

УДК 539.234

ИСПЫТАНИЯ ОБРАЗЦОВ РАДИООТРАЖАЮЩИХ ПОКРЫТИЙ НА СТОЙКОСТЬ К ВНЕШНИМ ВОЗДЕЙСТВУЮЩИМ ФАКТОРАМ*

А. Е. Михеев¹, С. С. Ивасев¹, А. Б. Кузнецов², И. В. Башков², Д. В. Раводина¹

¹Сибирский государственный аэрокосмический университет имени академика М. Ф. Решетнева
Российская Федерация, 660014, Красноярск, просп. им. газ. «Красноярский рабочий», 31
E-mail: michla@mail.ru

²ОАО «Информационные спутниковые системы» имени академика М. Ф. Решетнева»
Российская Федерация, 662972, г. Железногорск Красноярского края, ул. Ленина, 52
E-mail: vah@iss-reshetnev.ru

Проведены ускоренные климатические испытания (УКИ) образцов с радиотражающим покрытием. Представлены результаты испытаний образцов до и после УКИ. Контролю подвергались: внешний вид, терморadiационные характеристики A_s , E_n , коэффициент радиотражения, адгезионная прочность. Также были проведены испытания образцов на радиационное воздействие.

Проведенные испытания показали, что требуемыми характеристиками обладают образцы радиотражающих покрытий, выполненные по трем схемам. Разработанные покрытия могут быть рекомендованы для нанесения на углепластиковые рефлекторы антенн, работающих в диапазоне частот до 24 ГГц.

Ключевые слова: радиотражающие покрытия, вакуумное нанесение покрытий, испытания покрытий.

TESTS OF SAMPLES RADIOREFLECTIVE COATINGS HARDINESS TO EXTERNAL FACTORS

A. E. Miheev¹, S. S. Ivasev¹, A. B. Kyzhetcov², I. V. Bachkov², D. V. Ravodina¹

¹Siberian State Aerospace University named after academician M. F. Reshetnev
31, Krasnoyarsky Rabochy Av., Krasnoyarsk, 660014, Russian Federation
E-mail: michla@mail.ru

²JSC "Information satellite system" named after academician M. F. Reshetnev"
52, Lenin str., Jelesnogorsk, 662971, Russian Federation. E-mail: vah@iss-reshetnev.ru

The accelerated environmental testing (USP) of the samples with radioreflexive surface is conducted. The results of the test samples before and after the USP are given. Appearance, termoradiation characteristics of A_s , E_n , radioreflexion coefficient, adhesion strength was under control. The samples for radiation exposure were tested.

The tests show that the samples have the desired characteristics of radioreflexive coatings made by the three schemes. Developed coatings can be recommended for application of carbon fiber reflector antennas operating at frequencies up to 24 GHz.

Keywords: radioreflexive coating, vacuum deposition, coating probation.

Радиотражающие покрытия рефлекторов космических аппаратов Ка-диапазона должны обладать следующими характеристиками: коэффициент радиотражения на частоте 22–24 ГГц не менее 0,98, стабильные термооптические характеристики, адгезионная прочность, стойкость к температурному диапазону эксплуатации. Покрытия должны выдерживать воздействие ионизирующего излучения в течение 15 лет и хранение в условиях склада при влажности 80 % в течение 6 лет.

Для создания высокоэффективного в высокочастотном диапазоне радиотражающего покрытия была разработана технология напыления многослойного покрытия методом магнетронного распыления, были изготовлены экспериментальные образцы радиотра-

жающих покрытий (табл. 1).

Изготовленные образцы подвергались различным видам испытаний. Ускоренные климатические испытания (УКИ), предназначенные для имитации хранения элементов конструкций и КА в процессе производственного цикла и хранения в условиях склада, проводили в климатической камере КРК-04, которая позволяет проводить испытания в диапазоне температур от –30 °С до +100 °С и относительной влажности в диапазоне от 10 до 100 %. Образцы крепились в вертикальном положении на специальную технологическую оснастку. Ускоренные климатические испытания проводили согласно ГОСТ 15150 по режимам, указанным в табл. 2.

* Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, государственный контракт № 02.G25.31.0043.

Таблица 1

Изготовленные образцы радиоотражающего покрытия

№ образца	Схема покрытия толщина покрытия, мкм			Размер образцов, мм
	NiCr	Al	SiO ₂	
6341-05(1)	0,1	3	0,2	100×100
6341-04(4)				35×35
6341-05(5)	0,2	3	0,2	100×100
6341-04(8)				35×35
6341-05(9)	–	3	0,2	100×100
6341-04(12)				35×35
6341-05(14)	0,2	1	0,2	100×100
6341-04(16)				35×35
6341-05(23)	–	1	0,2	100×100
6341-04(26)				35×35
6341-05(28)	0,1	1	0,1	100×100
6341-04(28)				35×35
6341-05(29)	0,1	1	–	100×100
6341-04(30)				35×35

Таблица 2

Режимы УКИ

Температура, °С	Влажность, %	Время выдержки, сутки	Количество циклов	Имитация срока службы
70 ± 2	Не нормируется	9	6	6 лет наземного хранения
30 ± 2	95 ± 3 %	3		

Технологическую оснастку с образцами помещали в камеру, причем расстояние до стенок и верхней части камеры составляло не менее 100 мм, до дна камеры – 200 мм.

До и после испытаний контролировали следующие характеристики:

- внешний вид многослойного радиоотражающего покрытия;
- терморadiационные характеристики A_s , E_n ;
- коэффициент радиоотражения;
- адгезионную прочность.

Измерение коэффициента поглощения солнечного излучения (A_s) проводилось при помощи спектрофлуктометра LPSR 300. Измерение коэффициента излучения (E_n) проводилось на рефлектометре TEMP-2000A.

Измерение коэффициента радиоотражения проводили с помощью генератора Г4-155, аттенюатора ДЗ-35А и измерительной линии Р1-30.

Адгезионную прочность покрытий контролировали с помощью пневматического адгезиометра DeFelsko PosiTest AT-M.

Осмотр внешнего вида образцов многослойных радиоотражающих покрытий показал, что после проведенных ускоренных климатических испытаний внешний вид покрытий не изменился.

Измерения терморadiационных характеристик и толщины покрытий до и после УКИ показали что они остались неизменными, в пределах погрешности прибора.

На образцах радиоотражающих покрытий без до-

полнительного адгезионного подслоя наблюдается уменьшение адгезии покрытия.

Коэффициент радиоотражения многослойных радиоотражающих образцов покрытий до и после воздействия климатических факторов представлен в табл. 3.

Результаты измерений коэффициента радиоотражения образцов после воздействия ускоренных климатических испытаний показали ухудшение радиохарактеристик на образцах с толщиной алюминиевого слоя 3 мкм. Ухудшение, скорее всего, связано с образованием микротрещин в более толстом слое алюминиевого покрытия и началом коррозионного процесса при воздействии температуры и влажности при испытаниях, которые не видны невооруженным глазом. Это подтверждает и микроизображения поверхности образцов с толщиной алюминиевого слоя 1 и 3 мкм, зафиксированные с помощью сканирующего электронного микроскопа TESCAN VEGA 3

Образцы с алюминиевым покрытием толщиной 1 мкм сохраняют свои радиохарактеристики.

Испытания на радиационное воздействие проводили на образцах, прошедших предварительно климатические испытания.

Радиационное облучение проводилось электронами на линейном ускорителе ЭЛУ-4, аттестованном в соответствии с требованиями стандартов ГОСТ РВ 20.57.415–97 и ГОСТ РВ 20.57.308–98.

В процессе эксплуатации под воздействием ионизирующих излучений рабочие характеристики покрытий могут изменяться.

Коэффициент радиоотражения до и после испытаний

№	Схема покрытия толщина покрытия, мкм			Коэффициент радиоотражения	
				До воздействия	После воздействия
	NiCr	Al	SiO ₂		
Требуемые характеристики				≥ 98	
6341-04(4)	0,1	3	0,2	98,05	97,80
6341-04(8)	0,2	3	0,2	98,02	97,80
6341-04(12)	–	3	0,2	98,02	97,90
6341-04(16)	0,2	1	0,2	98,12	98,05
6341-04(26)	–	1	0,2	98,15	98,03
6341-04(28)	0,1	1	0,1	98,20	98,15
6341-04(30)	0,1	1	–	98,21	98,05

Для определения диапазона изменения характеристик покрытий КА под воздействием ионизирующих излучений КП, необходимо иметь данные о дозах, накапливаемых в них за весь период эксплуатации КА. Расчет поглощенных доз от электронов и протонов РПЗ в условиях КП проводится на базе моделей потоков электронов и протонов РПЗ. При сроке эксплуатации КА 15 лет материалы внешних поверхностей накапливают среднюю дозу до $6,6 \cdot 10^6$ Гр.

Испытания разрабатываемых покрытий на воздействие электронов подтверждают работоспособность покрытий в условиях воздействия космической радиации в течение 15 лет.

Облучение электронами проводили в среде газообразного азота и располагали так, чтобы их линейные размеры в направлении облучения не превышали значений, определяемых из выражения

$$E \geq 10 [L \cdot \rho]^{0,76},$$

где E – энергия электронов, МэВ; L – линейный размер (толщина) группы образцов в направлении облучения; ρ – плотность образцов.

Средняя плотность потока электронов в месте размещения образцов – $\varphi_e = 1,15 \times 10^{10} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$. Погрешность измерения средней энергии – не более 8 %.

Неравномерность плотности потока электронов в пределах облучаемой площади по результатам измерений составляла не более 18 %.

Погрешность измерения средней плотности потока электронов φ_e в плоскости облучения – не более 9 %.

Погрешность мониторинга и поддержания средней плотности потока в процессе облучения – не более 5 %.

Значение поглощенной дозы D рассчитывали по формуле:

$$D = \varphi_e \cdot t \cdot \delta \text{ (Гр)},$$

где φ_e – средняя плотность потока электронов, $\text{см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$; t – время облучения, с; δ – удельная поглощенная доза по кремнию на один электрон с энергией 4 МэВ, равная $2,55 \cdot 10^{-8} \text{ рад см}^{-2} \text{ электрон}^{-1}$.

В процессе облучения электронами в течение 33 ч, поглощенная доза образцов покрытий составила $6,6 \cdot 10^6$ Гр.

До и после испытаний контролировали следующие характеристики:

– внешний вид многослойного радиоотражающего покрытия;

– терморadiационные характеристики A_s , E_n ;

– коэффициент радиоотражения;

– адгезионную прочность.

Осмотр внешнего вида показал, что после проведенных испытаний на радиационное воздействие внешний вид покрытий не изменился.

Воздействие радиационных испытаний до дозы $6 \cdot 10^6$ Гр не приводит к изменению терморadiационных характеристик, адгезионной прочности и толщины покрытий.

Радиационное воздействие приводит к незначительному снижению коэффициента радиоотражения. Образцы покрытий с толщиной алюминиевого слоя 1 мкм имеют коэффициент радиоотражения более 0,98, с алюминиевым покрытием толщиной 3 мкм – имеют значение незначительно меньше.

Испытания на термоциклирование в вакууме проводили на образцах, прошедших предварительно климатические испытания и радиационное воздействие. Термоциклирование образцов проводили в термовакуумной камере ВУ-100.

Термовакуумная камера обеспечивает:

– вакуум не менее $6,7 \cdot 10^{-3}$ Па;

– диапазон температур от минус 190 °С до плюс 250 °С.

Температура в камере контролируется термометрами сопротивления проволочными по ОСТ 92-0694. Термометры сопротивления устанавливаются на исследуемом образце и на термостоле.

Контроль вакуума в камере измерялся при помощи вакуумметра ионизационно-термопарного типа ВИТ-3.

Погрешность измерения параметров испытаний составляла не более: ± 3 °С при измерении температуры, ± 60 % при измерении вакуума (в интервале от 10^5 до 9,25 Па), ± 35 % при измерении вакуума (в интервале от 9,25 до $6,7 \cdot 10^{-3}$ Па).

Термоциклирование образцов проводили в соответствии с ECSS-Q-70-04a в вакуумной камере при остаточном давлении не более $5 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст. Образцы располагали на термостоле покрытием вниз, сверху закрывали коробом из фольги и экранно-вакуумной теплоизоляции. Нагрев и охлаждение осуществляли за счет теплового контакта и радиационного излучения с поверхности термостола. Нагрев тер-

мостола осуществляли лампами типа КГ-127-1000, а охлаждение – жидким азотом. Скорость нагрева-охлаждения составляла от 5 до 10 град/мин. Излучение от ламп на поверхность образцов не попадало. Количество циклов равнялось 100, как это требует ECSS-Q-70-04а для установления температурного диапазона эксплуатации покрытий в вакууме.

Режимы термоциклирования приведены в табл. 4.

До и после испытаний контролировали следующие характеристики:

- внешний вид многослойного радиоотражающего покрытия;
- терморadiационные характеристики A_s , E_n ;
- коэффициент радиоотражения;
- адгезионную прочность.

Осмотр внешнего вида показал, что после проведенных испытаний на термоциклирование в вакууме внешний вид покрытий не изменился.

Измерения терморadiационных характеристик, адгезии и толщины покрытий до и после испытаний на термоциклирование в вакууме показали, что они остались неизменными, кроме образцов с радиоотражающим покрытием без применения адгезионного, выравнивающего КТР подслоя из нихрома, у них адгезия снизилась и составляет 33–37 кг/см². Все остальные образцы сохранили адгезию.

Изменения терморadiационных характеристик A_s и E_n радиоотражающего покрытия находятся в пределах погрешности измерения приборов ($\pm 0,02$).

Термоциклирование в вакууме приводит к незначительному снижению коэффициента радиоотражения.

Результаты контроля характеристик с двухслойной схемой изготовления (без защитного слоя SiO₂) показали, что при испытаниях данная схема изготовления покрытия показала меньшую стабильность термор-

радиационных коэффициентов по сравнению с трехслойной схемой, поэтому такое двухслойное покрытие может быть использовано в конструкциях, в которых не возникают истирающие нагрузки и не требуется определенная механическая устойчивость.

Измерения спектрального коэффициента отражения R_λ радиоотражающих покрытий, выполненные на спектрофотометре LPSR 300, в оптическом диапазоне длин волн, отвечающем за поглощение электромагнитного излучения Солнца, от 250 до 2500 нм показали, что после воздействия УКИ, термоциклирования и радиации наблюдается незначительное снижение отражения покрытия (от 2 до 5 %) в УФ и видимой части спектра.

Таким образом, проведенные испытания (УКИ, радиационное воздействие и термоциклирование в вакууме) показали, что при контроле всех характеристик, наилучшие результаты и требуемые характеристики имеют образцы радиоотражающих покрытий следующих схем изготовления:

- нихром (0,2 мкм) + алюминий (1 мкм) + оксид кремния (0,2 мкм);
- нихром (0,1 мкм) + алюминий (1 мкм) + оксид кремния (0,1 мкм);
- нихром (0,1 мкм) + алюминий (1 мкм) (при отсутствии механических нагрузок).

Данные схемы изготовления многослойного радиоотражающего покрытия выдержали все испытания с сохранением характеристик и могут быть рекомендованы для нанесения на углепластиковые рефлекторы антенн, работающие в диапазоне частот до 24 ГГц.

Разброс толщин слоев нихрома и защитного слоя из оксида кремния составлял ± 20 нм, алюминиевого слоя – ± 100 нм (не более ± 15 %).

Таблица 4

Режимы термоциклирования

Воздействующие факторы	Показатели воздействующих факторов
Температурный интервал для квалификации (с учетом квалификационного запаса ± 10 °С)	от -160 до 160 °С
Вакуум, мм рт.ст, не более	$1 \cdot 10^{-5}$
Время выдержки при крайних температурах, мин	20
Скорость нагрева и охлаждения, град/мин	от 5 до 10
Количество циклов	100

Библиографические ссылки

1. Холлэнд Л. Нанесение тонких пленок в вакууме : пер. с англ. М. : Госэнергоиздат, 1962. 608 с.
2. Палатник Л. С., Сорокин В. К. Материаловедение в микроэлектронике. М. : Энергия, 1977. 280 с.

References

1. Hollend L. *Nanesenie tonkih plenok v vakuume* (Deposition of thin films in a vacuum lane). Moscow, Gosenergoizdat Publ., 1962, 608 p.
2. Palatnik L. S., Sorokin V. K. *Materialovedenie v mikroelektronike* (Materials science in microelectronics). Moscow, Energiya Publ., 1977, 280 p.

© Михеев А. Е., Ивасев С. С., Кузнецов А. Б., Башков И. В., Раводина Д. В., 2013