_{Дп} = N_{Дп0} \left(1 - \frac{Rt}{d - vt} \right) \text{ctg} \gamma,$$

где $N_{Дп}$ — плотность дислокаций в зародышевой пластине, см^{-2} ; R — скорость эпитаксиального роста, мкм/ч ; t — время эпитаксии, ч ; d — размер селективной области, мкм ; v — скорость движения дислокаций, мкм/ч ; γ — угол наклона дислокаций к поверхности роста, град. Рассчитанное по этой формуле распределение плотности дислокаций удовлетворительно коррелирует с экспериментальными величинами (рис. 9, кривые 1...3). Получены образцы с плотностью дислокаций менее 10^3 см^{-2} .

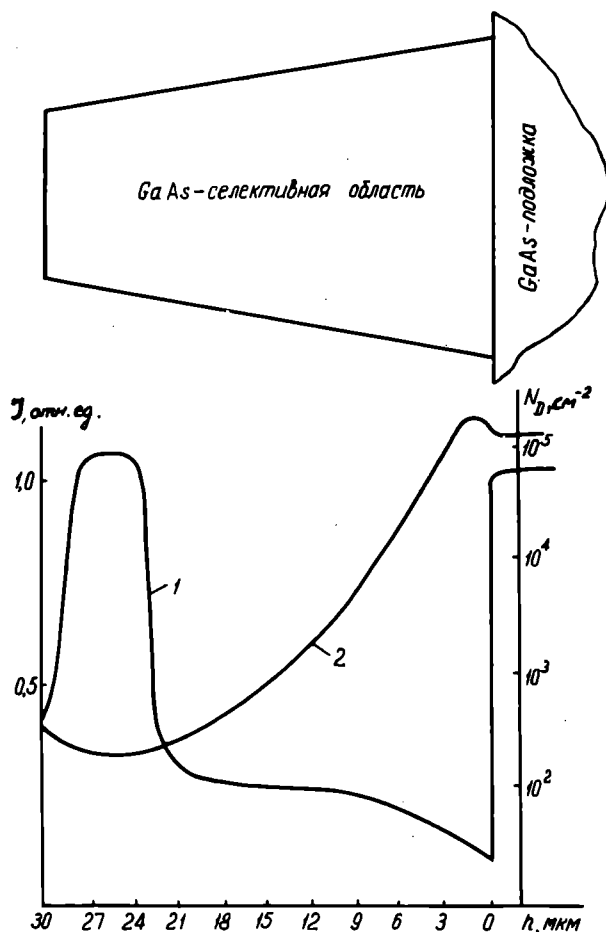


Рис. 10. Распределение интенсивности люминесценции (кривая 1) и плотности дислокации (кривая 2) по толщине образца нелегированной селективной области арсенида галлия при неполном зарациивании отверстий в кремниевой подложке

Были проведены исследования люминесцентных характеристик полученных селективных областей арсенида галлия [17]. Типичное распределение интенсивности фотолюминесценции по толщине эпитаксиальной селективной области (рис. 10, кривая 1) хорошо согласуется с изменением плотности дислокаций по ее объему (рис. 10, кривая 2).

ЛИТЕРАТУРА

- Осинский В.И. Интегральная оптоэлектроника.— Минск: Наука и техника, 1977.— 248 с.
- Исследование гетерозитаксии арсенида галлия на кремнии МOC-гидридным методом/В.В.Каминский, Ю.Д.Чистяков, В.М.Гришин и др.— Электронная техника. Сер. 6. Материалы, 1979, вып. 12, с. 72—75.
- Врублевский Л.А., Груздев Ю.А., Осинский В.И. Гетерозитаксия арсенида галлия на кремнии из жидкой фазы.— Вестн АН БССР. Сер. физ.-мат. наук, 1978, № 1, с. 63—65.
- Гетерозитаксия арсенида галлия на кремнии/В.А.Преснов, А.И.Казаков, В.Н.Бровкин, В.С.Шобин.— Кристаллография, 1978, т. 23, № 1, с. 222—223.
- Shinoda Y., Shioka T.N., Ohmachi Y. GaAs emitting diodes fabricated on SiO₂/Si wafers.— Jap. J. Appl. Phys., 1983, N 22, pt. 2, p. 450—451.
- AlGaAs double-heterostructure diode lasers fabricated on a monolithic GaAs/Si substrate/ T.H.Windhorn, G.M.Metze, G.W.Turner, C.C.Fan.— Appl. Phys. Lett., 1984, N 45, p. 309—311.
- GaAs MESFETs fabricated on monolithic GaAs/Si substrates/ H.K.Choi, B.Y.Tsaur, G.M.Metze, G.W.Turner, C.C.Fan.— IEEE Electron Dev. Lett., 1984, vol. ED-5, p. 207—208.
- Эпитаксиальная технология получения арсенида галлия/В.Д.Шоу, Р.В.Копрад, Е.В.Михэл и др.— В кн.: Арсенид галлия.— М.: Сов. радио, 1972, с. 19—26.
- Булатов О.С., Череновская А.В., Чистяков Ю.Д. Селективная эпитаксия арсенида галлия в углублениях подложки.— Микроэлектроника, 1973, № 5, с. 84.
- Патент 3634150 (США).
- Александров Г.А., Пашенко П.Б., Скворцов И.М. Локальная эпитаксия арсенида галлия в условиях сильной анизотропии скоростей роста.— Тез. докл.: V Всесоюз. совещ. по росту кристаллов.— Тбилиси, 1987, т. 1, с. 62.
- Обзоры по электронной технике. Локально-эпитаксиальная технология изготовления приборов на основе полупроводниковых соединений типа А^{III}В^V/ Г.А.Александрова, О.С.Булатова, П.Б.Пашенко, Ю.Д.Чистяков.— Электронная техника. Сер. 2. Полупроводниковые приборы, 1979, вып. 4, с. 3—44.
- Осинский В.И., Кацапов Ф.М. Эпитаксия арсенида галлия в окнах кремниевых подложек.— Докл. АН БССР, 1978, т. 22, № 2, с. 123—126.
- Осинский В.И., Кацапов Ф.М. Исследование условий кристаллизации объемных областей арсенида галлия из газовой фазы.— Тез. докл.: VI Всесоюз. конфер. по росту кристаллов.— Ереван, 1985, т. 2, с. 230—231.
- Осинский В.Б., Холодный Л.П. Подвижность индивидуальных дислокаций в арсениде галлия.— ФТТ, 1972, т. 14, № 11, с. 3330—3335.
- Osinskii V.I., Katsapov F.M., Tyalovskaya E.A. Structural perfection of selective GaAs regions in Si substrate windows.— Phys. Stat. Sol. (a), 1984, vol. 82, p. 399—403.
- Осинский В.И., Кацапов Ф.М., Тихоненко О.Я. Особенности фотолюминесценции в эпитаксиальных селективных областях арсенида галлия.— Труды Республ. научно-техн. совещания по функциональным оптоэлектронным элементам и устройствам для аппаратуры средств связи.— Минск, 1984, с. 57—59.

УДК 666.189.21:666.22

Л.А.Грошева, Т.С.Назарова,
В.В.Сахаров

ТВЕРДОФАЗОВОЕ ФОРМОВАНИЕ БЕСКИСЛОРОДНЫХ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОПТИЧЕСКИХ ВОЛОКОН ДЛЯ ИК-ОБЛАСТИ СПЕКТРА

Разработаны основы опытно-промышленной технологии получения поликристаллических ИК-световодов на основе галогенидов таллия большой строительной длины с оптическими потерями менее 1000 дБ/км для передачи излучения CO₂- и СО-лазеров.

ИК-волоконные световоды (ИК ВС) являются новой перспективной разработкой в области оптического волоконного материаловедения. Именно в ИК-диапазоне (2...50 мкм) оптические потери могут быть снижены на 2...3 порядка по сравнению с фундаментальным пределом потерь в световодах на основе кварцевых стекол [1, 2].

В СССР и за рубежом интенсивно ведутся работы по созданию ПИК-световодов на основе поликристаллических волокон — для среднего (2...25 мкм) ИК-диапазона, которые могут применяться для передачи информации и мощного лазерного излучения в технологических, медицинских, метрологических и других целях [3—5]. ПИК-световоды создаются на основе твердых растворов галогенидов таллия. Теоретически минимум оптических потерь в кристаллах КРС-5 (TlBr-TlI) и КРС-6 (TlCl-TlBr) составляет соответственно $7 \cdot 10^{-4}$ ($\lambda=12,9$ мкм) и $1,2 \cdot 10^{-4}$ дБ/км ($\lambda=7,94$ мкм) [2] (рис. 1). В этих кристаллах область малых оптических потерь (≤ 1 дБ/км) весьма широка и охватывает значительную спектральную область среднего ИК-диапазона. Практически достигнуты мини-

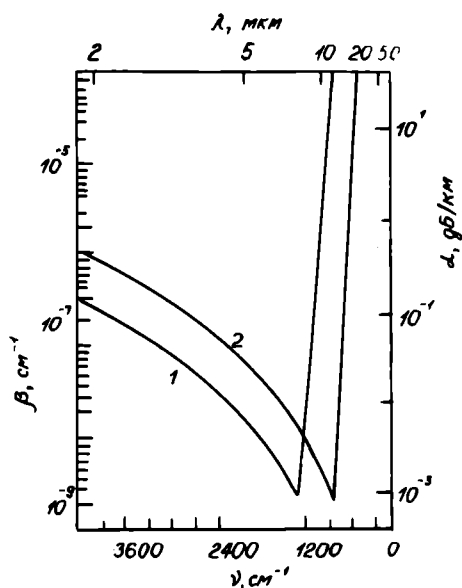


Рис. 1. Спектральная область минимальных оптических потерь в кристаллах КРС-5 (1) и КРС-6 (2)

мальные оптические потери ~ 10 дБ/км для монокристаллов КРС-5 и КРС-6 [6], а в волоконных световодах ~ 200 дБ/км [3].

Основным способом изготовления ПИК-световодов является экструзия. Этим способом на воздухе из галогенидов таллия получены поликристаллические волокна длиной 1...2 м с типичными потерями ~ 500 дБ/км ($\lambda=10,6$ мкм). Получение поликристаллических световодов большой строительной длины связано с разработкой технологического процесса, использующего мощное экструзионное оборудование.

Примером такого оборудования служит экструзионная установка, сконструированная на основе мощного испытательного гидравлического пресса П-125. Кроме него в состав установки входят вакуумная и нагревательная системы; низкотемпературная (до 500°C) и высокотемпературная (до 1400°C) герметичные рабочие камеры; узлы экструзии, транспортировки оптического волокна, устройства нанесения и отжига полимерного покрытия. Устройство нанесения защитного упрочняющего покрытия состоит из фильеры с лаком, печи сушки и роликового механизма, обеспечивающего равномерное передвижение экструдированного волокна. Следует отметить, что применение 125-тонного пресса позволяет использовать исходные заготовки массой 500 г, т.е. из одной загрузки потенциально иметь световоды с суммарной длиной ~ 1 км. Конструкция узлов установки предусматривает возможность их размещения на более производительном прессе П-500 с общим усилием 500 т.

Установка может работать в различных атмосферах: на воздухе, в вакууме, инертном газе, причем для последнего предусмотрена система очистки от механических примесей и водяных паров.

Вакуумная система, содержащая механический и диффузионный насосы, высоковакуумный затвор, создает в камере остаточное давление $\sim 0,1$ Па. Все элементы рабочих камер охлаждаются проточной водой. В высокотемпературной камере предусмотрены экранирующие перегородки из молибдена. Для нагрева до температур выше 500°C применяется графитовый нагреватель сопротивления, максимальные токи в цепи которого составляют ~ 700 А. Режим поддержания температуры автоматический.

Экструдирование волокна проводится в инертную атмосферу (гелий, аргон). Система транспортировки инертного газа предусматривает предварительное охлаждение его в азотной ловушке и подачу непосредственно к выходу волокна из фильеры.

В рассматриваемой экструзионной установке выработка волокна осуществляется снизу вверх (хотя принципиальных отличий в выработке волокна, последующем отжиге и нанесении покрытия при движении снизу вверх и наоборот не обнаружено). Конструкция установки позволяет совмещать процессы экструзии, отжига и нанесения упрочняющего покрытия. С помощью регулируемого роликового механизма достигается синхронное передвижение экструдированного волокна через печь отжига, фильеры с лаком и печь сушки. Геометрические размеры печи и температурный режим обеспечивают полное высыхание лакового покрытия при всех скоростях экструзии световодов. Печь отжига и устройство нанесения упрочняющего покрытия расположены в боксе с вытяжной вентиляцией.

Таблица 1

| Условия отжига | Температура, °С | Время, ч | Размер зерен, мкм | |
|-----------------|-----------------|----------|-------------------|--------------|
| | | | до отжига | после отжига |
| На воздухе | 250 | 3 | 20...30 | 30...40 |
| | 300 | 3 | 20...30 | 30...70 |
| | 350 | 2 | 15...20 | 60...90 |
| В инертном газе | 350 | 7 | 15...20 | 500...800 |
| | 250 | 1 | 20...30 | 25 |
| | 200 | 3 | 20...30 | 25 |

Принципиально важной конструктивной особенностью установки является «движущаяся» по матрице фильера, что обуславливает более равномерное и с постоянной скоростью истечение материала из центральных частей монокристаллической заготовки. Причем, периферийные застойные зоны ограничивают поверхность контакта экструдруемого материала с металлическими стенками фильеры и матрицы, что уменьшает возможность загрязнения материала посторонними примесями. Конструктивное исполнение фильеры предусматривает минимальную длину экструзионного канала. Термохимическая обработка и оптическая полировка фильер до получения зеркальной поверхности существенно улучшают качество поверхности экструдированного волокна: уменьшается количество поверхностных дефектов типа продольных полос, царапин и т.д., что благоприятно отражается на оптических и механических свойствах поликристаллических световодов.

Для экструзии используют составные прессформы неразрезного типа, состоящие из матрицы, фильеры и пуансона. В качестве материала пресс-инструмента при работе в области температур до 500°C и удельном давлении до 100 кН/см² применяется сталь марки ХВГ, закаленная до твердости 58 Н, в высокотемпературной области (вплоть до 1400°C) — инструмент, изготавливаемый из сплавов типа ВМ-20, ВМ-50 и 4605-1 на основе молибдена и вольфрама.

Обычно исходным материалом для выработки ПИК-световодов являются монокристаллические заготовки КРС-5 и КРС-6, в спектрах пропускания которых полностью отсутствуют селективные полосы поглощения. Оптические потери этих монокристаллов составляют 300...600 дБ/км.

Можно предположить, что процесс превращения монокристаллической структуры в поликристаллическую для получения ПИК-световодов состоит из двух стадий: зарождения кристаллов и их рекристаллизации, протекающих с высокой скоростью и практически неразделимых.

Для микроструктуры волокна, полученного при температуре 180°C и удельном давлении 80 кН/см², характерна неравномерность по кристаллитному составу. Большая часть кристаллов имеет неправильную форму, преобладающий размер зерен 10...15 мкм, однако встречаются зерна размером 300...60 мкм. При повышении температуры до 250°C структура становится более крупнозернистой — преобладают зерна размером 40...60 мкм, отдельные кристаллы достигают 80...120 мкм. С ростом температуры процессы собирательной рекристаллизации протекают более интенсивно, что приводит к значительному росту кристаллов.

Следует отметить, что температурно-временной фактор при проведении экструзии преобладает над давлением. В изотермическом режиме уменьшение давления приводит к увеличению размеров кристаллов. Скорость выработки волокна при уменьшении давления падает, в результате увеличивается время нахождения волокна в зоне повышенных температур.

В зависимости от технологических режимов экструзии средний размер зерна изменяется от 10 до 100 мкм (рис. 2).

Для выявления условий, способствующих устранению поверхностных дефектов и повыше-

нию однородности, образцы световодов подвергали отжигу в различных средах (табл. 1). Оказалось, что отжиг при температурах выше 300°C приводит к резкому росту размеров зерен, причем они становятся сопоставимы с диаметром волокна. Волокна составлены из вытянутых в длину крупных кристаллов. При этом механические свойства световодов ухудшаются: волокна ломаются по границам зерен. К лучшим результатам приводит отжиг в условиях умеренных температур (до 200°C) — в этом случае происходит выравнивание среднего размера зерен, сопровождающееся повышением оптической однородности.

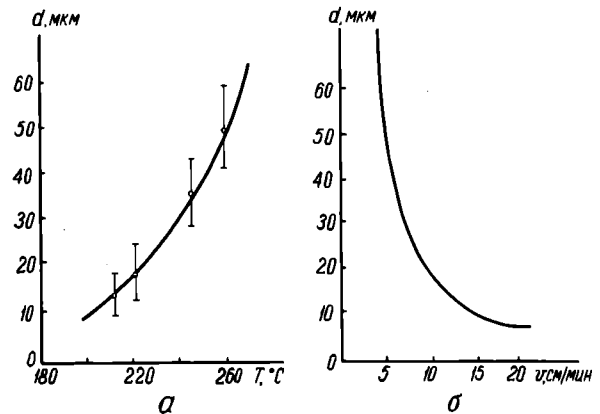


Рис. 2. Зависимость размеров зерен волоконных световодов от температуры (а) и скорости экструзии (б)

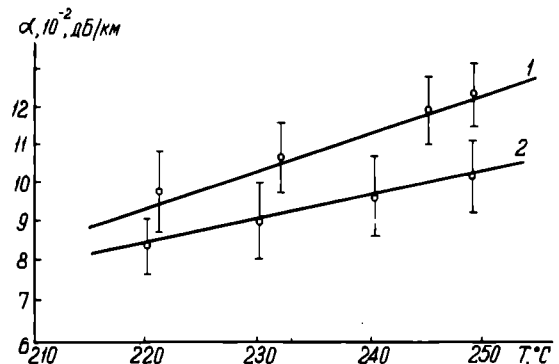


Рис. 3. Уровень оптических потерь в волокнах из КРС-5, полученных на воздухе (1) и в вакууме (2)

Механическая прочность образцов световодов увеличивается с уменьшением размеров зерен. Эффективное влияние на ингибирование роста кристаллов оказывает резкое снижение температуры оптического волокна на выходе, что достигается охлаждением волокна инертным газом сразу после фильеры. Размер кристаллов в поликристаллических световодах в этом случае не превышает 10...15 мкм.

В процессе выработки волокна на него наносится полимерное покрытие. В качестве светоотражающей и упрочняющей оболочки используются фторорганический лак ЛФ-42. Отверждение покрытия происходит при температуре 150...170°C в печи с электронагревом. Полимерная оболочка защищает поверхность волокна от загрязнений и случайных повреждений; механические свойства световодов с покрытием улучшаются в несколько раз.

Характер изменения уровня оптических потерь зависит от среды, в которой проводится экструзия (рис. 3). Экспериментальные результаты показывают, что проведение экструзионного процесса в вакууме при прочих равных условиях позволяет снизить потери в волокне на 150...200 дБ/км.

Процессы экструзии с использованием герметичной камеры эффективны при получении поликристаллических волокон из ряда ИК-материалов, в том числе галогенидов цезия и щелочных металлов. Режимы экструзии KCl, KBr, NaCl, CsI приведены в табл. 2.

Таблица 2

| Исходный материал | Температура экструзии, °C | Удельное давление, кН/см ² | Скорость экструзии, см/мин | Размер зерна, мкм |
|-------------------|---------------------------|---------------------------------------|----------------------------|-------------------|
| KCl (порошок) | 650 | 60 | 25 | 30—60 |
| KBr (порошок) | 600 | 60 | 25 | 30—60 |
| NaCl (порошок) | 700 | 60 | 30 | 40—70 |
| NaCl (порошок) | 650 | 60 | 24 | 30—60 |
| CsI (поликрист.) | 360 | 40 | 28 | 40—80 |
| CsI (поликрист.) | 310 | 40 | 10 | 20—40 |

Указанным способом можно получать световоды длиной 1000 м и более.

ЛИТЕРАТУРА

1. Волоконные световоды из галогенидов таллия для среднего ИК-диапазона/В.Г.Артюшенко, Э.П.Бочкарев, В.Ф.Голованов и др.— Квантовая электроника, 1981, № 8, с. 398.
2. Оценка минимально возможных оптических потерь в кристаллах галогенидов таллия/Е.М.Дианов, И.С.Лисицкий, В.Г.Плотниченко и др.— Оптика и спектроскопия, 1984, № 56, с. 457.
3. Sakuragi S. Polycrystalline KRS-5 infrared fibers for power transmission.— Proc. SPIE., 1982, N 320, p. 2.
4. Макет волоконно-оптического устройства для передачи мощности лазерного излучения и измерения температуры объекта облучения/В.Г.Артюшенко, И.В.Зубов, В.И.Масычев, В.К.Сысоев.— Квантовая электроника, 1985, № 12, с. 879.
5. Harington J.A. A look at the future of infrared fibers.— Opt. News, 1984, vol. 10, N 5, p. 23, 25.
6. Монокристаллы галогенидов таллия с оптическими потерями менее 10 дБ/км/А.П.Белоусов, Е.М.Дианов, И.С.Лисицкий и др.— Квантовая электроника, 1982, № 9, с. 796.

Статья поступила 29 декабря 1986 г.

УДК 681.7.068

И.А.Барышников, М.Р.Гордова,
В.М.Кафиров, А.А.Орлова, В.В.Сахаров,
Н.Г.Сегал

МИКРООПТИЧЕСКИЕ ЭЛЕМЕНТЫ НА ОСНОВЕ ГРАДИЕНТНЫХ СТЕКОЛ

В градиентных оптических элементах путем управления процессами ионообменной диффузии в стекле с целью формирования заданного профиля показателя преломления могут быть существенно уменьшены сферические аберрации и соответственно снижены размеры фокального пятна до уровня, близкого к дифракционно-ограниченному пределу.

Градиентные оптические элементы (ГОЭ) являются основой микрооптических устройств нового поколения, предназначенных для фокусировки и коллимации излучения, передачи и трансформации изображения. Они необходимы для создания элементной базы волоконно-оптических линий связи, контрольно-измерительной аппаратуры световодных систем связи и передачи информации, эндоскопов и т.п. устройств.

При разработке ГОЭ для микрооптических устройств важную роль играет выбор стекловой матрицы, получение стекол с минимальным показателем ослабления и повышенной оптической однородностью, формирование заданного профиля показателя преломления.

Параметры фокусирующих ГОЭ определяют максимальным изменением показателя преломления поверхности стекла в процессе ионообменной диффузии, которая существенно зависит от материала стеклообразующей матрицы. При использовании щелочногерманатных стекол могут быть получены ГОЭ с апертурой до 0,14 ($\Delta n \sim 90 \cdot 10^{-4}$) [1]. Более высокое значение перепада показателя преломления ($\Delta n = 800 \cdot 10^{-4}$) обеспечивают таллиевые стекла [2, 3], но их недостатком являются высокая токсичность и значительные хроматические аберрации. В волоконно-оптических устройствах для эффективного согласования световодных трактов необходимо достижение апертуры в ГОЭ не менее 0,25...0,02 ($\Delta n \geq 220 \cdot 10^{-4}$). Учитывая это, целесообразно, сохранив достоинства силикощелочногерманатных стекол, увеличить их апертуру до необходимого значения.

Свойства щелочногерманатных стекол, используемых в качестве матриц для градиентных оптических элементов, приведены в табл. 1.

При изучении оптофизических свойств стекол в системе $\text{SiO}_2\text{—GeO}_2\text{—R}_2\text{O}$ установлено, что величина Δn в процессе ионообменной диффузии повышается до $240 \cdot 10^{-4}$ с увеличением в исходном стекле молярной доли щелочей с 15 до 25%, а также путем добавок в него оксидов редкоземельных металлов. Для повышения кристаллизационной стойкости стекла С96-4 вводят дополнительно оксид циркония. Это стекло характеризуется высокой радиационной устойчивостью. Как свидетельствуют спектры светопропускания образцов этого стекла, в области длин волн от 600 до 1200 нм γ -облучение практически не влияет на светопропускание. (Снижение или повышение светопропускания на 1% обуславливает возрастание оптических потерь менее чем

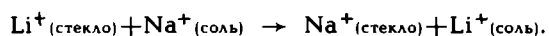
Таблица 1

| Марка стекла | Показатель преломления | Температура деформации, °С | ТКАР · 10 ⁷ , град ⁻¹ | Изменение показателя преломления, Δn · 10 ⁴ | Молярная доля (SiO ₂ + GeO ₂ + B ₂ O ₃), % | Молярная доля (Ln ₂ O ₃ + Al ₂ O ₃ + ZnO ₂), % |
|--------------|------------------------|----------------------------|---|--|---|--|
| C75-3 | 1,594 | 510 | 75,0 | 102 | 80,4 | 4,2 |
| C76-6 | 1,611 | 529 | 76,2 | 180 | 79,4 | 5,2 |
| C96-4 | 1,628 | 508 | 93,5 | 240 | 64,0 | 11,0 |

на 0,1 дБ в образце, толщина которого соизмерима с длиной ГОЭ).

Создание требуемого профиля в реальном граде связано с принципиальными ограничениями, определяемыми свойствами стекольной матрицы, особенностями формирования в ней градиентного показателя преломления. В реальном граде распределение показателя преломления всегда отличается от идеального [5, 6], в результате чего возникают дополнительные аберрации. Введение величины Ω — угловой пространственной частоты переноса изображения [7], связанной с высотой входа луча в граде соотношением $\Omega = K\lambda / L_p(r^2)$ (где $L_p(r^2)$ — длина периодичности луча), — позволяет количественно оценить оптическое качество реального града.

Для обеспечения заданного профиля показателя преломления в щелочносиликогерманатных стеклах используется метод ионообменной диффузии при обработке стеклянных штабиков в расплаве солей:



На формирование распределения показателя преломления влияет совокупность таких параметров, как время, температура, состав расплава, концентрационная зависимость коэффициента взаимодействия.

Температура ионообменной обработки обычно близка к температуре размягчения стекла. Это обеспечивает эффективность ионного обмена на поверхности и в объеме стекла практически без деформации образцов. Изменение граничных условий на поверхности образцов в процессе ионообменной диффузии путем смены солевых расплавов различной концентрации оказывает значительное влияние на формирование распределения показателя преломления. При одностадийной ионообменной диффузии в расплаве NaNO₃ (рис. 1 кривая 1) не удается добиться удовлетворительного распределения показателя преломления: в осевой части цилиндрических образцов формируется зона а с сильно выраженной сферической аберрацией; величина ΔΩ составляет в этом случае ~10,5%. Применение двух- и трехстадийных режимов обработки в расплавах солей различной концентрации позволяет уменьшить ΔΩ до 2...5% (рис. 1 кривые 2, 3).

Изучение формирования оптического сигнала ГОЭ показало, что градиентные оптические элементы, полученные по одностадийному режиму, фокусируют коллимированный световой поток в некоторую протяженную область со сложной экстремальной структурой (рис. 2, кривая 1). Это объясняется отклонением распределения показателя преломления от параболического, вследствие чего длина периодичности луча начинает зависеть от высоты его входа. ГОЭ, полученные

по многостадийной технологии, имеют более совершенное распределение показателя преломления и фокусируют поток гелий-неонового ла-

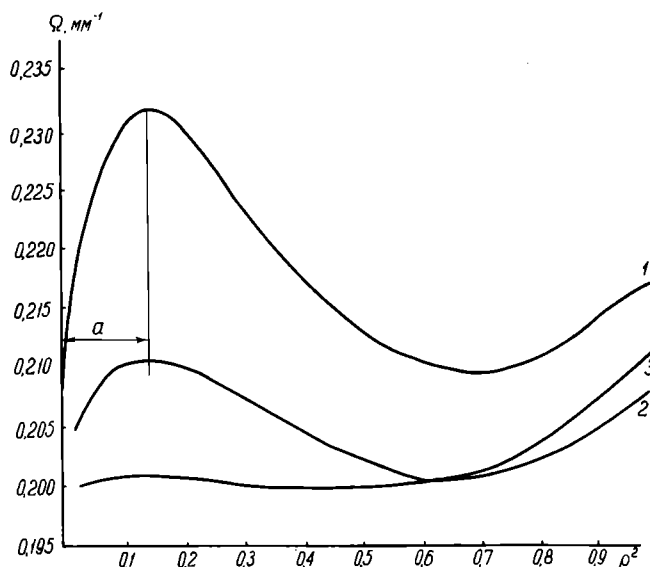


Рис. 1. Зависимость изменения угловой пространственной частоты переноса изображения для градиентных оптических элементов, полученных по одно- (8 ч), двух- (9...6 ч), трехстадийному (4...7 ...4 ч) режимам. Кривые 1, 2, 3 соответственно

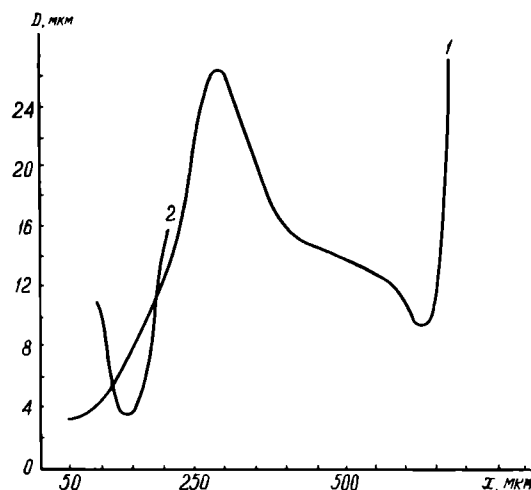


Рис. 2. Зависимость диаметра фокального пятна от расстояния от фотоприемника до торца линзы

зера в пятно диаметром 3,5 мкм (рис. 2, кривая 2).

Высокие требования к качеству градиентных оптических элементов и воспроизводимости их свойств при массовом производстве определяют требование к оборудованию для их получения, с учетом обработки до 1000 стеклянных штабиков в одном цикле (партия). При получении исходного стекла высокой оптической однородности с минимальными оптическими потерями важную роль играет качество сырьевых материалов и способ составления шихты. Используются в основном реактивы квалификации «ОСЧ для волоконной оптики»; перемешивание компонентов шихты осуществляется в смесителе со сложной траекторией движения барабана. Варка оптического стекла проводится на установке с высокочастотным индукционным нагревом в платиновом тигле объемом 7 л.

Подготовка заготовок для ГОЭ включает резку блока стекла и прецизионное изготовление круглых стержней $\varnothing 20$ мм. Перетяжка штабиков осуществляется на промышленной установке вертикального вытягивания мультикапилляров с точностью диаметра ± 5 мкм.

На установке ионообменной обработки производится обработка в расплавах солей при температуре 800°C штабиков длиной до 100 см. Точность поддержания температуры составляет $\pm 0,5^\circ\text{C}$. Обрабатывать штабики можно как в свободном состоянии, так и в специальных кассетах, исключающих деформацию стекла. Производительность установки — до 1000 элементов за один процесс, который в зависимости от диаметра заготовок составляет 8...20 ч. Шлифование и полирование торцов ГОЭ осуществляется на станке с применением специально разработанных приспособлений, обеспечивающих перпендикулярность торцов образующей (с отклонением в пределах $30'$). Ниже приведены свойства градиентных оптических элементов ($\lambda=633$ мкм), полученных в указанном процессе.

| | |
|--|---------------------------|
| Максимальная числовая апертура (осевая) | 0,25 |
| Диаметр графана, $D - 0,01$ мм | 1,0; 1,5 |
| Диаметр фокального пятна (для ЛЦГ длиной $L/4$), мм | 3—5 (4—6) $\cdot 10^{-3}$ |
| Длина периодичности, $L/4 \pm 2\%$ | 5,4; 8,0 |
| Разрешающая способность, мм^{-1} | ≤ 250 |

Особенностью «четвертьпериодных» ГОЭ является коллимация света, выходящего из оптического волокна под определенным углом ($\sim 11,5^\circ$ для волокна с апертурой 0,2). Коллимированный световой пучок, характеризующийся малой угловой расходимостью, обрабатывается одним или более оптическими элементами (например, фильтрами, отклоняющими пластинами), после чего с помощью аналогичной градиентной линзы фокусируется на торец выходного оптического волокна.

Оптические потери в устройствах на основе ГОЭ, помимо несовершенства профиля показателя преломления, определяются рядом внешних факторов: неперпендикулярностью входного и выходного торцов; отклонением от технологической длины; френелевскими потерями на отражение; несоосностью волокна и ГОЭ, неперпендикулярностью выходного торца световода. Анализ показал, что оптические потери в значительной мере зависят от неперпендикулярности торца ГОЭ (табл. 2).

Таблица 2

Влияние неперпендикулярности торцов на характеристики светового пучка в ГОЭ

| Неперпендикулярность выходного торца, мин | ГОЭ — фокусирующая система | | ГОЭ — коллимирующая система | |
|---|---------------------------------------|---|--|---|
| | Смещение фокального пятна от оси, мкм | Смещение коллимированного пучка от оси, мкм | Расходимость коллимированного пучка, $\text{рад} \cdot 10^5$ | Угловое отклонение коллимированного пучка от оси, мин |
| 15 | 12—13 | 12 | 19 | 6 |
| 30 | 25—27 | 28 | 32 | 14 |
| 45 | 35—42 | 42 | 44 | 20 |
| 60 | 44—56 | 54 | 53 | 25 |
| Координаты юстировки | x—y—z | x—y | x—y | x—y— α |

При угле неперпендикулярности торцов θ , составляющем $60'$, смещение и угловое отклонение коллимированного пучка от оси ГОЭ составляют соответственно 54 мкм и $25'$. Расходимость коллимированного пучка слабо зависит от величины θ . Из-за неперпендикулярности торцов ГОЭ перестает быть строго четвертьпериодным, вследствие чего свет фокусируется на торце в пятно конечных размеров.

Полученные данные необходимо учитывать при создании рациональной схемы оптических устройств. Смещение коллимированного пучка от оси ГОЭ требует юстировки по координатам x—y; в случае сочетания одноименного волокна с ГОЭ требуется сведение светового пучка в пятно минимальных размеров, т.е. дополнительное перемещение ЛЦГ по оси z. При значительной величине θ становится обязательной угловая юстировка.

Имеются оптоволоконные коллимирующие устройства двух типов, включающие многомодовый световод и градиентный оптический элемент в разъемном и неразъемном исполнении.

Конструкция неразъемного коллимирующего устройства обеспечивает максимальную соосность ГОЭ и световода: конец световода, освобожденный от защитных покрытий, вклеивается с минимальным зазором в стеклянный капилляр, наружный диаметр которого практически равен диаметру ГОЭ; капилляр и ГОЭ юстируются в направляющей V-образной канавке и склеиваются оптически клеом, который является одновременно иммерсионной средой, снижающей потери на отражение в соединении.

Эксцентриситет ξ в узле такой конструкции определяется разностью диаметров капилляра и ГОЭ (Δ_1), разнотолщиной стенок капилляра (Δ_2) и зазором между световодом и внутренней стенкой капилляра (Δ_3): $\xi = (\Delta_1 + \Delta_2 + \Delta_3)/2$. При вводе излучения в многомодовое волокно с диаметром сердцевины 50 мкм допустим эксцентриситет менее 20 мкм. Поэтому при изготовлении оптических устройств необходимо соблюдение требуемых допусков на геометрические размеры (диаметр) элементов узла. Склеенный узел монтируется в металлическую

втулку, образуя с волоконным кабелем прочное неразъемное соединение типа кабельного наконечника с внешним диаметром 2,5 мкм. Коллимирующие оптические устройства «оптоволоконный кабель—ГОЭ» характеризуются следующими параметрами: расходимость излучения в пределах 30'; отклонение излучения от перпендикулярности посадочной поверхности 6; оптические потери до 1,0 дБ.

Конструкция универсального разъемного коллимирующего устройства обеспечивает стыковку градиентного оптического элемента с волокном с максимальной эффективностью ввода излучения из волокна в ГОЭ и в обратном направлении. Устройство юстируется при монтаже на стенде. Градиентный оптический элемент вклеивается в шайбу, представляющую собой точно изготовленное плоское кольцо с внутренним центральным отверстием под ГОЭ. Шайба с ГОЭ вставляется во втулку с большим зазором с целью последующей юстировки относительно волокна. Торцевая плоскость втулки, строго перпендикулярная к ее оси, служит посадочной поверхностью для шайбы с ГОЭ. Конструкция противоположной стороны втулки обеспечивает надежное сочленение с наконечником волоконно-оптического кабеля диаметром 2,5 мкм.

Разъемный коллимирующий оптический узел характеризуется расходимостью излучения в пределах 30', отклонением оси излучения от перпендикулярности посадочной поверхности в пределах 3'.

Универсальный коллимирующий оптический узел является основой ряда оптических устройств — аттенуаторов, направленных ответвителей и т.п. Суммарные оптические потери в этих устройствах не превышают 2,0...2,5 дБ. Действующие оптические устройства работают в контрольно-измерительной аппаратуре световодных систем связи и передачи информации.

ЛИТЕРАТУРА

1. А.с. 563370 (СССР)/Г.О.Карапетян, В.Г.Ильин, В.Я.Лившиц, Г.Д.Негодаев, М.Н.Полянский, Д.К.Сагтаров. — Оpubл. в Б.И., 1977, № 24.
2. Пат. № 48-37731 (Япония).
3. Пат. № 403153 (СССР).
4. Исследование стекол системы $R_2O—V_2O_5—GeO_2—SiO_2$, пригодных для градиентной оптики/Л.А.Гречаник, М.Р.Гордова, В.Я.Лившиц и др. — Физика и химия стекла, 1982, т. 8, № 2, с. 205—211.
5. Содха М.С., Гхатюк А.К. Неоднородные оптические волноводы. — М.: Связь, 1980. — 216 с.
6. Кравцов Ю.А., Орлов Ю.М. Геометрическая оптика неоднородных сред. — М.: Наука, 1980. — 304 с.
7. Ильин В.Г., Ремизов Н.В. Интерференционный метод измерения распределения показателя преломления в передающих изображениях градахах. — Письма в журн. тех. физ., 1984, т. 10, с. 105—110.

Статья поступила 29 декабря 1986 г.

УДК 681.7.068.4

Е.Г.Герасимов, А.Н.Гнатюк, В.К.Сахаров

СПЛАВНЫЕ БИКОНИЧЕСКИЕ РАЗВЕТВИТЕЛИ НА КВАРЦЕВЫХ СВЕТОВОДАХ

Использование графитового нагревательного элемента в технологии сплавных волоконно-оптических разветвителей позволяет изготавливать разветвители—многомодовые и одномодовые типов «2×2» и «3×3», — характеризующиеся потерями 0,6...3,0 дБ.

Реализация волоконно-оптических систем передачи и преобразования информации, а также датчиков-интерферометров на световодах практически невозможна без применения многомодовых и одномодовых разветвителей. Наибольшее распространение среди известных конструкций получили сплавные биконические разветвители, технология изготовления которых заключается в высокотемпературном нагреве двух или более сложенных вместе или перекрученных световодов и вытягивании их до образования общей биконической перемычки*. Преимуществом сплавных разветвителей являются сравнительная простота изготовления и устойчивость к климатическим воздействиям.

Требуемая для технологии изготовления сплавных разветвителей температура нагрева (~2000°C) может быть получена с помощью кислородной горелки, электрической высоковольтной дуги и излучения CO₂-лазера. Однако этим нагревателям в той или иной мере присущи недостатки: неоднородность и ограниченность зоны нагрева, сложность регулирования температуры и высокие требования к соблюдению техники безопасности.

Результаты проведенной работы показали, что для получения сплавных разветвителей может быть использован нагреватель другого типа — графитовый. Графит широко применяется в технике как омический электронагревательный элемент, он обладает высокой термостойкостью и легко поддается механической обработке.

В экспериментах использовали графитовый стержень диаметром 6 мм с прорезью в центральной части поперек оси глубиной до 3/4 диаметра. Внутри прорези локализовалось высокотемпературное поле, температура регулировалась изменением напряжения электропитания в диапазоне 0...25 В. Так как рабочая температура достигала экстремально высоких для кварца значений, нагревательный стержень из-за постепенного выгорания выдерживал не более 7...10 циклов, а затем заменялся новым. Крепление и подвод тока (до 100 А) осуществлялись с помощью пары графитовых держателей, устанавливаемых на охлаждаемых водой медных радиаторах—тоководах.

Технология изготовления разветвителей с помощью графитовых нагревателей отработывалась на многомодовых световодах со ступенчатым профилем показателя преломления (диаметры сердцевины и оболочки соответственно 50 и 125 мкм) и одномодовых световодах с длиной

*Kawasaki B.S., Hill K.O., Lamont R.G. Biconical-taper single-mode fiber coupler. — Opt. Lett., 1981, vol.6, p.327.

волны отсечки 0,85 мкм (диаметр сердцевинны 5...8, оболочка — 125 мкм).

Подготовка световодов для сплавления и перетяжки включала удаление наружного (на основе полиарилата или полиамида) и внутреннего (из кремнийорганического материала) покрытий на участках длиной 40...60 мм. Далее световоды перекручивались на 1...2 оборота, а на границах подготовленной зоны быстродействующим клеем фиксировались капиллярные трубки из стекла, предназначенные для крепления заготовки на последующих технологических операциях и окончательного монтажа разветвителя в защитном корпусе. Травление в 40%-ном растворе плавиковой кислоты было обязательным для одномодовых световодов и могло быть исключено для многомодовых. Кварцевая оболочка одномодовых световодов стравливалась до диаметра 30...40 мкм.

Для формирования биконической перемычки — рабочей части разветвителя — заготовка закреплялась в манипуляторах устройства растяжения, при этом подготовленная для сплавления зона размещалась внутри поперечной прорези графитового нагревателя. Рабочая температура устанавливалась и поддерживалась по уровню тока фотодатчика. Скорость растяжения составляла 40 мкм/с; ход процесса непрерывно контролировался по оптическому сигналу на выходах формируемого разветвителя при возбуждении одного из входов лазерным полупроводниковым диодом. Процесс заканчивался по достижении задаваемой связи между выходными каналами.

Полученный разветвитель, толщина перемычки которого в наиболее узкой части составляла единицы микрон, помещался внутри кварцевой трубки диаметром 7 мм и длиной 50...70 мм и герметизировался эпоксидной смолой. Входные и выходные концы — световоды имели произвольную длину.

Оптические параметры разветвителей различных типов приведены в таблице.

| Параметры* | Многомодовые «2×2» | Многомодовые «3×3» | Одномодовые «2×2» |
|-----------------------|--------------------|--------------------|-------------------|
| Вносимые потери, дБ | 1,2...2,0 | 0,6...1,0 | 1,5...3,0 |
| Развязка по входу, дБ | 25...30 | 25...30 | 35 |

* Указаны для разветвителей с равномерным распределением мощности по выходам.

Разветвители были испытаны на устойчивость к температурным воздействиям в диапазоне от —10°C до 50°C: для всех трех типов отклонения потерь и коэффициентов связи от значений, измеренных при температуре 20°C, не превышали ±10%.

Таким образом, волоконные светоделители с высокими оптическими характеристиками и устойчивые к температурным воздействиям могут быть изготовлены на несложном оборудовании. Технология изготовления разветвителей вполне доступна для воспроизведения ее на предприятиях, разрабатывающих волоконно-оптические системы связи и датчики различного назначения.

Статья поступила 29 декабря 1986 г.

УДК 621.793.162

В.В.Зотов, С.В.Петров, В.Н.Стаценко

ИМПУЛЬСНОЕ НАРАЩИВАНИЕ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЕВ КРЕМНИЯ ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ

Импульсное эпитаксиальное наращивание дает возможность существенно повысить компактность кремниевых эпитаксиальных структур и соответственно увеличить плотность компоновки и быстродействие ИС. Толщину эпитаксиального и переходного слоев удается уменьшить до единиц нанометров, что позволяет изготавливать полупроводниковые приборы и ИС с элементами субмикронных (вплоть до единиц нанометров) размеров. По возможности обеспечения компактности структур импульсная эпитаксия близка к молекулярно-лучевой эпитаксии, но превосходит последнюю по простоте процесса и оборудованию, производительности и уровню кристаллографического совершенства эпитаксиальных слоев.

Одним из существенных недостатков традиционных (стационарных) процессов термохимического эпитаксиального наращивания кремниевых слоев из парогазовых кремнийсодержащих смесей является длительное воздействие на подложку высоких температур (950...1250°C) во время термообработок. Периоды предэпитаксиальных термических обработок подложки, непосредственно эпитаксиального наращивания и охлаждения в этих процессах соизмеримы между собой и составляют десятки минут. Во время предэпитаксиальных термообработок из подложки и легированных областей происходит испарение легирующих примесей, которые затем, переосаждаясь в процессе наращивания кремния, неконтролируемо легируют эпитаксиальный слой. Уровень этого автолегирования определяется количеством примеси Q , испарившейся из подложки за время предэпитаксиальной термообработки t :

$$Q = vN \cdot t,$$

где v , N — скорость испарения и концентрация легирующей примеси.

Сокращая время предэпитаксиальной термообработки с десятков минут до нескольких секунд (или даже до десятых долей секунды) в процессе импульсного эпитаксиального наращивания, удается понизить уровень автолегирования на два—четыре порядка по сравнению с традиционной технологией.

Кроме того, продолжительность собственно наращивания эпитаксиального слоя может быть уменьшена путем фотостимулирования до нескольких десятков секунд, а вследствие отсутствия массивных нагревателей или подложкодержателей (что характерно для технологии традиционного эпитаксиального наращивания) сокращено до нескольких секунд время остывания эпитаксиальной структуры по окончании процесса наращивания. Таким образом, весь цикл термообработки в процессе импульсного эпитаксиального наращивания значительно сокращается — это дает возможность примерно на порядок уменьшить диффузионный уход размеров легированных областей, созданных в подложке перед наращиванием эпитаксиального слоя. По этой же причине, а также вследствие

понижения уровня автолегирования уменьшается толщина переходной области эпитаксиальный слой — подложка или эпитаксиальный слой — скрытый слой.

Наиболее известные высокоинтенсивные источники греющего излучения — галогенные и ксеноновые лампы. Первые дают возможность нагреть стандартные кремниевые подложки до температур 1000...1400°C обычно за 2...5 с, вторые — за 0,3...1 с. Кроме того, второй тип ламп излучает до 20% мощности в УФ-диапазоне и поэтому может стимулировать фотохимические процессы осаждения и фотокристаллизации кремния.

В качестве кремнийсодержащих парогазовых агентов используют смеси силана и тетрахлорида кремния с водородом. Максимальная температура подложки в процессе наращивания варьируется в диапазоне от 950 до 1300°C; давление парогазовой смеси составляет 10^4 Па или $7,6 \cdot 10^4$ Па.

Меняя состав парогазовой смеси в реакционной камере в промежутке между греющими импульсами, можно выполнять очистку поверхности пластин, травление слоя естественной двуокиси кремния, наращивание определенного количества эпитаксиальных слоев заданного типа проводимости. Толщина эпитаксиального слоя, выращиваемого за один импульс длительностью 0,5...0,7 с, составляет от 5 до 15 нм, в зависимости от максимальной температуры и состава парогазовой смеси. Толщина переходной области (с концентрацией $2 \cdot 10^{19}$ см⁻³ до 10^{16} см⁻³) не превышает 50...90 нм. Таких параметров нельзя достигнуть методами традиционного эпитаксиального наращивания.

Выращенные в указанных условиях слои имели зеркальную поверхность и плотность дефектов упаковки менее 10^2 см⁻².

Импульсное эпитаксиальное наращивание целесообразно применять для изготовления структур со слоями толщиной от 10 нм до 3...5 мкм.

Полученные результаты дают возможность судить о перспективности метода импульсной эпитаксии для создания многослойных эпитаксиальных структур.

С экономической точки зрения метод импульсной эпитаксии также эффективен, поскольку происходит нагрев только самой подложки; причем достаточна средняя мощность не более 3...5 кВт, что примерно в 20...40 раз меньше средней мощности установок, предназначенных для традиционной эпитаксии с индукционным нагревом. К тому же этот метод предполагает поштучную обработку пластин, поэтому объем реакционной камеры может быть минимальным. Это обуславливает экономию реакционных газов и повышает безопасность проведения процесса эпитаксиального наращивания.

Метод импульсной эпитаксии позволяет обрабатывать пластины большого диаметра (100...200 мм) без существенного увеличения энергетических затрат и размеров конструкции установки. Огромным его преимуществом является возможность полной автоматизации процесса, включая загрузку и выгрузку, и обеспечения производительности на уровне 30...100 пластин любого диаметра в час.

Промышленное использование рассмотренного варианта эпитаксии связано с решением ряда серьезных задач, направленных на оптимизацию

процесса и разработку оборудования для управления и контроля температуры подложки, а также обеспечение высокой однородности освещенности подложки.

Статья поступила 4 декабря 1986 г.

УДК 621.357.035.48:621.382.002

В.С.Васильев, Н.П.Дергачева, Е.Г.Купшарева, Г.С.Лопатин, Ю.В.Румянцев

КОМПЛЕКСНАЯ ПЕРЕРАБОТКА МЫШЬЯКСОДЕРЖАЩИХ ОТХОДОВ ПРОИЗВОДСТВА

Глубокая очистка технологических растворов от мышьяка и регенерация ценных компонентов могут быть достигнуты при использовании комбинированных схем, включающих дистилляцию, химическое осаждение и термическую обработку.

Полупроводниковое производство сопровождается образованием большого количества промышленных отходов, представленных как основными (Si, GaAs, CdS и т.п.), так и вспомогательными (кислоты, щелочи, газы, суспензии, сточные воды и т.п.) материалами. Как правило, сбор, хранение и повторное использование последних не практикуется. Однако с точки зрения охраны окружающей среды представляют интерес регенерация и повторное использование жидких отходов, в первую очередь содержащих мышьяк и его соединения, в связи с их высокой токсичностью.

Современные методы обезвреживания мышьяксодержащих растворов и сточных вод основываются на реакциях осаждения мышьяка в виде труднорастворимых соединений, соосаждения с гидроокислами железа и алюминия или электрокоагуляции; методы сорбции и экстракции могут быть рекомендованы лишь для разбавленных растворов [1...4].

Применение в электронной промышленности реагентных способов для детоксикации сбросных растворов ограничивается присущими этим способам недостатками. Так, например, при осаждении мышьяка в форме арсенатов или арсенитов кальция его остаточная концентрация в растворах в 70...100 раз превышает ПДК [5]. Снижение этого уровня концентрации возможно при проведении процессов осаждения в присутствии катионов многовалентных металлов, в частности Fe³⁺, вследствие образования менее растворимых арсенатов железа (предел растворимости 0,06 мг/л) и одновременной сорбции мышьяка на развитой поверхности образующихся гидроокислов. Аналогично действуют добавки фосфорной кислоты, приводящие к связыванию As в труднорастворимых фосфатах [6, 7]. Но все указанные способы переработки не удовлетворяют жестким

требованиям к обезвреживаемым растворам по содержанию мышьяка, величине pH, постоянству состава, а также в связи с плохой фильтруемостью пульп и трудностью захоронения осадков.

Определенными преимуществами обладает реагентный способ осаждения мышьяка из растворов в виде малотоксичного и практически нерастворимого в воде сульфида (As_2S_3) [8], а также разновидности указанного способа — сульфидно-купоросный и сульфидно-пиролюзитный [9, 10].

Анализ состава подлежащих переработке растворов за длительный период показал, что их характеризует разнообразие и непостоянство концентраций мышьяка и кислот, наличие в них других ценных компонентов, в частности галлия. Поэтому желательнее применять комбинированные схемы, дающие возможность оперативно корректировать условия переработки в соответствии с меняющимся составом и временем поступления стоков.

Таблица 1

| Вид отходов | As | Содержание, л/г | | | Прочие компоненты |
|---------------------------------|--------|-----------------|------|--------|-------------------|
| | | Ga | Cl | NO_3 | |
| Травильный раствор | 5,1 | 15,3 | 85,6 | 191,8 | Fe, Mn, F |
| Трихлорид мышьяка | до 500 | — | — | — | — |
| Глицерин | 1,0 | — | — | — | — |
| Суспензия с гипохлоритом натрия | 0,1 | 0,001 | 8,8 | 6,5 | In, Si, Fe |
| Смешанный раствор | 13,5 | 30,3 | 90 | 212 | — |

Как видно из табл. 1, основными видами отходов являются отработанные травильные растворы и суспензии, содержащие в качестве окислителя перекись водорода или гипохлорит

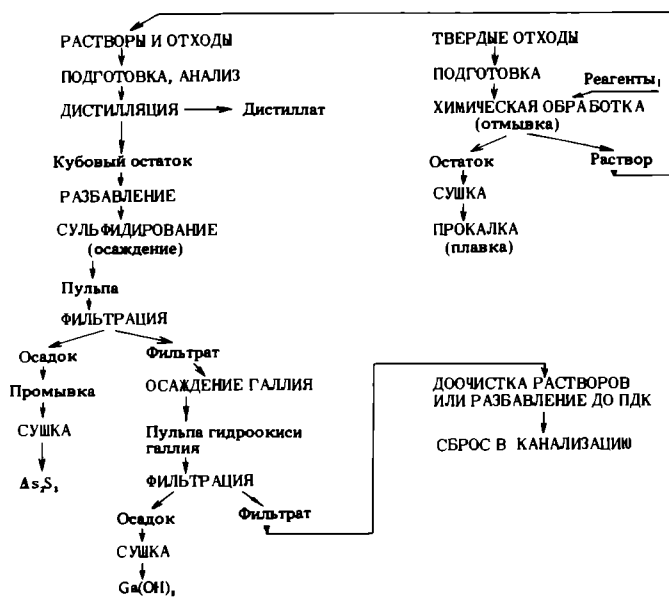


Рис. 1. Технологическая схема переработки мышьяксодержащих отходов производства

натрия и используемые на операциях механохимической обработки пластин, а также небольшие количества $AsCl_3$ и загрязненного мышьяком глицерина. Технологическая схема переработки кислых травильных и смешанных растворов приведена на рис. 1.

Основной технологической операцией, позволяющей при избытке окислителя в растворе отогнать из него смесь кислот и сконцентрировать практически весь мышьяк в кубовом остатке, является выпаривание, осуществляемое в коррозионно-стойком испарителе. Жидкость доводится до кипения с помощью графитовых электродов или резистивных элементов. Для конденсации кислых паров используется блочный графитовый теплообменник типа ТГ-Б/В1-В2 или кварцевый конденсатор. Дистиллят, практически не содержащий мышьяка, направляется в оборот или сливается в канализацию, а кубовый остаток — на извлечение из него As и Ga в виде As_2S_3 и $Ga(OH)_3$.

Технологические показатели переработки травильного раствора, содержащего 5,1 г/л мышьяка, приведены в табл. 2. Из нее видно, что выход конденсата при выпаривании составляет 77,4% при содержании в нем около 25% ($HCl + HNO_3$) и концентрации As и Ga, равной 6 и 17 мг/л соответственно. Такой раствор может быть использован в обороте для травления твердых мышьяксодержащих отходов.

Таблица 2

| Продукт переработки | Выход, % | Содержание, г/л | | | | S, % |
|---------------------|----------|-----------------|-------|--------|--------|------|
| | | As | Ga | Cl | NO_3 | |
| Исходный раствор | 100 | 5,1 | 15,3 | 85,6 | 191,8 | |
| Дистиллят | 77,4 | 0,006 | 0,017 | 83,11 | 169,1 | |
| Кубовый остаток | 22,6 | 23,1 | 67,3 | 100,23 | 284,7 | |
| Кек | 4,84 | 20,51 | 0,26 | — | — | 73,7 |
| Маточный раствор | 115 | 0,016 | 11,7 | — | — | 0,57 |

Извлечение HCl в дистиллят составляет 70...75%, HNO_3 — 65...70%. Извлечение мышьяка из кубового остатка в сульфидный кек при обработке раствором Na_2S — около 95...97%. Среднее суммарное извлечение всех ценных компонентов (As, Ga, HCl , HNO_3) из исходного раствора достигает 70...75%.

В табл. 3 приведены сравнительные результаты переработки травильного раствора по традиционному известковому способу [5, 6] и рассмотренной технологии.

Специфическими особенностями гипохлоритных суспензий, применяемых при механохимической обработке монокристаллических слитков и пластин, являются отсутствие свободных кислот, сравнительно низкие концентрации ценных компонентов (Ga и As), высокое содержание тонкодисперсных окислов кремния, взвешенных в жидкой фазе. Результаты переработки таких суспензий (табл. 4) способом выпаривания (рис. 2) показывают, что более 99% мышьяка сосредоточено в кубовом остатке и его содержание в дистилляте не превышает 0,3...0,5 мг/л. Путем микрофильтрации через мембраны с диаметром пор 0,05...0,2 мкм оно

Таблица 3

| Способ переработки | Расход извести, кг | Выход кеков, кг | Извлечение в дистиллят, % | | Конечный раствор | | | |
|--------------------|--------------------|-----------------|---------------------------|------------------|------------------|------------------------|--|----------|
| | | | HCl | HNO ₃ | V, л | CaCl ₂ , кг | Ca(NO ₃) ₂ , кг | As, мг/л |
| Известковый | 0,73 | 0,9—1,1 | — | — | 6,0 | 0,32 | 0,62 | 13,5 |
| Комбинированный | — | 0,21 | 74,7 | 67,9 | 0,5—1 | — | — | 1—5 |



Рис. 2. Технологическая схема переработки отходов гипохлоритной суспензии

Таблица 4

| Наименование продукта | Выход, % | Содержание As, мг/л | Извлечение As, % |
|---------------------------------|----------|---------------------|------------------|
| Исходная суспензия | 100 | 600 | — |
| Конденсат | 60,9 | 0,29 | 0,03 |
| Конденсат после микрофильтрации | 60,9 | 0,16 | 0,017 |
| Кубовый остаток | 39,1 | 1534 | 99,97 |
| Сухой остаток | 14,2 | 4,09* | 96,98 |
| Потери (невязка) | — | — | 3,003 |

*Указано массовое содержание, %

может быть снижено до 0,15...0,25 мг/л. Кубовый остаток представляет собой частично закристаллизованную полужидкую массу, которую можно легко извлечь из реактора и подвергнуть дополнительной регенерации или захоронить.

Серьезное внимание при переработке рассматриваемых отходов должно быть обращено на исследование и разработку адсорбционных, ионообменных и мембранных способов разделения. Быстрое развитие технологии ультрафильтрации и обратного осмоса уже в ближайшие годы может сделать ее конкурентоспособной по отношению к традиционным методам химического осаждения или термообработки.

ЛИТЕРАТУРА

1. Милованов Л.В. Очистка и использование сточных вод предприятий цветной металлургии.— М.: Металлургия, 1971, с. 152—155.

2. Баранов Е.А. Эффективные методы очистки сточных вод.— Электронная промышленность, 1974, вып. 2, с. 60—64.

3. Кожемякин В.А., Введенская Н.А. Об очистке сточных вод и отходящих газов на предприятиях полупроводниковых материалов.— Цветные металлы, 1974, № 9, с. 47—50.

4. Скрипач Т.К., Камень Л.М. Труды научно-исследовательского и проектного института «Казмеханобр».— Алма-Ата, 1972, № 8, с. 77—84.

5. Милушева М.А., Дадабаев А.Ю. Труды научно-исследовательского и проектного института «Казмеханобр».— Алма-Ата, 1972, № 10, с. 104—109.

6. Захват солей мышьяка, мышьяковой и мышьяковистой кислоты фосфатом кальция/А.В.Николаев, А.А.Мазурова, Т.Н.Сердюк, Г.В.Шемонаева.— Изв. СО АН СССР. Сер. хим., 1972, 121, вып. 5, № 12.— 124 с.

7. Исследование возможности применения реagentных способов для очистки сточных вод/Н.С.Захарова, Л.Д.Козьмина, Л.Г.Лелюк и др.— Электронная техника. Сер. Материалы, 1976, вып. 9, с. 106—108.

8. Салин А.А., Моина Е.П., Моисеева О.В. Очистка промывной кислоты от мышьяка с помощью сульфидов. Труды научно-исследовательского и проектного института «Казмеханобр».— Алма-Ата, 1973, № 11, с. 27—31.

9. Филимонова Л.А., Седельникова Г.Б., Россовский С.Н. Очистка сточных вод от мышьяка и сурьмы сульфидно-купоросным методом.— Цветная металлургия, 1981, № 14, с. 31—34.

10. Внедрение сульфидно-пирролизитной технологии очистки от мышьяка сточных вод серноокислотного производства/О.Г.Передерий, А.С.Любимов, Л.А.Смирнов и др.— Цветные металлы, 1982, № 6, с. 32—34.

Статья поступила 4 декабря 1986 г.

УДК 621.762:621.38.002

Р.Ф.Козлова

ПРИМЕНИМОСТЬ МЕТОДОВ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ДЕТАЛЕЙ ИЭТ

Применение в конструкциях ИЭТ материалов предъявляет к ним ряд требований, в частности наличие вакуумной плотности, малое газосодержание, легкое обезгаживание. Эти требования до последнего времени не предъявлялись к спеченным образцам. В то же время свойства таких образцов в значительной степени зависят от свойств исходных порошков, режимов прессования и спекания. Так, медные порошки марок

ПМС-1 и ПМС-2 (насыпная плотность соответственно 1,25...1,9 и 1,3...2,0 г/см³) окисляются при хранении, в связи с чем необходима операция по их восстановлению в водородной колпаковой печи при 500°C с выдержкой 15 мин. После такой термообработки порошок обычно растрескивается в ступке и просеивается через сито № 0063, что сильно изменяет его насыпную плотность.

Для нивелирования влияния насыпной плотности порошков меди на свойства печенных образцов проводился подбор режима прессования их в закрытых цилиндрических пресс-формах диаметром 20 и 30 мм. Оптимальные условия прессования определяли на основе кривых прессуемости порошков и градиента пористости для различных режимов и размеров прессовок. Если за параметр оптимизации процесса прессования принять минимум градиента пористости, то для порошка меди марки ПМС-1 оптимальным удельным давлением прессования заготовок Ø20 мм можно считать 300 МПа. Однако при спекании прессовок при 1050°C обнаружилась чрезвычайная чувствительность порошка марки ПМС-1 к эффекту перепрессовки: заготовки, имеющие остаточную пористость менее 15%, при спекании как бы разбухали и вздувались. При снижении температуры спекания уровень критической пористости мог быть снижен до 12%. Металлографический анализ вздувшихся образцов показал, что, как правило, в их верхней части образовывалась щелеобразная полость. По-видимому, выделяющиеся при спекании меди газы при большой плотности «скелета» не могут выйти за пределы прессовки и скапливаются в расщелинной трещине, по которой под действием давления газов заготовка разрывается. Этот механизм объясняет эффективность снижения температуры спекания для подавления «разбухания».

Экспериментально установлено, что пористость 15% является критической для обеих марок

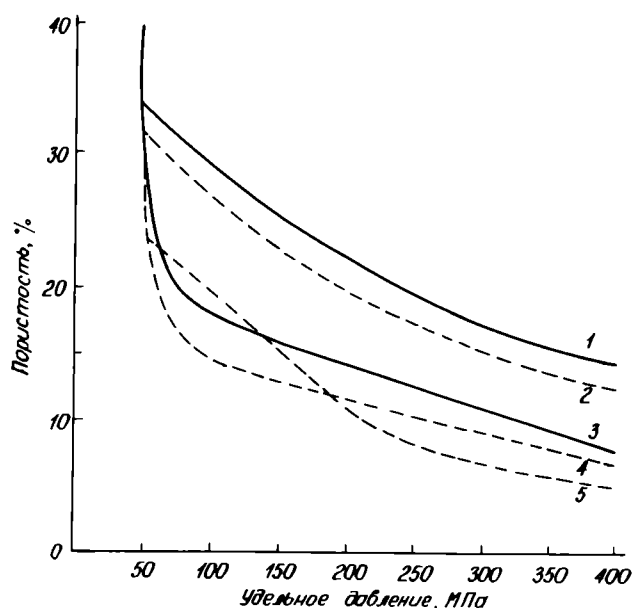


Рис. 1. Зависимость пористости образцов из порошков меди марки ПМС-2 (сплошные кривые) и ПМС-1 (штриховые кривые) от удельного давления прессования в пресс-формах диаметром 30 (1, 2), 20 (3, 4) и 11 мм (5)

медного порошка — независимо от диаметра пресс-формы. Располагая кривыми прессуемости порошков (рис. 1), можно выбрать для используемой пресс-формы допустимое давление прессования.

Попытки изменения гранулометрического состава порошка марки ПМС-1 изменением режима его восстановления и рассева не дали положительного результата. Не устранило эффект разбухания и изменение скорости нагрева прессовок при спекании за счет увеличения количества зон нагрева и времени выдержки в предварительных зонах.

Выбор режимов спекания сводился к определению оптимальной температуры и времени выдержки. При колебаниях остаточной пористости в интервале 5...8% радиальная усадка менялась в пределах 11...11,5%, осевая 8...10%.

Закономерности прессуемости никелевого и железного порошков аналогичны полученным для медного порошка. Однако даже при удельном давлении 400 МПа кривые прессуемости практически не достигают «насыщения». Поэтому при спекании прессовок даже с предельно достижимым давлением прессования эффект разбухания не наблюдался. В то же время удельное давление прессования целесообразно ограничивать в целях сохранения пресс-инструмента (табл. 1).

Таблица 1

Оптимальные режимы прессования и спекания порошков

| Порошок, марка | Диаметр пресс-формы, мм | Удельное давление прессования, МПа | Температура спекания, °C | Время выдержки, ч | Остаточная пористость, % |
|------------------|-------------------------|------------------------------------|--------------------------|-------------------|--------------------------|
| Медный ПМС-1 | 20 | 50 | 1050±20 | 3 | 5...8 |
| | 30 | 250 | | 4 | 5...8 |
| ПМС-2 | 20 | 150 | 1050±20 | 3 | 5...8 |
| | 30 | 300 | | 4 | 5...8 |
| Никелевый ПНК0Т3 | 20 | 150 | 1350±20 | 4 | 3...6 |
| | 30 | 250 | | 4 | 3...6 |
| ПНК1Л5 | 20 | 200 | 1350±20 | 4 | 3...6 |
| | 30 | 300 | | 4 | 3...6 |
| Железный ПЖО | 20 | 300 | 1500±20 | 1 | 8...12 |
| | 30 | 400 | | 1,5 | 8...12 |

Для обеспечения оптимальной температуры спекания никелевого порошка целесообразно вместо печного оборудования применять циклическое спекание. Активация этого процесса тем большая, чем выше остаточная пористость прессовок. В результате, после четырех циклов, исходные никелевые прессовки с пористостью 4...7% приобретали остаточную пористость 2...3%.

Колебания усадки за счет градиента пористости, нестабильности свойств порошка и несовершенства оборудования могут достигать 5%. Следовательно, получить готовые детали с точностью геометрических размеров, необходимой для применения в ИЭТ, в печенном состоянии

не представляется возможным. Таким образом, возникла необходимость изучения процессов допрессовывания и калибровки и их влияния на свойства спеченных материалов.

Допрессовывание без применения калибрующего инструмента (свободная осадка) производилось на гидравлическом прессе усилием 10^3 кН при скорости хода плунжера 52 мм/с. Выдержка при максимальном давлении составляла 20...30 с. Для каждого значения давления были использованы образцы с различным уровнем остаточной пористости: 8...14% для меди, 4...7% для никеля, 12...25% для железа. На рис. 2 появление трещин в прессовках или их разрушение отмечены зачерненными точками или стрелкой.

Важно отметить, что свободной осадкой ни один из исследуемых материалов не удается уплотнить до нулевой пористости: независимо от исходной плотности спеченные медь, никель, железо осаживаются с коэффициентом уплотнения $\sim 0,8$, хотя для каждого металла характерно свое разрушающее удельное давление. Осадка по высоте достигает «насыщения» при значении 45% примерно одинаково для всех исследованных материалов.

Для проведения экспериментов по осадке в закрытом объеме была использована разборная пресс-форма из стали Р6М5. Допрессовывание производилось при тех же условиях, что и свободная осадка. При повышенных температурах образец загружается в разогретую пресс-форму, давление к нему прикладывалось после выдержки в течение 15 мин. Как видно из рис. 3, уплотнение меди интенсивно возрастает с повышением температуры. Нулевая пористость при допрессовывании достигается не только при повышенно, но и при комнатной температуре без разрушения образцов. При этом во всех случаях давление превышало уровень, допустимый при свободной осадке (см. ниже).

Характеристики спеченных материалов

| | Медь | Никель | Железо |
|--|------|--------|--------|
| Свободная осадка | | | |
| Удельное давление при разрушении, МПа | 800 | 900 | 1000 |
| Максимальное уплотнение | 0,8 | 0,8 | 0,8 |
| Допустимая осевая деформация, % | 45 | 45 | 45 |
| Уплотнение в закрытом объеме | | | |
| Удельное давление допрессовывания для получения максимального уплотнения, равного 1, МПа | | | |
| при 20°С | 1200 | — | — |
| 300°С | 1000 | 200 | — |
| 450°С | 800 | 1800 | — |

Аналогичные закономерности получены и для никеля. Однако при допрессовывании при комнатной температуре нулевая пористость не была получена в связи с тем, что достижение необходимых для этого усилий прессования вызвало разрушение пресс-инструмента.

Уплотнение в закрытом объеме для железа не изучалось, так как для этого материала проблема достижения вакуумной плотности не ставилась.

Металлографический анализ показал, что механизм уплотнения свободной осадкой и в закрытом объеме различен. В первом случае происходит деформация зерен и пор, находящихся внутри них, и по границам (рис. 4). Возникает текстура деформации. Уплотнение достигается за счет холоднойковки стенок поры. Разрушение происходит при достижении предела прочности материала на разрыв. Во втором случае деформации зерен и пор не наблюдается. Уплотнение достигается за счет пластического течения материала внутрь поры в условиях всестороннего сжатия материала. В связи с тем, что реальные условия калибровки сочетают оба

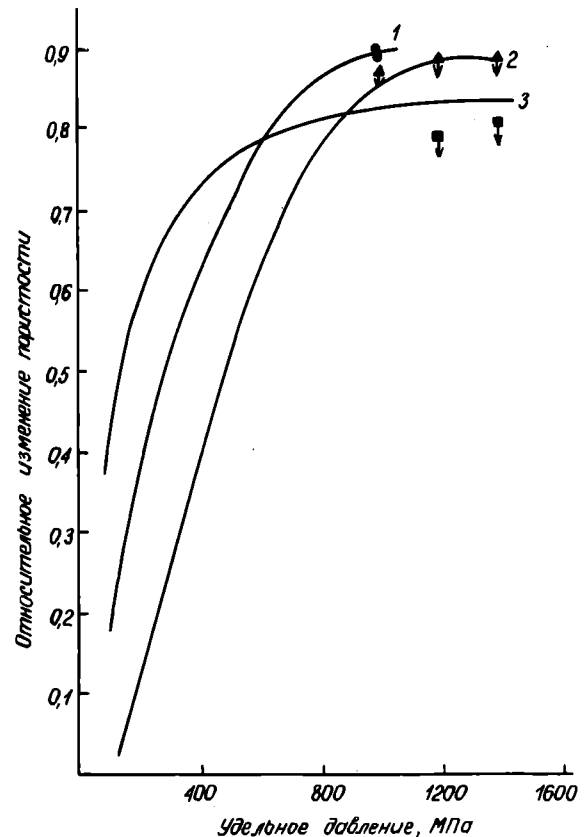


Рис. 2. Зависимость относительного изменения пористости спеченных прессовок от удельного давления при свободной осадке: 1 — медь Ø30 мм, 2 — никель Ø30 мм, 3 — железо Ø20 мм

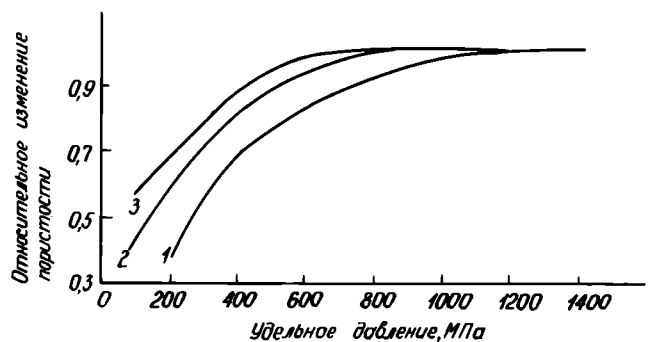


Рис. 3. Зависимость относительного изменения пористости спеченной меди от удельного давления допрессовывания в закрытом объеме при 20 (1), 300 (2) и 450°С (3)

Таблица 2
Свойства материалов, полученных методом порошковой металлургии, в сравнении с литыми металлами

| Металл | Состояние образцов | Плотность, г/см ³ | Твердость, МПа/мм ² | Предел текучести, МПа/мм ² | Электропроводность, м/Ом·мм ² | Вакуумная надежность, % | Газовыделение при 600°C, л·мкм/г |
|--------|------------------------|------------------------------|--------------------------------|---------------------------------------|--|-------------------------|----------------------------------|
| Медь | Литое, деформированное | 8,9 | 450 | 300 | 58 | — | 0,92 |
| | После спекания | 8,5...8,2 | 400...500 | 70...100 | 45...56 | 92 | 2,0...1,7 |
| | После допрессовывания | 8,9...8,8 | 800.950 | 220...280 | 58 | 90 | 0,7...0,5 |
| Никель | Литое, деформированное | 8,9 | 800 | 200 | — | — | 19,3 |
| | После спекания | 8,6...8,4 | 700.800 | 180...200 | — | 95 | 19,8 |
| | После допрессовывания | 8,9...8,8 | 1400...1600 | 300...360 | — | 90 | 16,6 |
| Железо | Литое, деформированное | 7,8 | 900...1100 | 300 | — | — | — |
| | После спекания | 7,2...6,9 | 500—650 | 130...150 | — | — | — |
| | После допрессовывания | 7,7...7,5 | 1300...1400 | — | — | — | — |

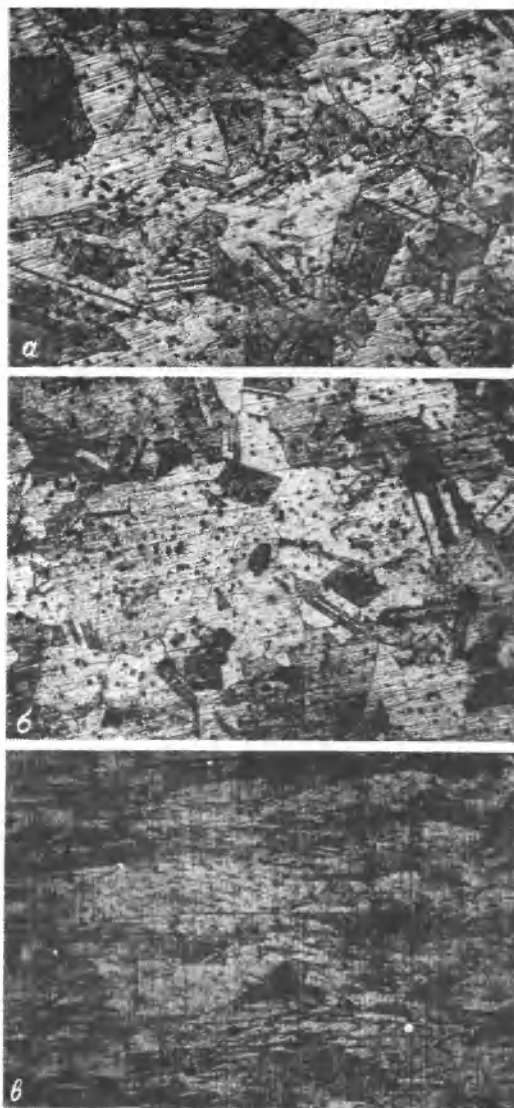


Рис. 4. Микроструктура никеля после спекания при 1350°C (а) и допрессовывания в закрытом объеме при 20°C (б) и свободной осадкой (в). Значения остаточной пористости 9,7 (а), 2,6 (б), 0,5% (в). $\times 200$

метода деформации — свободное течение и уплотнение в закрытом объеме, — полученные экспериментальные результаты полезны при разработке пресс-инструмента и определении режимов калибровки.

Выбранные режимы прессования, спекания и уплотнения позволили получить порошковые материалы с механическими свойствами (табл. 2), сравнимыми со свойствами компактных образцов меди, никеля и железа после соответствующих обработок (деформации или отжига). Весьма важным является то, что чистота материалов, полученных методом порошковой металлургии, сопоставима с чистотой компактной меди марки МВ и никеля НПОЭ. Об этом свидетельствуют результаты исследования газовыделения спеченных образцов и значения их электропроводности. Токарная обработка с последующей очисткой и отжигом не ухудшает газосодержания спеченных материалов.

Массовые испытания вакуумной плотности заготовок с различным уровнем остаточной пористости проводились на стаканчиках, изготовленных из прессовок после их обточки по контуру на глубину 1 мм. Спеченная медь при толщине стенки 1 мм имеет коэффициент надежности по вакуумной плотности 97% для интервала остаточной пористости 4...12%, а после отжига (в водороде при 950°C) — 94%. Можно предположить, что с увеличением числа отжигов газопроницаемость меди будет увеличиваться вследствие рекристаллизации и коагуляции пор. Спеченный никель при меньшем уровне пористости также имеет коэффициент надежности 94%. Следует отметить, что после допрессовывания в закрытом объеме у образцов с пористостью, близкой к нулю, коэффициент надежности снижается до минимума (90%).

Размерная стабильность и формоустойчивость рассматриваемых материалов исследовалась на призматических образцах размером 40×8×4 мм, фрезерованных из штабиков после спекания или свободной осадки. Прогиб образцов при всех температурах испытаний не наблюдалось. Отмечено изменение линейных размеров образцов никеля и железа после первого цикла нагрева до 900°C с последующим затуханием процесса допекания. Суммарное сокращение длины за 10 циклов не превысило 0,01 мм. При

350 и 600°C материалы обнаружили постоянство размеров.

Особого рассмотрения требует размерная стабильность образцов порошковой меди (табл. 3). Уже при 350°C было зафиксировано их разбухание. При 600°C увеличение размеров происходит интенсивнее у образцов из меди, деформированной свободной осадкой. Аналогичная картина наблюдается при циклировании при 900°C. С увеличением числа циклов изменение размеров продолжает накапливаться: пористость образцов, прошедших 10 термоциклов при этой температуре, увеличивается в некоторых случаях на порядок. Металлографическим анализом установлена коагуляция пор.

Таблица 3

Размерная стабильность спеченной меди

| Температура испытаний, °C | Среднее изменение длины за цикл, мм | Пористость | | Условия измерения |
|---------------------------|-------------------------------------|--------------------|----------------------|-----------------------|
| | | исходная | конечная | |
| 350 | 0 | 0,3 0,3 1,0 | 0,22 0,11 0,78 | После допрессовывания |
| | 0 | 3,36 3,8 8,5 | 3,25 3,81 8,37 | После спекания |
| 600 | 0,08 | 0,34 1,01 | 4,48 1,68 | После допрессовывания |
| | 0,05 | 3,14 3,8 | 3,36 4,03 | После спекания |
| 900 | 1,0 | 0,22 0,34 | 2,24 8,52 | После допрессовывания |
| | 1,0 | 10,99 3,2 | 4,15 | После вздутия |
| | 0,35 | 3,7 4,3 | 9,64 10,8 | |

Нанесение гальванического никеля на спеченные образцы никеля и меди сопровождается (даже при остаточной пористости материала менее 1%) либо питингом покрытия, либо его вздутием при контрольном отжиге.

Измерение магнитной индукции и коэрцитивной силы образцов, изготовленных из порошков железа марки ПЖО и ПЖВ-2, обнаружило связь этих параметров с остаточной пористостью материала и значительное их отличие от свойств магнитомягких сталей Э12, Э10, Э8. Так, при напряженности магнитного поля в замкнутой цепи, равной 900 А/м, для образцов из порошка ПЖВ-2 значения магнитной индукции колеблются от 0,08 до 0,88 Тл при пористости 5...7%, а для стали Э12 этот параметр составляет 1,45 Тл. Испытание спеченного железа в качестве наконечников в магнитных системах показало, что этот материал применим в тех случаях, когда магнитная индукция в полюсных наконечниках не превышает 1,1...1,2 Тл.

Учитывая полученные результаты, можно однозначно сказать, что метод порошковой

металлургии неприменим для изготовления деталей, служащих элементами вакуумной оболочки ИЭТ, для высокоточных деталей, подвергаемых многократным нагревам выше 600°C, и для деталей, требующих коррозионной защиты путем нанесения гальванических покрытий. Значительная усадка при спекании и ее неравномерность по высоте прессовки даже при соотношении высоты к диаметру, равном 1:1, являются существенным ограничением применения метода. С одной стороны, исключается использование спеченной заготовки в качестве детали, а с другой, возникает необходимость проводить не только калибровку, но и предварительную проточку спеченной прессовки. Наконец, необходимость изготовления двойного комплекта пресс-инструмента (для прессования и калибровки) при мелкосерийном производстве не снижает трудовых и материальных затрат, даже если на изготовление детали методом порошковой металлургии тратится в 3 раза меньше времени, а КИМ возрастает с 0,3 до 0,8. В тех случаях, когда эти ограничения отсутствуют, приведенные выше данные могут быть использованы для разработки технологии получения деталей конкретной конструкции.

Статья поступила 30 января 1987 г.

УДК 621.382-213.019.3

Ю.В.Эгнер

НАДЕЖНОСТЬ СПАЕВ ОБОДКА МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕСКИХ КОРПУСОВ

Применяемые для сборки, функционирования и защиты ИС металлокерамические корпуса недостаточно надежны на этапе их герметизации методом шовно-роликовой сварки: спай ободка металлокерамического корпуса разрушаются, что приводит к утрате основного функционального показателя конструкции корпуса — его вакуумной плотности.

Надежность спаев ободка металлокерамических корпусов определяется множеством факторов, влияющих на качество спаев на различных этапах изготовления корпуса, включая и этап его конструкторской разработки. К их числу следует отнести:

- соотношение размеров керамической платы корпуса и ободка, их взаимную геометрию, смещение и форму ободка, форму герметизирующей крышки;

- степень адгезии между основными элементами спаев, особенно адгезии металлизации ободка к керамике платы корпуса;

- объемную прочность (когезию) элементов спаев, прежде всего прочность керамики платы корпуса;

- охлаждение спаев ободка при проведении операций гальванопокрытия корпусов, как правило при никелировании;

- остаточные напряжения в спае после пайки, включая и воздействие испытательных термоциклов;

- режим герметизации.

Последний фактор часто рассматривается как определяющий. Следует отметить, что этот перечень не является полным и проблема получения надежного спаев ободка корпуса заслуживает дальнейших исследований.

Воздействие герметизирующей сварки является принципиально критичным фактором для достигнутого в настоящее время уровня конструктивно-технологического исполнения корпуса, с одной стороны, и уровня совершенства сварочного технологического оборудования, с другой. В процессе приварки крышки к ободку спай испытывает быстрый (1...2 с) неоднородный по элементам спаев нагрев (рис. 1) [1]. Высокая

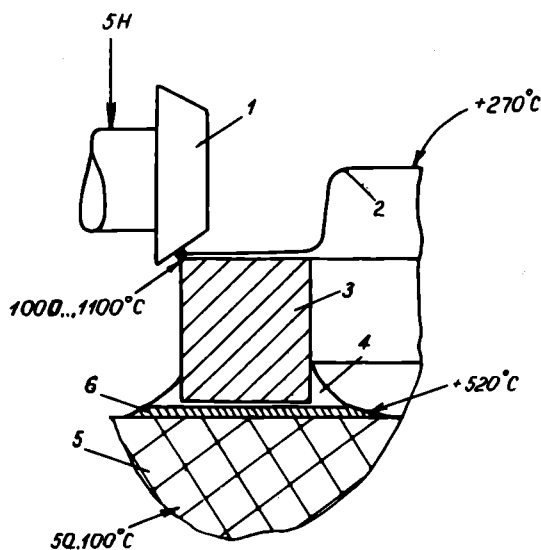


Рис. 1. Схема воздействия шовно-роликовой сварки на спай ободка корпуса: 1 — сварочный ролик; 2 — крышка корпуса; 3 — ободок; 4 — припой; 5 — металлизация; 6 — керамика

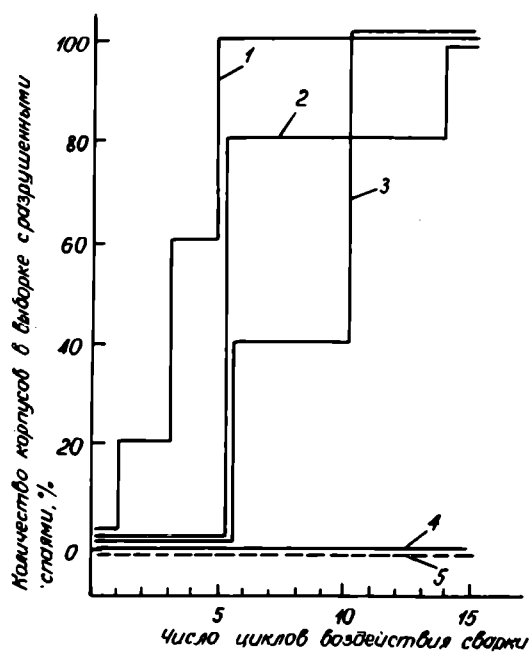


Рис. 2. Циклограммы воздействия сварки на спай ободков корпусов типа 4—16 (кривые 1...4) и типа 4—28 (кривая 5)

скорость разогрева вызывает высокую скорость термической деформации элементов спаев, также неоднородной по ним. На спай в каждый момент сварки действует и механическая сила — усилие прижима роликов.

Характер воздействия сварки на спай позволяет рассматривать сварку как средство оценки качества спаев. При этом надежность спаев определяется посредством многократного воздействия на него сварки — циклирования.

Результаты циклирования герметизирующей сваркой малых выборок корпусов показывают, что действие таких факторов, как геометрия спаев, качество керамики и условия пайки ободка, является наиболее значимым. Из сравнения циклограмм 1 и 5, 2 и 4 (рис. 2) и данных табл. 1 видно, что оптимальной геометрией обладает спай ободка корпуса 4—28. Прочность керамики платы корпуса 4—16, изготовленной по монолитной технологии, на 10...15% выше прочности пленочной керамики. Таким образом, повышение прочности керамики платы корпуса обеспечивает повышение его надежности к воздействию сварки.

Роль керамики как элемента спаев ободка корпуса сводится к предотвращению разрушения спаев от напряжений, возникающих в процессе пайки ободка [2]. Керамика спаев как бы аккумулирует остаточные от пайки ободка напряжения. Циклирование сваркой по всей номенклатуре отечественных металлокерамических корпусов выявило, что наиболее критичными к проведению герметизации сваркой являются спай ободка корпуса типа 4—16: расчет напряженности спаев ободка показал, что наибольшая напряженность характерна для корпуса 4—16. Таким образом, фактор остаточной от пайки напряженности спаев ободка можно рассматривать как фактор, в целом определяющий механизм надежности спаев по технологическому воздействию герметизации сваркой. Об этом свидетельствуют результаты циклирования сваркой корпусов типа 4—16 с различной напряженностью спаев (рис. 3, табл. 2). В обеспечении надежности спаев определенную роль играет, в частности, наличие диэлектрической добавки в металлизации спаев ободка. Например, молибденовая металлизация типа М21 [3] содержит 20% керамики ВК94-1. При снижении содержания

Таблица 1
Сравнение параметров циклограмм с характеристиками конструктивно-технологического исполнения корпусов*

| Номер циклограммы | Технология оформления платы | Отношение длины к ширине | | Параметры надежности спаев | | | Напряженность спаев (расчетная), МПа |
|-------------------|-----------------------------|--------------------------|-------|----------------------------------|-----------------------------------|---|--------------------------------------|
| | | ободка | платы | Число циклов до разрушения спаев | Коэффициент устойчивости спаев, % | Интенсивность отказов по разрушению спаев, цикл ⁻¹ | |
| 1 | Пленочная | 1,0 | 1,62 | 1 | 84 | 0,185 | 312 |
| 2 | Монолитная | 1,0 | 1,62 | 5 | 55 | 0,147 | 312 |
| 3 | Монолитная | 1,33 | 1,62 | 5 | 47 | 0,125 | 326 |
| 4 | Монолитная | 1,33 | 1,62 | 15 | 0 | 0 | 326 |
| 5 | Пленочная | 1,22 | 1,74 | 15 | 0 | 0 | 304 |

*Пайка корпусов осуществляется припоем ПСр-72В, платы выполнены из керамики ВК94-1

керамической добавки в металлизации устойчивость спаев к воздействию сварки резко снижается, хотя степень адгезии по отрыву металлизации от керамики может оставаться высокой.

На основании полученных результатов процесс разрушения спаев ободка металлокерамического корпуса при герметизации сваркой может быть описан механизмом кинетической модели прочности твердых тел [4], определяющей линейную зависимость между долговечностью спаев τ и его напряженностью σ . В случае циклирования сваркой спаев долговечности соответствует число циклов n до разрушения каждого спаев выборки. Учитывая, что определяющую роль в разрушении спаев играет его напряженность, можно считать, что этот параметр пропорционален экспериментальному коэффициенту устойчивости спаев K , т.е. $\sigma \sim K$. Тогда $\lg n \sim K$ (рис. 4).

Критичность воздействия сварки на спай ободка корпуса определяется тем, что спай до герметизации уже содержит дефекты, которые в результате термоактивирующего воздействия сварки приводят к разрушению спаев. К таким дефектам относятся микрообъемы пластической деформации в металлизации спаев. При воздействии сварки происходит их развитие в трещину по контакту керамика—металлизация или по поверхностному слою керамики. Следует отметить, что повышенная по сравнению с объемом плотность дислокаций в поверхностном слое материала приводит к его упрочнению [5]. Однако упрочнение поверхности керамики при термоударах, отвечающих воздействию сварки, снимается [6].

Общий ход процесса разрушения спаев ободка металлокерамического корпуса представляется следующим. Вначале при пайке в спае развиваются напряжения из-за рассогласования коэффициентов термического расширения материалов соединения припой—ободок, затем происходит образование в слое металлизации

спая дефектов, соответствующих установившемуся уровню напряженности, и удержание последних в течение длительного времени после пайки за счет высокой неупругости (хрупкости) керамики. Далее происходит термоактивационное развитие дефектов, приводящее к растрескива-

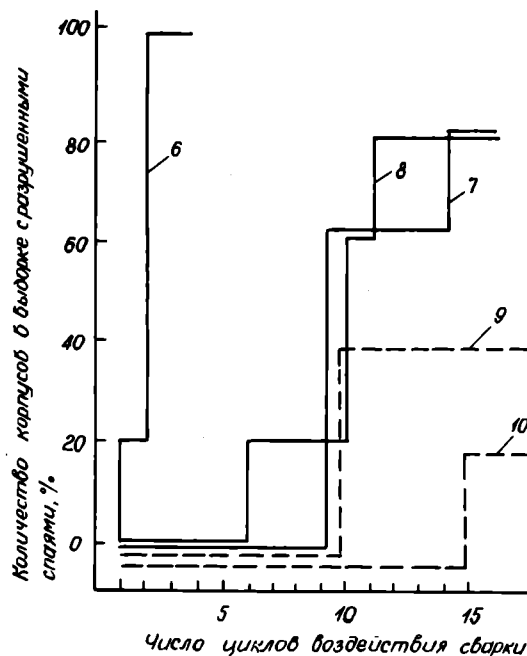


Рис. 3. Циклограммы воздействия сварки на спай ободков корпусов типа 402.16—25.01 (кривые 6...8); 402.16—18.01 (кривые 9, 10)

Таблица 2
Сравнение параметров циклограмм с характеристиками конструктивно-технологического исполнения корпусов*

| Номер циклограммы | Технология оформления платы | Тип металлизации ободка | Параметры надежности спаев | | | Напряженность спаев (расчетная), МПа |
|-------------------|-----------------------------|-------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|---|--------------------------------------|
| | | | Число циклов до разрушения ободка | Коэффициент устойчивости ободка, % | Интенсивность отказов по разрушению спаев, цикл ⁻¹ | |
| 6 | Пленочная | Двухслойная | 1 | 95 | 0,556 | 296 |
| 7 | Пленочная | Двухслойная | 6 | 36 | 0,076 | 106 |
| 8 | Пленочная | Один слой M21 | 9 | 31 | 0,073 | 106 |
| 9 | Пленочная | Двухслойная | 10 | 16 | 0,030 | — |
| 10 | Пленочная | Один слой M21 | 15 | 1 | 0,013 | 79 |

*Пайка корпусов осуществляется припоем ПСр-72В, платы выполнены из керамики ВК94-1; в корпусах, соответствующих циклограмме 9, использована керамика ВК91-2.

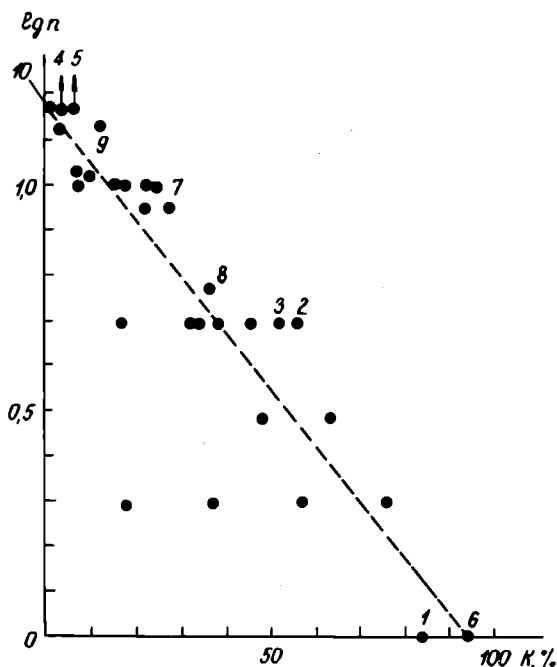


Рис. 4. Зависимость долговечности спаев ободка корпуса при циклировании сваркой (в выборке) от коэффициента устойчивости спаев. Построена по данным циклограмм, приведенным на рис. 2 и 3. Номера точек соответствуют номерам циклограмм после полного разрушения выборки.

нию спаев при воздействии сварки и одновременно разупрочнение поверхности керамики, ввод дополнительных напряжений за счет термической деформации элементов спаев.

В заключение можно отметить, что существует целый набор решений, улучшающих надежность спаев ободка, а именно:

повышение прочности спаев за счет повышения прочности керамики (степени спекания, качества формирования керамики);

проведение контактного упрочнения в спае путем изменения содержания диэлектрической добавки в металлизации или увеличение числа слоев металлизации;

разгружение спаев от напряжений при пайке путем использования эффектов пластифицирования элементов спаев или стимулирования ускоренной релаксации напряжений после пайки.

Следует отметить также, что кинетический механизм разрушения спаев ободка требует детального подтверждения и проработки, в ходе которых должны выявиться и другие принципиальные решения как по повышению надежности спаев, так и по технологии его получения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гнедовец А.Г., Закиров Р.Г., Зуев И.В. Расчет температуры корпуса интегральной схемы при герметизации роликовой сваркой.— Сварочное производство, 1977, № 4, с. 29—31.
2. Loh E. Stress analysis on the wall-to-base joint in a flat packages.— Amer. Ceram. Soc., 1982, vol. 65, N 12, p. 629—634.
3. Пасты для металлизации спеченной и пластифицированной алюмооксидной керамики марки 22ХС/К.Г.Марин, Г.Н.Пушкина, Г.В.Воробьев, В.Г.Красов.— Электронная техника. Сер. 6. Материалы, 1978, вып. 5, с. 105—110.
4. Регель В.Р., Слуцкер А.И., Томашевский Э.В. Кинетическая природа прочности твердых тел.— Успехи физических наук, 1972, т. 106, вып. 2, с. 193—228.
5. Алехин В.П. Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов.— М.: Наука, 1983.— с. 149.
6. Ken' Jchi Matsushita, Shusei Kuratani, Taira Okamoto, Masahiko Shimada. Young's modulus and internal friction in alumina subjected to thermal shock.— Journal of materials science letters, 1984, N 3, p. 345—348.

Статья поступила 4 декабря 1986 г.

Н.И.Зарецкий, Ф.М.Кацапов, Е.А.Тявловская

ПЕРЕНОС И ПЕРЕРАСПРЕДЕЛЕНИЕ АТОМОВ ХРОМА В ПРОЦЕССЕ ГАЗОФАЗНОЙ ЭПИТАКСИИ АРСЕНИДА ГАЛЛИЯ

Большой интерес для полупроводниковой СВЧ-электроники представляет полуизолирующий арсенид галлия с хромом в качестве компенсирующей примеси. Использование этого материала при производстве СВЧ-полевых транзисторов и быстродействующих интегральных схем связано с применением технологических операций, сопровождающихся нагревом до от-

носительно высоких температур. При этом может происходить перераспределение компенсирующей примеси внутри кристалла, что в свою очередь приводит к изменению свойств подложки и активных областей эпитаксиального слоя, обуславливая в конечном итоге изменение характеристик, а иногда и деградацию полупроводниковых приборов.

Для исследования особенностей поведения хрома в эпитаксиальных слоях проводили осаждение арсенида галлия методом газотранспортных реакций в хлоридно-гидридной системе $\text{Ga}-\text{HCl}-\text{AsH}_3-\text{H}_2$. Процесс осуществлялся в кварцевом реакторе вертикального типа диаметром 55 мм при температуре 700...750°C и скорости газового потока 0,3...0,5 см/с. При этом использовались подложки из арсенида галлия, компенсированного хромом (АГП), и подложки арсенида галлия, легированного теллуром (АГЧТ), которые располагали на противоположных сторонах пьедестала. Выращивали эпитаксиальные слои толщиной 5...20 мкм, как нелегированные, так и легированные теллуром. Легирование проводилось газоразрядным способом. Концентрация легирующей примеси варьировалась в пределах $10^{15} \dots 10^{19} \text{ см}^{-3}$.

Послойный анализ, проводимый в целях выявления распределения хрома в эпитаксиальном слое, осуществлялся с шагом 1 мкм путем химического травления в смеси $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}=18:1:1$. Исследования методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) в камере электронного спектрометра ЭС 2401 с использованием в качестве рентгеновского излучения K_{α} -излучения магния показали, что на поверхности эпитаксиальных структур, выращенных на подложках полуизолирующего арсенида галлия, компенсированного хромом, присутствуют атомы хрома (более 1 ат.%). Причем наибольшее его количество находится в поверхностном слое до глубины 1 мкм, затем концентрация резко уменьшается, и на глубине около 3 мкм содержание хрома в эпитаксиальном слое оказывается ниже предела чувствительности метода; по мере приближения к границе раздела эпитаксиального слоя и подложки, содержание хрома вновь возрастает.

В эпитаксиальных структурах, выращенных на подложках, не содержащих хрома, но находящихся в одном процессе с подложками полуизолирующего арсенида галлия, также обнаружены атомы хрома. Однако он присутствует только в поверхностном слое около 1 мкм. Следует отметить, что количество хрома на поверхности этих образцов примерно такое же, как и на поверхности эпитаксиальных слоев, полученных в том же процессе на подложках полуизолирующего арсенида галлия. Все это позволяет предположить, что внедрение атомов хрома в эпитаксиальный слой происходит не только вследствие диффузии из объема подложек [5], но и за счет переноса через газовую фазу. При этом концентрация хрома в поверхностном слое не зависит от толщины эпитаксиального слоя, что может быть объяснено геттерирующим действием растущей поверхности кристалла.

Содержание хрома на поверхности эпитаксиальных структур изменялось с увеличением концентрации легирующей примеси. В сильно легированных слоях с концентрацией теллура $10^{18} \dots 10^{19} \text{ см}^{-3}$ концентрация хрома оказывалась значительно ниже, чем в слоях с низким содержанием легирующей примеси.

Статья поступила 27 марта 1987 г.

УДК 621.396.22.029.7

В.Ш.Берикашвили, В.Ю.Петрушкин,
А.В.Селящев, А.С.Щербаков

СТЕНД ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СОЛИТОННОГО РЕЖИМА РАСПРОСТРАНЕНИЯ СВЕРХКОРОТКИХ ОПТИЧЕСКИХ ИМПУЛЬСОВ В ОДНОМОДОВОМ ВОЛОКОННОМ СВЕТОВОДЕ

Стационарные уединенные оптические импульсы — солитоны, распространяющиеся по одномодовому волоконному световоду, обладают рядом уникальных свойств, которые полезны при решении задач волоконно-оптической связи [1]: во-первых, при прохождении солитона через световод на его параметры оказывают влияние лишь оптические потери, что позволяет передавать в солитонном режиме короткие, порядка десяти пикосекунд, импульсы на расстояние в несколько километров; во-вторых, солитон устойчив к различного рода возмущениям, связанным с неоднородностью и микроизгибами волокна.

Солитонный режим распространения сверхкоротких световых импульсов через протяженный одномодовый волоконный световод — сложная техническая задача, требующая определенной степени согласования параметров оптического излучения с характеристиками световода.

Стационарный солитон формируется при распространении светового импульса длительностью 5...30 пс с пиковой мощностью 0,1...1,0 Вт в оптическом волокне, обладающем потерями менее 1,0 дБ/км. Такой уровень потерь световод имеет лишь в узком (около 1,5 мкм) спектральном диапазоне, поэтому источник излучения должен генерировать сверхкороткие импульсы длительностью несколько пикосекунд и иметь перестраиваемую в диапазоне 1,45...1,55 мкм длину волны генерации. Так как промышленный выпуск подобных лазерных источников света пока не освоен, отсутствуют также и фотоприемники, способные регистрировать такие импульсы, возникает необходимость создания специальных схем источника и приемника сверхкоротких импульсов.

Для практического исследования процессов формирования и распространения оптических солитонов в одномодовом волоконном световоде создан измерительный стенд (рис. 1), оптическая схема которого представлена на рис. 2. Основные характеристики стенда приведены ниже.

Основные характеристики стенда

| | |
|---|-------------|
| Спектральный диапазон генерации излучения, мкм | 0,78...1,60 |
| Точность поддержания частоты генерации основной гармоники, нм | ± 1 |
| Длительность импульса, пс | 5...30 |
| Пиковая мощность импульса, Вт | 0,1...4,0 |
| Временное разрешение длительности импульса на 1 канал обработки, нс | 1,25 |
| Диапазон измерения длительности одиночных импульсов, нс | 1,5...40,0 |

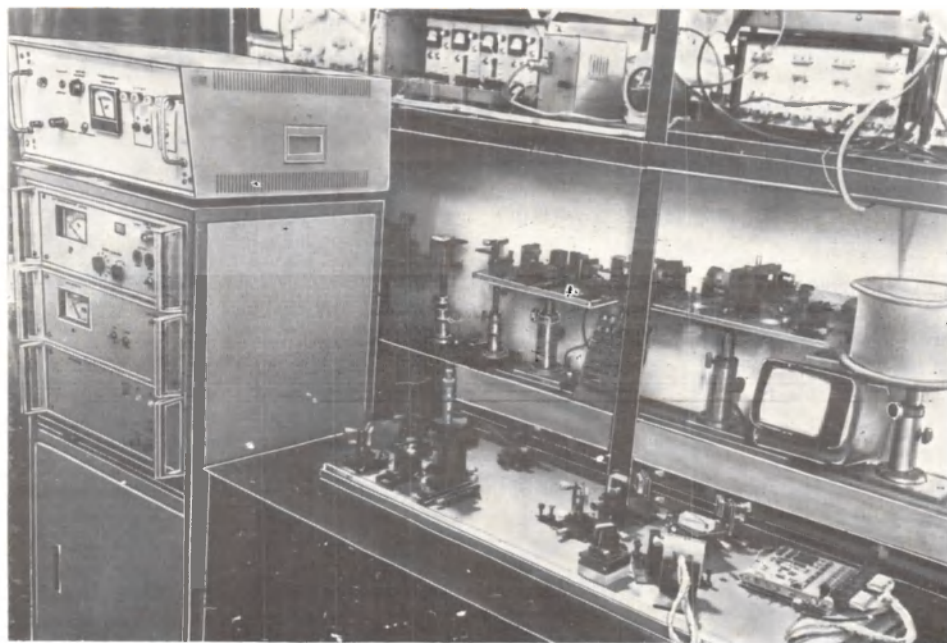


Рис. 1. Измерительный стенд

| | |
|---|---------------|
| Параметры излучения лазера накачки ЛИ-С801: | |
| частота генерации, мкм | 1,06 |
| длительность импульса, нс | 7...40 |
| пиковая мощность импульса, Вт | 0,1...10 |
| Эффективность преобразования излучения ПГС на кристалле йодата лития, % | |
| 40 | |
| Требования к одномодовому волоконному световоду: | |
| длина световода, м | не менее 1000 |
| потери на длине волны 155 мкм, дБ/км | не более 1,0 |
| дисперсия световода, пс/нм·км | —(3...20) |
| числовая апертура | не менее 0,08 |

В качестве источника сверхкоротких оптических импульсов использован параметрический генератор света (ПГС) 3 на основе нелинейного кристалла йодата лития длиной 20 мм, вырезанного под углом 30° к оптической оси. Применение такого источника позволяет поворотом кристалла перестраивать длину волны излучения, подбирая ее в соответствии с характеристиками используемого световода. Кроме того, большой запас по мощности импульсов на выходе ПГС дает возможность исследовать не только стационарный солитон, но и солитоны высших порядков.

Накачка ПГС осуществляется второй гармоникой излучения задающего генератора 1 — твердотельного лазера ЛИ-С801, работающего на длине волны 1,06 мкм (для синхронизации мод лазера используется полимерный пленочный

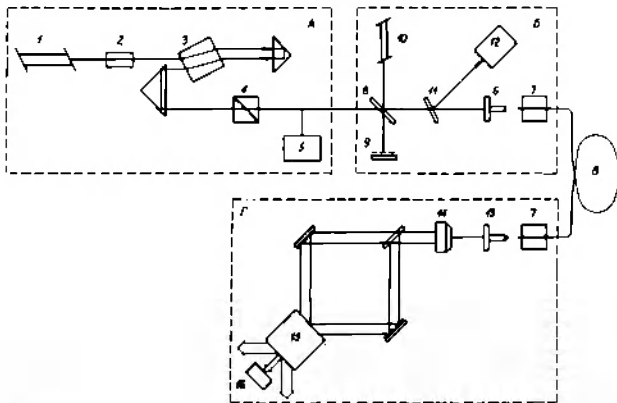


Рис. 2. Оптическая схема стенда: А — источник сверхкоротких импульсов, Б — устройство ввода излучения в одномодовое оптическое волокно, В — волоконный световод, Г — система регистрации солитоноподобного излучения

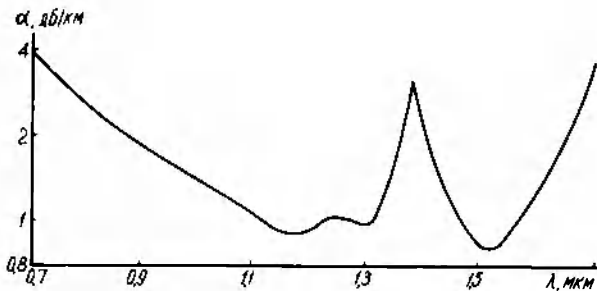


Рис. 3. Спектральная характеристика затухания одномодового волоконного световода

затвор на основе красителя 3274у, синтезированного в Институте органической химии АН УССР).

Удвоение частоты излучения задающего генератора происходит в нелинейном кристалле дигидрофосфата калия 2 длиной 24 мм, вырезанном под углом 41° к оптической оси. Эффективность преобразования излучения во вторую гармонику составляет около 40%.

В стенде использована безрезонаторная двухпроходная схема ПГС [2]. На первом проходе возникает параметрическая сверхлюминесценция, обладающая широким углочастотным спектром; на втором — усиление той части спектра, которая распространяется вдоль оптической оси схемы. Таким образом, на выходе ПГС имеются излучения сигнальной и холостой волн, обладающие относительно узким спектром. Длины этих волн перестраиваются поворотом кристалла в пределах 1,06...1,60 мкм и 1,06...0,78 мкм соответственно, с точностью перестройки по сигнальной волне не хуже ± 1 нм. Расположенная на выходе ПГС поляризационная призма Глана 4 отделяет излучение накачки. Далее сигнальная волна поступает на устройство ввода и затем в световод, а холостая используется в схеме измерения длины волны 5 для контроля частоты генерации. В этой схеме в качестве диспергирующего элемента используется дифракционная решетка, осуществляющая разложение светового импульса в пространственный спектр, который с помощью цилиндрической оптики отображается на линейный многоэлементный фотоприемник типа ТС-26-2.

Устройство ввода излучения в одномодовый волоконный световод образовано микрообъективом 6 типа ОМ-27 и прецизионной 5-координатной подвижкой 7, на которую крепится входной торец волоконного световода. Для контроля эффективности ввода предусмотрена система зеркал 8...9, совмещающая луч юстировочного лазера 10 типа ЛГ-78 с направлением распространения инфракрасного импульса. Отраженное от входного торца волокна излучение этого лазера попадает через разделительную пластинку 11 на видикон 12 малогабаритной телевизионной установки МТУ-1. На экране монитора при этом наблюдается местоположение и форма лазерного пятна на торце световода. Специфика солитонного режима распространения оптических

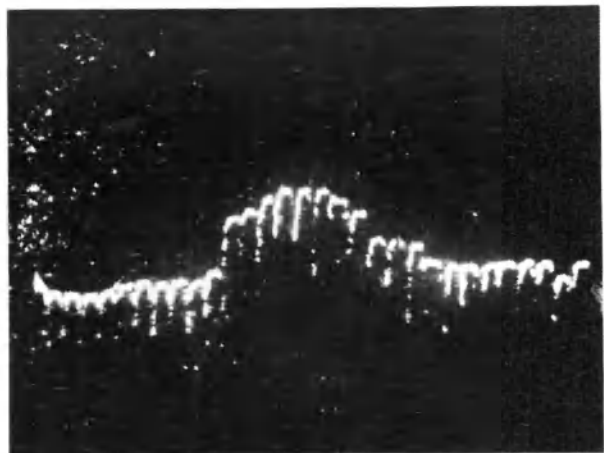


Рис. 4. Денситограмма солитоноподобного импульса на выходе системы регистрации (временное разрешение 1,25 пс на элемент фотоприемника)

импульсов предъявляет повышенные требования к волоконному световоду. Он должен обладать на рабочей длине волны отрицательной дисперсией групповой скорости, оптическими потерями не более 1,0 дБ/км и иметь длину волны отсечки высших мод, отстоящей от рабочей длины волны на 200...300 нм.

В стенде используется отрезок одномодового волоконного световода на основе легированного германием кварца, изготовленного методом парофазного осаждения. Световод имеет диаметр сердцевины 9 мкм, длину волны отсечки высших мод 1,25 мкм, числовую апертуру 0,1: разница показателей преломления сердцевины и оболочки волокна составляет 0,003. Характеристика затухания световода приведена на рис. 3. Она имеет ярко выраженный минимум в области 1,5 мкм, который и определяет рабочую длину волны излучения для данного световода. Дисперсия волокна в этой области составляет 15 пс/нм·км. Использование двух других провалов характеристики затухания невозможно, т.к. они лежат вне зоны отрицательной дисперсии волокна.

Система регистрации солитоноподобного излучения построена на основе автокорреляционного метода пучка второй гармоники [3]. Выходящее из волоконного световода излучение формируется микрообъективом 13 типа ОМ-27 (см. рис. 2) и телескопической линзовой системой 14, разделяется на два одинаковых пучка, которые направляются на нелинейный кристалл 15 йодата лития под углами, соответствующими геометрии синхронизма для неколлинеарной генерации второй гармоники. Размеры кристалла в плоскости взаимодействия пучков составляют 27×27 мм. Возникающее в кристалле излучение второй гармоники регистрируется линейным фотоприемником 16, имеющим 32 канала обработки сигнала.

Для калибровки описанной системы был проведен эксперимент по регистрации с ее помощью световых сигналов известной длительности. На вход системы подавался импульс инфракрасного излучения длительностью 7 пс непосредственно

от источника сверхкоротких импульсов. Эксперимент показал, что система обладает временным разрешением 1,25 пс на 1 канал обработки и позволяет в реальном масштабе времени измерять длительность одиночных невоспроизводимых сигналов в диапазоне от 1,5 до 40 пс при длине волны излучения 1,06...1,60 мкм.

С помощью описанного выше стенда был экспериментально реализован солитонный режим [4] (см. основные характеристики стенда). На рис. 4 представлена денситограмма автокорреляционной функции солитоноподобного импульса длительностью около 10 пс на выходе волоконного световода, снятая с помощью описанной выше системы регистрации.

Возможность варьирования рабочей длины волны и мощности излучения, вводимого в волоконный световод, позволяет использовать данный стенд для исследований влияния затухания на процесс формирования солитонов, для получения солитонов высшего порядка, а также для измерения дисперсии волоконных световодов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Хасэгава А., Кодама Ю. Передача сигналов оптическими солитонами в одномодовом волокне.— ТИИЭР, 1981, т. 69, № 9, с. 57—63.
2. Параметрические генераторы света и пикосекундная спектроскопия/Р.Данелюс, А.Пискарскас, В.Сируткайтис и др.— Вильнюс: Мокслас, 1983.— 185 с.
3. Аракелян С.А., Гюзальян Р.И., Согомонян С.Б. Расширение пределов измерения длительности одиночных ультракоротких импульсов методом пучка второй гармоники с помощью неоднородных плоских волн.— Изв. АН СССР. Сер. физ., 1984, т. 48, № 3, с. 569—572.
4. Солитонный режим распространения оптических импульсов в одномодовых волоконных световодах и вопросы его экспериментальной реализации/В.Ю.Петрунькин, А.В.Селищев, В.М.Сысуйев, А.С.Щербачков.— Письма в ЖТФ, 1986, т. 12, вып. 16, с. 988.

Статья поступила 29 декабря 1986 г.

ОБМЕН ОПЫТОМ

УДК 658.381.131.4

В.Г.Корнеев

РЕЗЕРВЫ ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ ПРОИЗВОДСТВА

Освоение предприятием сложнейших в технологическом отношении изделий, нового высокопроизводительного оборудования обусловило пере-

вод ведущих подразделений на непрерывный цикл и трехсменный режим работы. Переход на повышенную сменность начался в 1985 г., и в настоящее время численность работающих в двух-, трехсменном режиме составляет в основном производстве 94%, во вспомогательном — 70%. Коэффициент сменности технологического оборудования в подразделениях, перешедших на трехсменный режим, увеличился с 1,8 до 2,5...2,6; а в целом по объединению на конец 1986 г. составил 1,82, коэффициент сменности рабочих вырос до 1,80.

До конца пятилетки предусмотрен дальнейший переход на трехсменную работу ряда участков,

смен и увеличение коэффициента сменности в основном производстве до 2. В целом по объединению доля работающих во вторую смену в 1987 г. составит 38,6%, в третью смену — 7%. Планируется вводимые в 1987—1990 гг. гибкие автоматизированные производства и участки, оснащенные высокопроизводительным оборудованием, использовать только в трехсменном режиме.

В объединении разработан график поэтапного перевода на двух-, трехсменный режим работы всех подразделений объединения, утвержден комплекс мероприятий по обеспечению социальных предпосылок такого перехода.

В первые месяцы работы подразделений в трехсменном режиме отмечалась повышенная текучесть кадров, и только создание системы повышенной оплаты труда и благоприятных социально-бытовых условий позволило стабилизировать положение. Согласие на работу в определенном режиме работник в новых условиях приема дает при заключении трудового договора.

Дополнительное стимулирование работающих в три смены начали осуществлять в объединении еще до выхода постановления ЦК КПСС, Совета Министров СССР и ВЦСПС от 12 февраля 1987 г. В соответствии с утвержденным Положением введены: ежемесячная выплата премии рабочим из фонда материального поощрения; бесплатное питание для работающих в третью смену; льготы на выплату вознаграждения по общим результатам работы; дополнительный отпуск продолжительностью 12 дней линейным технологам; повышение надбавки для ИТР (до 20...25% должностного оклада); первоочередность для рабочих на получение надбавки за высокую квалификацию.

В подразделениях, перешедших на работу в трехсменном режиме, вводятся такие новые формы организации и стимулирования труда, как комплексные сквозные бригады с включением в них ИТР, с дифференцированной оплатой по конечному результату труда каждого члена бригады, что позволяет с учетом КТУ увеличивать размер премии отдельным работникам до 75%; комплексные бригады в службе энергомеханика, в которых предусмотрены доплаты до 50% тарифной ставки при работе численностью, меньшей расчетно-нормативной. Кроме того, устанавливается зависимость максимального размера премии в цехах основного производства от процента выхода годных изделий.

Переходу на двух-, трехсменный режим работы способствовало и решение таких проблем, как внеочередное обеспечение работающих в три смены местами в общежитиях и детских учреждениях; организация работы столовых в третью смену и детских учреждений с круглосуточным режимом; введение дополнительных скоростных маршрутов для доставки работников из отдаленных районов города; организация и проведение профилактики оборудования и энергосистем в выходные дни.

Предварительный технико-экономический анализ показал, что в результате значительного повышения фондоотдачи, степени использования рабо-

чих мест и оборудования, улучшения качества выпускаемой продукции и других факторов перевод подразделений объединения на двух-, трехсменный режим работы в ближайшей пятилетке позволит

— высвободить 5 млн. руб. из фонда капитального строительства и направить их на улучшение жилищных условий работников объединения и строительство объектов соцкультбыта (в 1986 г. высвобождено 1 млн. 810 тыс. руб.);

— сократить около 600 рабочих мест и за счет высвобождающихся площадей решить проблему доведения бытовых помещений до уровня санитарных норм;

— увеличить объем производства более чем в два раза, а производительность труда в 1,76 раза;

— обеспечить весь прирост объема производства за счет роста производительности труда без увеличения численности работающих.

Вместе с тем при дальнейшем увеличении количества работающих в трехсменном режиме объединению с помощью городских и районных организаций предстоит решить дополнительно ряд социальных вопросов. В первую очередь — обеспечить строительство пионерского лагеря и общежития для молодых специалистов квартирного типа; организовать группы с круглосуточным режимом в детских дошкольных учреждениях по месту жительства; расширить ассортимент столов-заказов, буфетов, столовых для работающих во вторую и третью смену.

Решение этих вопросов позволит ускорить процесс повышения сменности, будет способствовать переходу на непрерывный цикл, уменьшению времени изготовления изделий с улучшением их качества, сбалансированности рабочих мест и рабочей силы, сокращению лишних рабочих мест, выводу на этой основе устаревшего оборудования и более полной загрузке высокопроизводительного, а в итоге обеспечит условия для повышения производительности труда и эффективности производства.

Статья поступила 27 марта 1987 г.

УДК 621.383.56:681.3

Ю.С.Дранников, К.В.Зиновьев, В.И.Кузин

КРЕМНИЕВЫЕ СОЛНЕЧНЫЕ БАТАРЕИ ДЛЯ МИКРОКАЛЬКУЛЯТОРОВ

Солнечные элементы планарной конструкции позволяют изготовить солнечные батареи различных размеров и конфигурации, являющиеся базовыми при разработках изделий бытовой электроники.

Увеличение потребления народным хозяйством микрокалькуляторов поставило задачу разработки автономных источников питания для них, в частности солнечных батарей (СБ), работающих при низких уровнях освещенности.

Практически все зарубежные СБ для низкого уровня освещенности имеют традиционную конструкцию, в которой элементы распаяны с обеих сторон на диэлектрическом основании с печатным монтажом. Причем токосъемные контакты элементов представляют собой сплошную площадку (~100 мм²) на тыльной стороне и площадку размером не более 1,5 мм² на лицевой стороне. Такая конструкция контактов используется не только для электрического соединения, но и для механического крепления солнечных элементов (СЭ). Для микромоощных СБ площадь нижнего контакта (к *p*-области) может быть значительно уменьшена и доведена до размеров верхнего контакта (к *n*⁺-области). При этом местоположение контакта не играет принципиальной роли: например, контакт к *p*-области можно перенести на верхнюю сторону СЭ.

С учетом этого разработана планарная конструкция СЭ, в которой оба контакта расположены наверху. Такая конструкция представляется очень выгодной по ряду причин. Во-первых, основные технологические операции планарной технологии являются стандартными для микроэлектроники и, следовательно, технология изготовления СЭ не требует новых операций и оборудования. Во-вторых, отпадает необходимость изготовления печатных плат и их облуживания, напыления и облуживания нижних контактов, что значительно снижает трудовые и материальные затраты. В третьих, открывается перспектива автоматизации сборки СБ из планарных СЭ.

Предложена конструкция СБ для микрокалькуляторов, в которой используется оригинальный способ крепления планарных СЭ на диэлектрическом основании — пластине на полиэтилентерефталата, имеющей двустороннее липкое покрытие и защитный наружный слой. Для монтажа СЭ в батарею внешняя защитная пленка с одной стороны снимается, элементы устанавливаются на липкий слой в заданной ориентации и приклеиваются путем легкого нажатия на них. В результате применения указанной конструкции СБ исключаются процессы изготовления печатных плат из фольгированного диэлектрика и пайки СЭ к печатной плате. Кроме того, по сравнению с обычным методом монтажа кристаллов на пленку упрощается процесс укладки

благодаря исключению операций нанесения клея и его отверждения.

В настоящее время укладка СЭ на ленту-носитель производится в полуавтоматическом режиме на специальной установке. Благодаря новой конструкции СБ упрощается процесс их приклеивания к рамке микрокалькулятора: для этого снимается защитный слой с обратной стороны и СБ накладывают с легким нажатием на рамку.

Электрическая конструкция планарных СЭ в батарею также упрощается — автоматическая пайка контактов хорошо реализуется именно на планарной конструкции СБ.

Новая конструкция СБ несмотря на размещение обоих контактов СЭ на рабочей стороне позволила при тех же габаритах СБ заметно увеличить полезную площадь СЭ за счет исключения печатной платы с проводящими слоями, выступающими на 2...3 мм за края СЭ (для облегчения пайки контактов).

Солнечные элементы рассматриваемых СБ изготавливают на кремниевых пластинах *p*-типа, регенерированных из отходов производства ИС. Следует отметить, что для планарной конструкции СЭ требуется полировка только лицевой (рабочей) стороны бракованной пластины, тыльная (нерабочая) сторона полировке не подвергается.

Солнечные батареи для микрокалькуляторов, выпускаемые в настоящее время, состоят из пяти или десяти СЭ, смонтированных на полиэтилентерефталатной пленке и соединенных последовательно. Технические характеристики СБ приведены ниже.

Технические характеристики солнечных батарей для микрокалькуляторов

| | СБ-4/2П | СБ-6/2П |
|--|-----------|-----------|
| Габаритные размеры, мм | 17x50x1,4 | 27x64x1,4 |
| Количество солнечных элементов | 5 | 10 |
| Фотоэлектрические параметры при освещенности 100 лк от люминесцентных ламп типа ЛБ15 | | |
| напряжение холостого хода, В | ≥ 1,5 | ≥ 3,0 |
| ток короткого замыкания, мкА | ≥ 16 | ≥ 16 |
| напряжение под нагрузкой, В | ≥ 1,25 | ≥ 2,5 |

Солнечная батарея СБ-4/2П предназначена для прямого питания арифметического микрокалькулятора МК-69, а батарея СБ-6/2П — для инженерного микрокалькулятора МК-71. Эти батареи по своим фотоэлектрическим характеристикам не уступают аналогичным зарубежным образцам.

УДК 621.315.616.973:678.686

А.П.Акопов, С.И.Григорьева, Г.Б.Ежова,
А.П.Парезян, Л.В.Псарева,**ОДНОКОМПОНЕНТНЫЙ
ЭПОКСИДНЫЙ ЗАЛИВОЧНЫЙ
КОМПАУНД**

Благодаря применению однокомпонентного эпоксидного заливочного компаунда открывается возможность механизации процесса герметизации изделий, снижения технологических потерь, улучшения условий труда.

Технологические свойства большинства заливочных эпоксидных компаундов уже не отвечают требованиям современной техники. Эти компаунды являются, как правило, двухкомпонентными материалами (поставляются потребителю в составе двух комплектующих — основы и отвердителя), имеют непродолжительную жизнеспособность, что в значительной степени затрудняет их переработку и исключает возможность механизации процесса заливки.

В настоящее время наметилась тенденция к замене двухкомпонентных материалов однокомпонентными. Такие эпоксидные компаунды являются наиболее перспективными, так как применяются в состоянии поставки; их характеризует длительная жизнеспособность, обуславливающая возможность механизации или частичной автоматизации операции герметизации изделий.

ному олигомеру. Реакционная способность этого отвердителя проявляется при температурах выше 85°C. В качестве связующего выбрана эпоксидная диановая смола марки ЭД-20 в сочетании с крезилглицидиловым эфиром. Композиция наполняется смесью кварца, талька, оксида хрома (III) и тонкоизмельченного асбеста. Введение в состав компаунда волокнистого наполнителя дало возможность повысить его устойчивость к циклическому воздействию знакопеременных температур.

Разработанный компаунд марки ЭДБО имеет жизнеспособность в нормальных условиях не менее 6 мес. При длительном хранении седиментация наполнителей незначительна, образование плотного осадка исключается. Это облегчает переработку компаунда.

Компаунд перерабатывается методом заливки при температуре 25...35°C — в этом его технологическое преимущество перед известными однокомпонентными эпоксидными компаундами марок УП-503 А и УП-503В*, которые проявляют заливочные свойства лишь при нагревании до температуры 100°C.

Отверждение компаунда ЭДБО происходит при умеренных температурах и в течение сравнительно непродолжительного времени: при 85°C — 14 ч, при 100°C — 10 ч, при 125°C — 5 ч. Усадка образцов при отверждении невелика (0,15...0,27%). Компаунд ЭДБО после отверждения образует покрытие с высокими электроизоляционными и механическими свойствами в нормальных условиях, которые сохраняются на достаточно высоком уровне после различных внешних воздействий (см. таблицу).

СВОЙСТВА ОДНОКОМПОНЕНТНОГО КОМПАУНДА МАРКИ ЭДБО

| Параметр | В нормальных условиях | После внешних воздействий | | | | |
|--|-----------------------|---|----------------------------------|---------------------------|--|--|
| | | 98%-ной относительной влажности и температуры +40°C в течение 56 сут. | соляного тумана в течение 7 сут. | иней и росы в течение 2 ч | теплового старения при +125°C в течение 1000 ч | термоциклирования в диапазоне от -60 до +125°C (10 циклов) |
| Удельное объемное электрическое сопротивление, Ом·см | 2·10 ¹⁵ | 7·10 ¹³ | 2·10 ¹⁴ | 5·10 ¹⁴ | 7·10 ¹⁴ | 7·10 ¹⁴ |
| Удельное поверхностное электрическое сопротивление, Ом | 1·10 ¹⁵ | — | 1·10 ¹⁴ | 2·10 ¹⁴ | — | — |
| Тангенс угла диэлектрических потерь при частоте 10 ³ Гц | 0,009 | 0,027 | 0,020 | 0,012 | 0,01 | — |
| Диэлектрическая проницаемость при частоте 10 ³ Гц | 4,0 | — | — | 4,3 | — | — |
| Электрическая прочность, кВ/мм | 40 | 38 | — | — | 38 | — |
| Изгибающее напряжение при разрушении, МПа | 70 | 63,5 | — | — | 71 | 68 |

Однокомпонентность эпоксидного компаунда при поставке достигается главным образом применением отвердителя латентного (скрытого) действия. Тип эпоксидной смолы не имеет решающего значения и обуславливается областью применения материала, уровнем показателей его электроизоляционных, механических и теплофизических свойств, а также требованиями, предъявляемыми к скорости отверждения при повышенной температуре.

В процессе разработки однокомпонентного эпоксидного компаунда был использован отвердитель латентного действия из класса замещенных мочевинобис (N, N диметилкарбамид) дифенилметан, который в нормальных условиях не проявляет химической активности по отношению к эпоксид-

Компаунд коррозионно-стойк по отношению к алюминию и меди, обладает высокой водостойкостью: водопоглощение образцов в нормальных условиях в течение 24 ч составляет всего 0,05%.

Компаунд ЭДБО внедрен в производство конденсаторов ТЕ547-85, элементов полупроводниковых микросхем и для крепления тензочувствительных кристаллов тензопреобразователей 561.2832023. Получены также положительные результаты при герметизации компаундом ЭДБО микротрансформаторов.

* Эпоксидные смолы и материалы: Каталог-справочник. Черкассы: УкрНИИ пластмасс, 1985, с. 20.



УДК 621.383.56:681.846.7

Разработана солнечная аккумуляторная батарея «Электроника М4», предназначенная для питания магнитофона «Электроника Микроконцерт-стерео» и зарядки двух аккумуляторов НКГЦ-0,45. Батарея состоит из панели кремниевых фотопреобразователей и блока аккумуляторов, которые объединены в общем корпусе. Зарядка аккумуляторов производится как на прямом, так и на рассеянном солнечном свете. При отсутствии аккумуляторов «Электроника М4» обеспечивает электропитание магнитофона на прямом солнечном свете, благодаря чему экономятся гальванические элементы.

ОСНОВНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Рабочее напряжение, обеспечиваемое панелью солнечных элементов, В 3,0
 Максимальный ток, А 0,2
 Минимальное время зарядки двух аккумуляторов НКГЦ-0,45, ч 3
 Рабочее напряжение при наличии в кассете аккумуляторов, В 2,4
 Температурный диапазон эксплуатации, °С от -20 до +50
 Габаритные размеры (без шнура), мм 140×85×24
 Масса, г 100

Использование солнечной аккумуляторной батареи в качестве возобновляемого источника питания позволяет решить проблемы, связанные с длительной эксплуатацией магнитофонов-проигрывателей в походных условиях.

Ответственные за выпуск С.И.Баранова, Н.И.Кононенко
 Художник В.А.Чернецов
 Технический редактор Г.М.Корнеева
 Корректоры Т.Б.Прохорова, Л.П.Данченкова



Подписано в печать 24.06.87 г.
 Т-15622 Формат 60×90/8 Объем 9,5 п.л.
 Уч.-изд.л.10.3 Индекс 3833 36 статей
 Заказ 737 Тираж 5110 Цена 2 руб. 05 коп.

УКЛ-2

ЛАЗЕРНАЯ СИСТЕМА УПРАВЛЕНИЯ ДЛЯ МЕЛИОРАТИВНЫХ И СТРОИТЕЛЬНЫХ МАШИН

Обеспечивает одновременное управление высотным положением рабочих органов и курсом движения мелиоративных и строительных машин.

В состав системы УКЛ-2 входят: передающее устройство, устанавливаемое на местности и формирующее с помощью вращающегося лазерного пучка две взаимоперпендикулярные в пространстве световые плоскости управления;

два фотоприемника — «Уклон» и «Курс», имеющие идентичную конструкцию и унифицированное схемное построение фоточувствительных головок и блоков выработки команд, — которые принимают световые сигналы и преобразуют их в электрические, используемые после усиления и преобразования для автоматического управления высотным положением рабочего органа и курсом движения.

Управление машиной может осуществляться вручную по индикаторным символам на лицевых панелях блоков выработки команд.

Технические характеристики

Дальность действия, м ... не менее 400
Зона нечувствительности, мм
по уклону 10...20
по курсу не более 90
Диапазон задания уклонов, % 0...10
Средняя мощность пучка излучения
на выходе, мВт не менее 0,7
Погрешность установки плоскости вращения пучка уклона относительно горизонтальной плоскости, угл. с не более ± 20
Частота вращения лазерного пучка, Гц 10 ± 2
Угол обзора фотоприемника, угл. град. не менее 120
Максимальная электрическая мощность, потребляемая датчиком опорной плоскости, Вт не более 18



Конструкция подвесок фоточувствительных головок, устанавливаемых на машинах, обеспечивает компенсацию ошибок, вызываемых углом наклона рабочего органа и поперечным креном машины при движении по неровностям местности. Отклонение продольной оси траншеи от заданного направления при зоне нечувствительности по курсу 90 мм составляет не более ± 45 мм.

Точность укладки дренажно-коллекторной сети при работе УКЛ-2 с дреноукладчиком ЭТЦ-202А не хуже $\pm 1,5$ см; с дреноукладчиком МД-4 — ± 2 см.

Предусмотрено два варианта поставки прибора:

УКЛ-2 — для одновременного управления глубиной копания и курсом движения;

УКЛ-3 — для управления только глубиной копания (в этом случае лазерная система фотоприемником «Курс» не комплектуется).