

**Г.Л. Брусиловский¹, Н.А. Куликов², А.А. Малков¹, А.А. Малыгин¹,
В.А. Силин²**

¹Санкт-Петербургский государственный технологический институт
(технический университет),
²ЗАО «Светлана – Рентген»

Проблемы электрической прочности рентгеновских трубок и нанотехнологические подходы ее повышения

В статье проведен анализ причин снижения электропрочности оболочек рентгеновских трубок. В результате анализа определены необходимые характеристики полупроводящих слоев на оболочках рентгеновских трубок. Разработана технология молекулярного послойного наращивания слоев окиси титана и двуокиси хрома. Изготовлены и испытаны серийные образцы рентгеновских трубок.

Повышение электрической прочности высоковольтных электровакуумных приборов и рентгеновских трубок является чрезвычайно важной задачей, стоящей перед современным приборостроением в области высоковакуумной техники. Актуальность указанной проблемы связана с несколькими обстоятельствами [1]:

- требования снижения габаритов аппаратуры повлекли за собой необходимость уменьшения моноблоков генераторов и самих трубок;
- использование цифровой техники не допускает наличия разрядных явлений в процессе эксплуатации, так как они вызывают сбои и отключения в схемах регистрации;
- чувствительные телевизионные системы визуализации реагируют на любые изменения в анодном токе (то есть интенсивности излучения) в виде возмущений на экране монитора.

Нарушение электрической прочности проявляется в виде нескольких явлений: увеличение тока утечки (темнового или предпробойного тока) до величины выше допустимой; появление низко- и высокочастотных шумов на анодной характеристике, вызванных наличием кратковременных явлений; возникновение разрядов, ведущих к пробое вакуумного промежутка или оболочки, и, наконец, необратимые нарушения, связанные с механическим повреждением прибора или потерей вакуума в нем. Поэтому под электрической прочностью подразумевается отсутствие любых стационарных и нестационарных возмущений внутри электровакуумного прибора, превышающих установленные нормы и вызывающих недопустимые изменения его электрических характеристик при высоком напряжении.

В настоящее время со стороны заказчиков предприятия ЗАО «Светлана –Рентген» ужесточились требования к электрической прочности трубок. Особенно это касается фирмы «Smiths Heimann» - основного потребителя трубок ЗАО «Светлана- Рентген». Одной из самых востребованных фирмой трубок является рентгеновская трубка 0,32БПМ35-160, предназначенная для аппаратов досмотра грузов и багажа.

Основные требования по электрической прочности трубок: величина тока утечки при номинальном напряжении 160 кВ не должна превышать 10 мкА; ширина шумовой дорожки анодного тока должна быть в пределах ± 2 мкА; отсутствие микрозарядов при испытании в

режиме 160 кВ; 1мА и не более одного разряда при 176кВ; 1мА. При испытании на безотказность в режиме 160 кВ;1мА число разрядов в течение 48 часов не должно превышать 10 шт. На рисунке 1 представлены требуемые критерии по току утечки, размаху шумовой дорожки и наличию микроразрядов для указанной трубки. Наличие микроразрядов, превышающих по амплитуде пороговую величину $I_{ш.пор.}$, является в данном случае причиной несоответствия трубок установленным нормам.

Большинство трубок удовлетворяет указанным требованиям. Однако на этапах тренировки и испытаний по всем названным параметрам часто происходит нарушение пороговых значений ряда характеристик, что повышает трудоемкость процесса изготовления изделий (повторные перекачки и тренировки), а в ряде случаев приводит к необходимости полностью забраковать продукцию. Кроме того, имеется определенный процент рекламаций от потребителя, что приводит к значительным финансовым потерям.

Целью настоящей работы является исследование причин, вызывающих появление разрядов трубок, выработка и опробование ряда технологических приемов, направленных на повышение надежности приборов в части их электропрочности.

Чтобы определить возможные причины возникновения аномалий в поведении трубок и сузить задачу постановки дальнейших экспериментов, первоначально было проведено их комплексное исследование. Поскольку все трубки, отправленные потребителю, прошли испытания по установленному алгоритму и соответствовали сдаточным критериям качества,

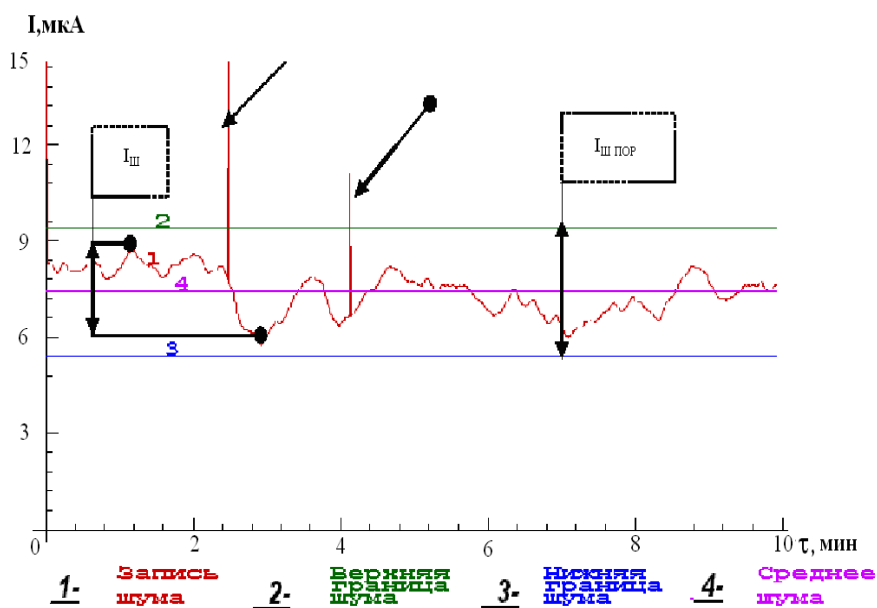


Рисунок 1. Стрелками указаны импульсы разрядов

было необходимо выяснить, при каких условиях начинают появляться разряды при длительном тестировании в различных режимах. Следует заметить, что сразу при поступлении трубок было проведено 48-часовое тестирование трубок в аппаратуре фирмы «Smiths-Heimann», которое подтвердило наличие разрядов (более 10 шт. за 48 часов).

Вся последовательность дальнейших проводимых операций на трубке представлена на рисунке 2. Первоначально были проведены испытания при постепенно повышающемся высоком напряжении на аноде без включения накала и выдержке при каждом значении по 15-

20 минут (см. рисунок 2, поз. 1-5). Видно, что в трубке имеется запас электрической прочности в межэлектродном промежутке – разряды начали возникать только при $U_a=190$ кВ. Ток утечки при этом при $U_a=160$ кВ не превышал 6-7 мкА, что косвенно свидетельствует об отсутствии автоэлектронной эмиссии с катодного узла и хорошем вакууме в приборе.

Далее были проведены испытания трубки в режиме токоотбора при ступенчатом подъеме как анодного тока (см. поз. 6-7), так и анодного напряжения (см. поз. 7-9). Из приведенной диаграммы видно, что разряды появились при значительно более низком напряжении, чем ранее (1 разряд отмечен уже при 140 кВ и 5 разрядов - за 2 часа работы при 160 кВ).

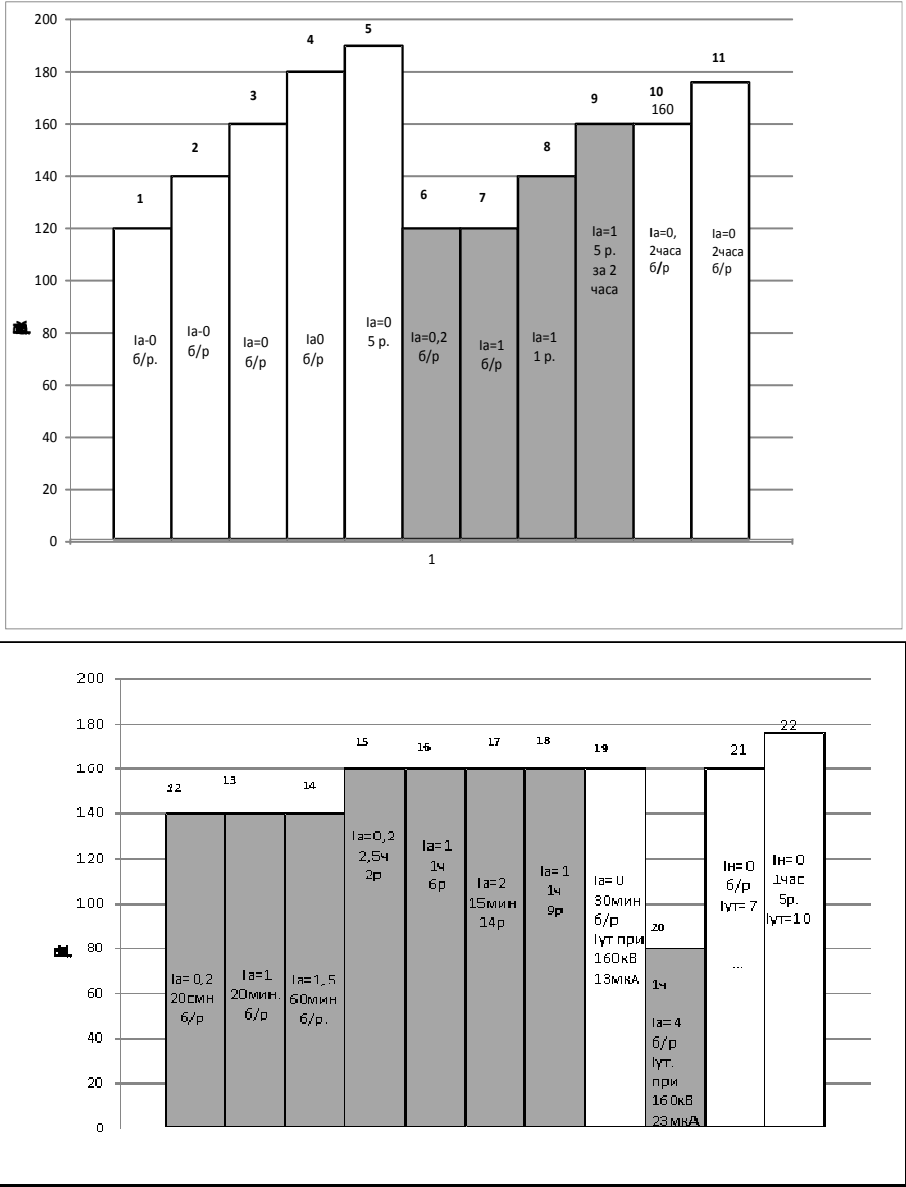


Рисунок 2

- без токоотбора,
- с токоотбором

Последующие длительные испытания в бестоковом режиме показали примерно аналогичные результаты, которые были получены ранее (см. поз.10-11).

С целью исследования влияния величины токовой нагрузки на поведение трубок были проведены испытания при постепенном увеличении I_a . Результаты испытаний приведены на рисунке 2 поз. 12-17. При напряжении 140 кВ никаких событий не наблюдалось. При напряжении 160 кВ просматривается явная тенденция к «раскачке» трубки при увеличении токовой нагрузки на анод: 1 разряд за 2,5 часа при $I_a=0,2$ мА, 6 разрядов за 1 час при $I_a=1$ мА и 14 разрядов за 15 мин при $I_a=2$ мА. Последующее снижение анодного тока до 1 мА привело к снижению количества разрядов до 9 шт. за 1 час (см. поз.18). Следующим этапом исследований был прогон рентгеновской трубки в течение 1 часа в режиме 80 кВ - 4мА, что эквивалентно по мощности на аноде в режиме 160 кВ – 2 мА), и дальнейшему испытанию при 160 кВ (см. поз.20-22).

В результате проведенных комплексных испытаний было установлено, что работа изделия при такой мощности приводит как к увеличению тока утечки, так и снижению электрической прочности трубки.

По аналогичному алгоритму были проведены испытания еще нескольких трубок. Результаты оказались, практически, совпадающими, что позволяет сделать следующие выводы:

1. Подготовка поверхностей деталей, в первую очередь катодных чехлов, как на этапах технологических стадий механической и химической обработки, так и на стадии тренировок, обеспечивают достаточный запас электрической прочности межэлектродного промежутка, о чем свидетельствуют как отсутствие разрядов, так и малое значение токов утечки [2-3].

2. Снижение электрической прочности при токовых нагрузках, особенно в части динамики возрастания количества событий с увеличением подаваемой на анод мощности, может быть вызвано двумя обстоятельствами:

- испарением и последующей ионизацией сорбированных на поверхности анода остаточных газов при разогреве анода, температурной диффузией из анодных деталей, в первую очередь из псевдосплава головки, различных загрязняющих примесей, их миграцией в локальных областях поверхности и ионизацией (а также, возможно, полевой ионизацией), стимулирующих образование направленных микропотоков проводящей плазмы с развитием микрозаряда [4];

- недостаточной проводимостью покрытия баллона, усугубленной имеющимися микронеоднородностями, приводящими к постепенному накоплению заряда на локальных участках при интенсивной бомбардировке афокальными и отраженными с анода электронами. Естественно, что этот эффект будет усиливаться при увеличении интенсивности потока заряженных частиц. Такое «заселение» электронами будет приводить к перераспределению напряженности на отдельных участках поверхности, появлению «критических» зон, и, как следствие, возникновению разрядов.

На основании полученных результатов в дальнейшем были рассмотрены различные варианты создания функциональных покрытий на стеклянной оболочке баллонов рентгеновских трубок, которые должны обеспечить необходимые электропроводящие свойства стеклянной поверхности.

Диэлектрическая стеклянная оболочка - один из основных элементов конструкции вакуумного изделия. Обеспечивая вакуумную герметичность прибора, она также выполняет

роль высоковольтного изолятора. При этом состояние как поверхности (химический состав, наличие дефектов и т.д.), так и объема (наличие субмикротрещин, примесей) оболочки вносят существенный вклад в инициирование различных процессов, ведущих к нарушению электрической прочности прибора. В частности, пробой, приводящие к катастрофическим последствиям вплоть до разгерметизации электровакуумного прибора, происходят именно в результате нарушений в составе и структуре оболочки.

Внесение изолятора в вакуумный зазор приводит к резкому снижению электрической прочности последнего. При этом наблюдается ряд явлений, отсутствовавших в вакуумном промежутке. К их числу следует отнести усиление поля на катоде из – за наличия микрозоров между металлом и диэлектриком, зарядку поверхности диэлектрика в результате бомбардировки электронами и, как следствие, искажение распределения потенциала по внутренней поверхности изолятора; появление газовой среды в разрядном промежутке по причине десорбции газа с поверхности изолятора и его разрушения [5].

Механизм появления микрозарядов на поверхности диэлектриков связан с локальной напряженностью поля на отдельных участках вакуумного промежутка. Бомбардировка стекла заряженными частицами приводит к процессу перезарядки локальных участков поверхности и накоплению объемного заряда на этих участках. При этом распределение поля на внутренней поверхности искажается, что приводит к появлению катастрофических градиентов потенциалов между наружной и внутренней частями стенки и, как следствие, возникновению разрядов и пробоев [6.7]. Под действием такой бомбардировки происходит эрозия поверхности, появление в стекле мелких трещин, что в свою очередь вызывает развитие сквозного пробоя, так как именно в зоне дефектов и структурных неоднородностей значительно повышается накапливаемый объемный заряд. Для борьбы с этим явлением необходимы такие свойства внутренней части оболочки, которые могли бы максимально обеспечивать стекание накопившихся зарядов и в то же время не допускали наличия дополнительного тока утечки. Оптимальной величиной удельного электросопротивления является $10^8 \div 10^9 \text{ Ом}\cdot\text{см}$ в приповерхностном слое, толщина которого соизмерима с длиной свободного пробега электронов (для рентгеновских трубок, работающих при энергиях электронов до 300 кэВ она составляет $\sim 30 \text{ мкм}$) [1]. Удельное электрическое сопротивление стекол, используемых в рентгеновских трубках, составляет $10^{13} \div 10^{14} \text{ Ом}\cdot\text{см}$ [1].

Одним из способов снижения электросопротивления изолятора является применение полупроводящих покрытий, наносимых на внутреннюю поверхность оболочки. Одно из таких покрытий в настоящее время используется в ЗАО “Светлана – Рентген”. Покрытие наносится из суспензии, состоящей из оксида хрома(III) и кремнийорганического биндера (28 % $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, 70% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 2 % HCl), с последующим высушиванием при 150°C в течение 3-4 мин на воздухе для удаления растворителя. Баллоны с полученным покрытием далее помещают в муфельные печи для спекания нанесенных компонентов. Сформированный слой состоит из частиц с размером в интервале 1-+15 мкм светло-зеленого цвета, полностью перекрывающих внутреннюю стеклянную поверхность рентгеновской трубки. Несмотря на то, что это покрытие используется на предприятии в течение многих лет, оно имеет ряд принципиальных недостатков: недостаточная электропроводимость, не обеспечивающая полного стекания накопленных зарядов; покрытие не имеет достаточной гомогенности, что

приводит к анизотропии его свойств вдоль поверхности; не всегда обеспечивается должная адгезия покрытия к стеклянной поверхности.

Кроме того, нами было установлено, что в процессе эксплуатации рентгеновских трубок происходит существенная деградация покрытия на основе частиц оксида хрома, сопровождающаяся появлением на отдельных участках поверхности агломератов, частичным отслаиванием слоя, приводящим к нарушению его сплошности (см. рисунок 3) [8]. В этом случае при нагреве поверхности вторичными электронами возможно не только разложение хромоксидного слоя, но и возникновение механических напряжений, приводящих к разрыву адгезионных связей между поверхностью баллона и покрытием и появлению более протяженных участков непокрытой поверхности стекла.

Современные требования к рентгеновским трубкам вынуждают искать более эффективные методы получения полупроводящих покрытий оптимальной толщины, равномерно покрывающих изделия любой геометрической формы. Для решения данной проблемы представляется перспективным использование прецизионного синтеза поверхностных структур с привлечением нанотехнологических подходов (молекулярно-лучевая эпитаксия, химическое осаждение из газовой фазы, химическая сборка методом молекулярного наслаивания (МН) и так далее).

В течение ряда лет в ходе совместных работ ЗАО «Светлана-Рентген» и Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета) были апробированы подходы по получению таких покрытий с помощью нанотехнологии, основанной на принципах метода МН.

Синтез методом МН отличается от традиционных тонкопленочных технологий такими преимуществами, как точность задания состава и толщины синтезируемого слоя на атомно-молекулярном уровне, образование прочной (химической) связи покрытия с поверхностью матрицы, равномерное распределение модификатора на поверхности, независимо от ее геометрической конфигурации [90-11].

В работе на стеклянных баллонах рентгеновских трубок методом молекулярного наслаивания были синтезированы покрытия на основе оксидов хрома и титана, рассмотрено влияние их толщины на топографию поверхности и электропроводность стеклянных оболочек.

Синтез элементоксидных нанопокровтий осуществляли на проточной либо вакуумной установках в условиях, исключающих протекание побочных химических превращений [11-17]. Толщину наносимого слоя регулировали количеством циклов последовательной обработки матрицы в газовой фазе соответствующим галогенидом в сочетании с парами спирта и воды (CrO_2Cl_2 , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ и H_2O) [14], (TiCl_4 и H_2O) [13].

Синтез проводили на специально разработанной и изготовленной вакуумной автоматизированной установке в условиях, исключающих протекание побочных химических превращений, принципиальная схема которой рассмотрена в [17], а общий вид представлен на рисунке 4.

Для оценки изменения топографии поверхности использовали модельные образцы стеклянных подложек с хром- и титаноксидными поверхностными структурами. Контроль процесса формирования элементоксидных слоев проводили эллипсометрическим методом на

лабораторном нуль-эллипсометре с He-Ne лазером ($\lambda=632,8$ нм). Состояние исходной поверхности и изменение ее топографии после нанесения покрытий исследовали на сканирующем зондовом микроскопе Solver P47 Pro (НТ-МДТ, Россия) методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) в полуконтактном режиме (tapping mode) на воздухе с использованием кремниевого кантилевера с электропроводным покрытием (Au). Электропроводность формируемых покрытий определяли двухконтактным методом в условиях непрерывной откачки до остаточного давления газов 10^{-1} Па в интервале температур 30-90°. Описание установки приведено в [8].

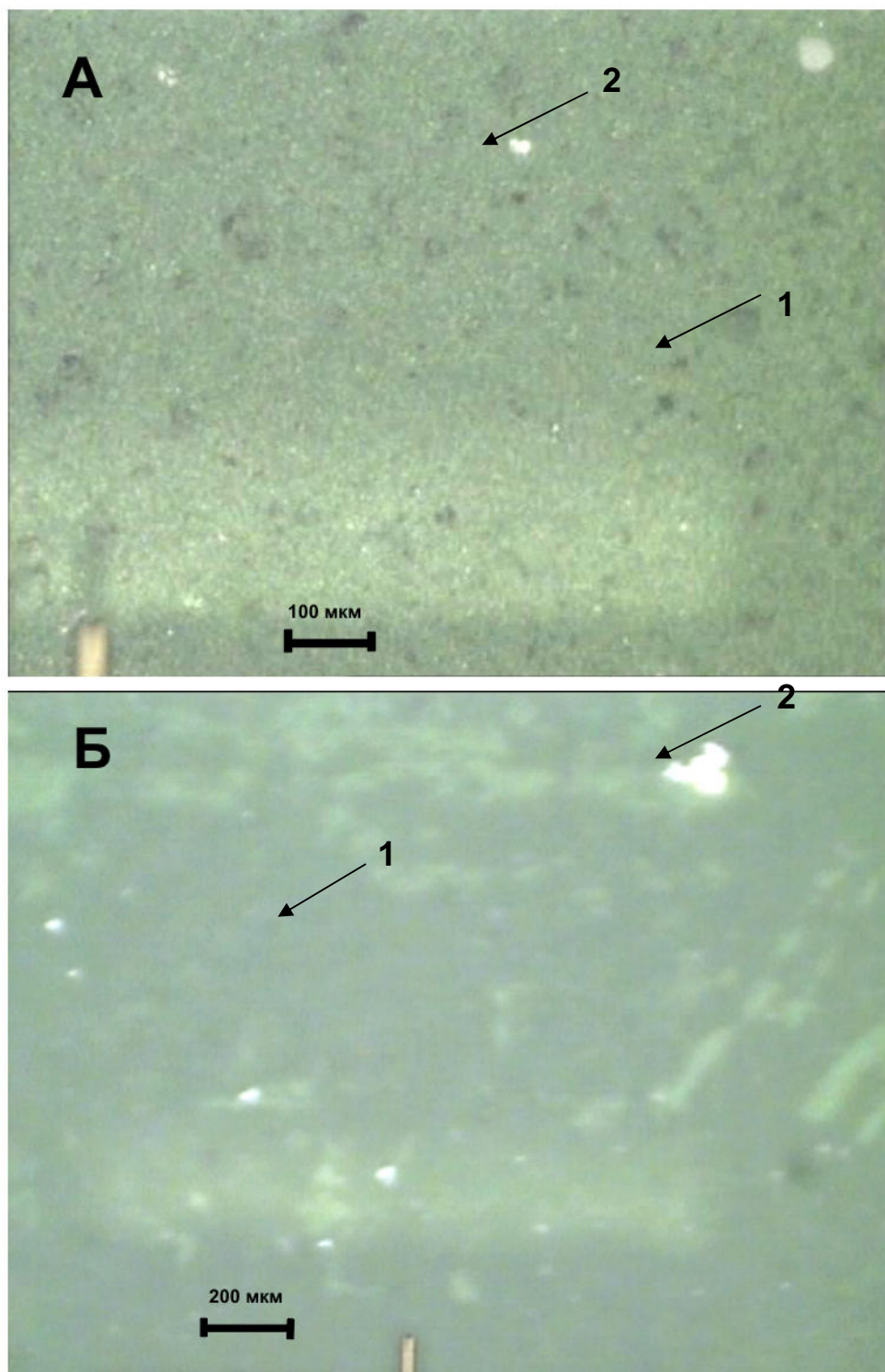


Рисунок 3. 1 - сращенные кристаллиты Sr_2O_3 ; 2 - участки стекла, потерявшие покрытие

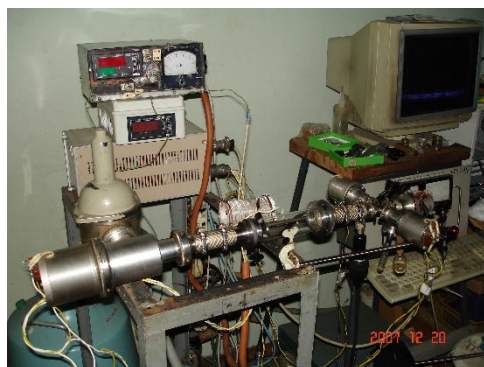


Рисунок 4

Синтез осуществляли в интервале температур (T_C) 160 - 220°C. АСМ-исследования образцов с хромоксидными покрытиями (рис.5) показали, что после проведения первого цикла МН при $T_C = 170^\circ\text{C}$ топография поверхности стекла (см. рисунок 5А) не претерпевает каких-либо видимых изменений. Однако сканирование в режиме фазового контраста (рисунок 5Б) и зонда Кельвина (рисунок 5В) свидетельствуют о том, что вся поверхность стекла равномерно, без каких-либо протяженных дефектов, покрыта хромоксидными структурами. Дальнейшее наращивание хромоксидного покрытия вплоть до 50 монослоев ($n_C=50$) сопровождается формированием на поверхности отчетливо выраженных хромоксидных кластеров (размеры которых приведены в таблице 1), плотно перекрывающих исходную матрицу. Соответствие вычисленной из данных эллипсометрии толщины синтезированного покрытия и экспериментально определенной высоты хромоксидных структур (см. таблицу 1) также может свидетельствовать о равномерности перекрывания исходной поверхности синтезируемым слоем и об отсутствии в выбранных условиях синтеза неконтролируемых процессов, которые могли бы привести к формированию неоднородного покрытия.

Следует отметить, что хромоксидные наноструктуры покрывают не только гладкие участки стекла, заполняя и сглаживая имеющиеся трещины и микродефекты, но и поверхность объемных микрообразований стеклянных частиц. То есть, синтез по методу МН обеспечивает нанесение конформного покрытия независимо от характера рельефа исходной поверхности.

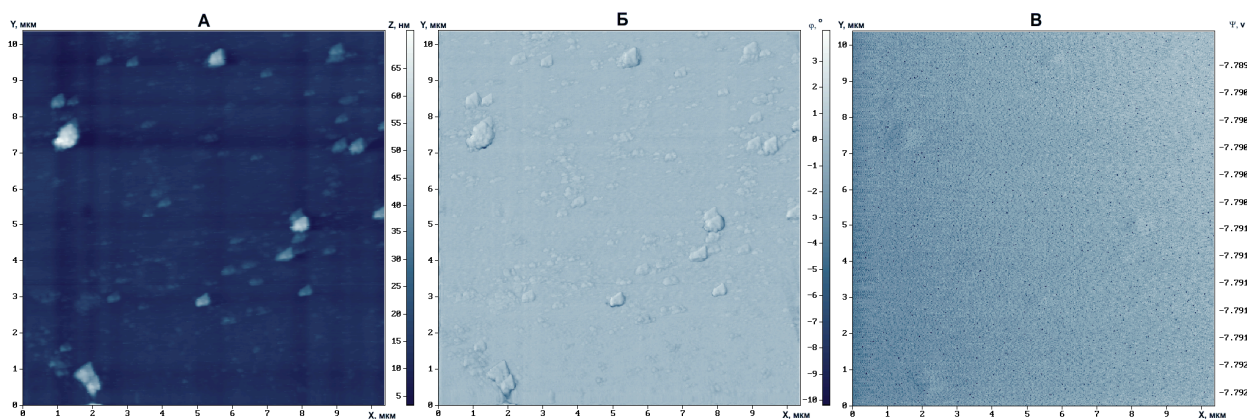
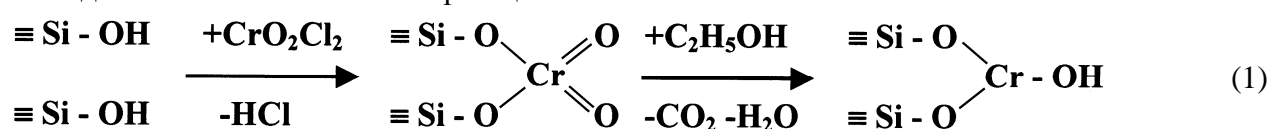


Рисунок 5. АСМ-реконструкция поверхности хромоксидного покрытия ($T_C = 170^\circ\text{C}$, $n = 1$). А - топография; Б - режим фазового контраста; В - режим зонда Кельвина.

Таблица 1

Число циклов обработки, n	Размер синтезированных хромоксидных структур, нм	
	латеральный	высота
5	50 - 100	0,7 - 1,2
10	130 - 200	1,8 - 2,1
50	250 - 400	6 - 10

Ранее проводившиеся химико-аналитические исследования элементного состава покрытий, синтезированных на модельных объектах (дисперсных кремнеземах) показали, что в ходе синтеза по методу МН на поверхности носителя протекает следующая последовательность химических реакций:



в результате повторения которых формируется хромоксидное покрытие, близкое по стехиометрическому составу к Cr_2O_3 [18]. Рентгенофазовый анализ образца с $n_{\text{Cr}}=50$ не выявил рефлексов какой-либо из фаз оксидов хрома, что свидетельствует об образовании в выбранных условиях на поверхности стекла рентгеноаморфного слоя. Указанный результат находится в соответствии с литературными данными по термическим превращениям CrOOH (структурой которого обладает поверхностный слой вновь формируемого хромоксидного покрытия (см. схему (1)), термообработка которого вплоть до 550°C не сопровождается образованием кристаллической фазы, а обеспечивает формирование аморфной фазы Cr_2O_3 [19].

Наряду с хромоксидным покрытием определенный интерес с точки зрения электрической прочности представляет также покрытие на основе диоксида титана [20]. Высокая термическая устойчивость как TiCl_4 , так и оксидов титана [21] позволяет в широких интервалах регулировать температур синтеза (до 600°C) и формировать титаноксидные покрытия заданного химического и фазового состава [22]. АСМ исследования полученных образцов показали, что уже после 4 циклов образуется сплошное равномерное покрытие из титаноксидных наноструктур, линейные размеры которых представлены в табл. 2. Увеличение числа циклов обработки до 8 приводит к повышению среднего размера отдельных титаноксидных наноструктур (см. табл. 2). При этом на АСМ-изображениях начинают проявляться межкристаллитные границы. После проведения 12 циклов МН шероховатость поверхности стекла заметно снижается, что обусловлено формированием слоя титаноксидных наноструктур (см. рисунок б), латеральные размеры которых достигают 100 - 200 нм, а высота - от 4 до 8 нм (таблица 2).

Число циклов обработки, n	Размер синтезированных титаноксидных структур, нм	
	латеральный	высота
4	10 - 20	1 - 2
8	25 - 40	2 - 2,5
12	100 - 200	4 - 8

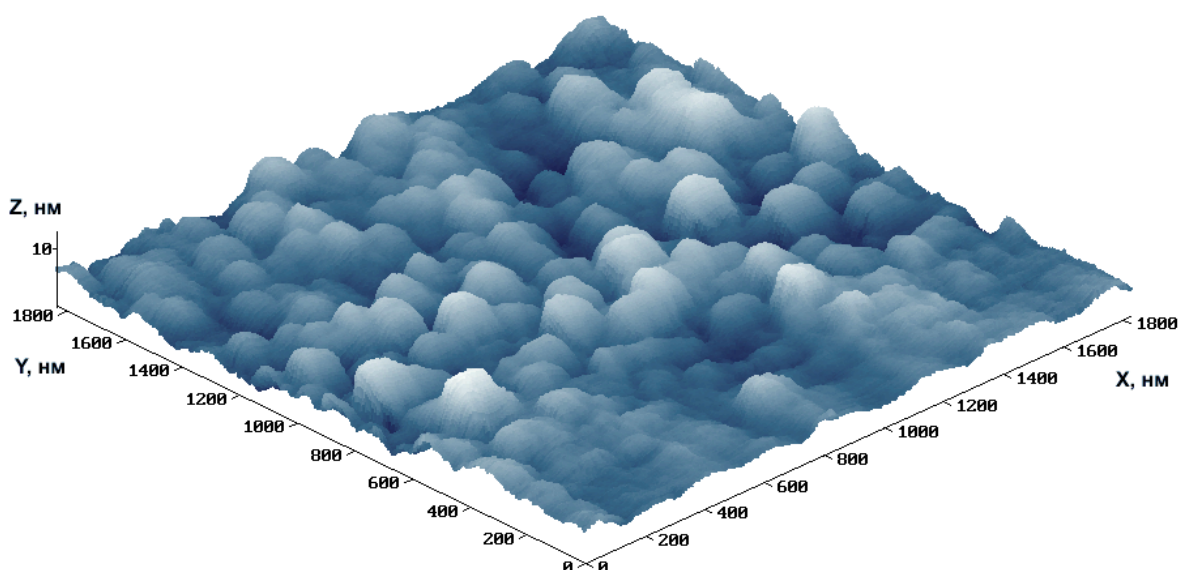


Рисунок 6

Из анализа АСМ-изображений поверхности образца можно установить, что отдельный титаноксидный кластер имеет куполообразную форму и окружен 6 - 8 соседними структурами, однако образования периодических структур с взаимоупорядоченным расположением отдельных кристаллитов по поверхности стекла обнаружить не удалось. Границы контакта отдельных нанокластеров наблюдаются на уровне 2,0 - 3,5 нм, что свидетельствует о сращивании кристаллитов ниже этой отметки между собой и формировании на поверхности стекла сплошного бездефектного титаноксидного покрытия.

Измерение электропроводности полученных хром- и титаноксидных покрытий показало, что их поверхностная проводимость на воздухе при комнатной температуре близка и находится в пределах $1,0-5,5 \cdot 10^{-16}$ См. В то же время в реальных условиях эксплуатации рентгеновских трубок покрытия находятся в высоковакуумной среде, и поверхностная электропроводность высокоомных материалов может существенно возрастать за счет адсорбции паров воды [23]. С учетом отмеченного, для удаления сорбированной воды и моделирования условий эксплуатации покрытия в рентгеновской трубке, образцы вакуумировали в измерительной ячейке при 90°C и остаточном давлении газов около 10^{-1} Па

в течение 1 час. Результаты измерения поверхностной проводимости в вакууме 10^{-1} Па в интервале температур 30 - 90°C приведены на рисунке 7.

Сравнение полученных по методу МН сверхтонких проводящих покрытий со свойствами применяемых в промышленности электропроводящих слоев на основе оксида хрома (III) показало, что, несмотря на более низкие значения поверхностной проводимости элементоксидных покрытий, их проводимость сопоставима со свойствами покрытий, применяемых в настоящее время (см. рисунок 10). В то же время покрытия, полученные по технологии МН, характеризуются существенно меньшими толщинами и дефектностью.

Таким образом, проведенные исследования показали, что формируемые по методу молекулярного наслаивания на поверхности боросиликатного стекла хром- и титаноксидные покрытия конформно покрывают поверхность матрицы, залечивая имеющиеся на ней дефекты, а их электрическая проводимость сопоставима со свойствами традиционных защитных слоев на основе оксида хрома.

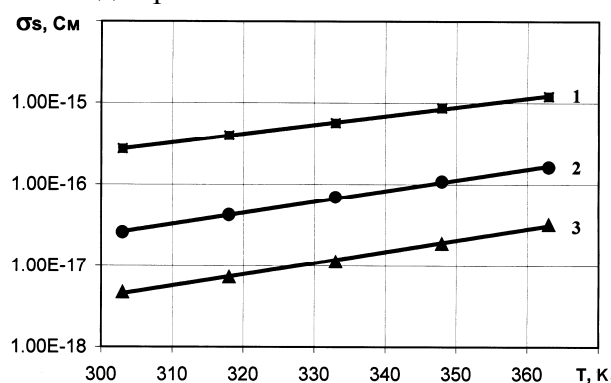


Рисунок 7

Экспериментальные партии рентгеновских трубок с такими покрытиями прошли успешные испытания и тестовые прогоны. В настоящее время рентгеновские трубки с нанопокрытиями на поверхности стеклянных оболочек проходят длительные прогоны в аппаратуре у Заказчика.

Авторы выражают признательность за проведение ряда исследований Е.А. Соснову (АСМ исследования), В.В. Антипову (за электрофизические исследования) и В. Дорофееву (за эллипсометрические исследования).

Ряд фундаментальных результатов при выполнении работы получен при частичной финансовой поддержке РФФИ (грант № 13-03-00883).

Библиографический список

1. Брусиловский Г.Л., Куликов Н.А., Малков А.А., Малыгин А.А., Силин В.А. Рентгеновские трубки: Устройство, применение, проблемы электрической прочности: Учебное пособие. - СПб: СПбГТИ(ТУ), 2012, 184с.
2. Сливков И.Н. Процессы при высоком напряжении в вакууме. М.: Энергоатомиздат, 1986. – 256 с.
3. Месяц Г.А. Взрывная электронная эмиссия. М.: Физматлит, 2011. - 280 с.
4. Месяц Г.А. Эктоны в вакуумном разряде: пробой, искра, дуга. М.: Наука, 2000. - 400 с.
5. Gleichauf. P.H. Elektrikal breakdown over insulators in high vacuum// J. Appl. Phys. - 1955, V.22, №5,6, - P. 394 – 398.
6. Бочков В. Д. Электропрочность вакуумного промежутка с диэлектриком// Электронная техника, сер. 4. Электровакуумные и газоразрядные приборы. - 1981, вып. 2 (85). - С. 11-13.

7. Бочков В. Д., Погорельский М. М. Исследование распределения заряда по диэлектрической оболочке высоковольтного вакуумного прибора// ЖТФ. - 1999, Т. 69, вып. 6. - С. 30-34.
8. Е.А. Соснов, А.А. Малков, А.А. Малыгин, Н.А. Куликов, Г. Л. Брусиловский, Е.Г. Калиникос. Структурные и электрофизические характеристики хромоксидных покрытий на поверхности стеклянных оболочек высоковольтных вакуумных приборов. Пленки-2005. Материалы международной научной конференции “Тонкие пленки и наноструктуры”. М.: 2005. ч.1. - С. 175-180.
9. Алесковский В.Б. Химия надмолекулярных соединений: Учебн. пособие. СПб: СПбГУ, 1996. - 256 с.
10. Малыгин А.А. Химическая сборка поверхности твёрдых тел методом молекулярного наслаивания// Соросовский образовательный журнал. – 1998. – №7. – С. 58 – 64.
11. Соснов Е.А. Исследование методами СЗМ нанопокровтий, синтезированных методом молекулярного наслаивания на поверхности стеклянных матриц/ Е.А. Соснов, В.П. Дорофеев, А.А. Малков, А.А. Малыгин, Н.А. Куликов, Г.Л. Брусиловский// Тез. докл. XIV Российского симпозиума по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел 30 мая-3 июня 2005г. - п. Черноголовка, 2005. – С.78-79.
- 13 Малков А.А., Соснов Е.А., Малыгин А.А., Куликов Н.А., Брусиловский Г.Л., Калиникос Е.Г. Влияние титаноксидных нанопокровтий на качество поверхности стеклянных изделий электронной техники// Физика и химия стекла – 2006. – Т.32, № 1. – С.70-74
- 14 Исследование нанопокровтий, синтезированных методом молекулярного наслаивания на поверхности стеклянных матриц Е.А. Соснов, В.П. Дорофеев, А.А. Малков, А.А. Малыгин, Н.А. Куликов, Г.Л.Брусиловский// Поверхность. Рентгеновские. Синхротронные и нейтронные исследования – 2006. - № 9. – С.44-50
15. AFM examination of nanolayers, synthesized by the molecular layering method on the surface of manufacturing glasses/ Е.А.Sosnov, V.P. Dorofeev, А.А.Malkov, А.А.Malygin, N.A.Kulikov, G.L. Brusilovsky// Abstract The 8th International Workshop on Beam Injection Assessment of Micrckstructures in Semicoductors 1-14 june 2006 –Saint-Petersburg, 2006. – 8.02P.
16. AFM examination of nanolayers synthesised by the molecular layering method on the surface of manufacturing glasses./ Е.А.Sosnov, V.P.Dorofeev, А.А.Malkov, А.А.Malygin, N.A.Kulikov, G.L.Brusilovsky// Физика и техника полупроводников.- 2007.- Т.41, № 5.- С.518-521.
17. Малков А.А., Дорофеев В.П., Антипов В.В. Оценка электропроводности тонких пленок, синтезированных на поверхности боросиликатного стекла: Метод. указания. СПб., СПбГТИ(ТУ), 2007. – 20с.
18. Структурные и электрофизические характеристики хромоксидных покрытий на поверхности рентгеновских трубок в процессе их получения и эксплуатации / Соснов Е.А., Малков А.Н., Малыгин А.Н., Куликов Н.А., Брусиловский Г.Л., Калиникос Е.Г.; Редколл. Журн. Прикл. Химии РАН,- СПб, 2005/ - 23с. Деп. в ВИНТИ 08.07. 2005.
19. Неорганические соединения хрома: Справочник/ Сост.: Рябин В.А., Киреева М.В., Берг Н.А. и др.-Л.: Химия, 1981, -208с.
20. Ежовский Ю.К. Основы тонкопленочного материаловедения и технологии интегральных устройств: Учебное пособие. - СПб.: СПбГТИ(ТУ), 2005. – 127с.
21. Физико-химические свойства окислов. Справочник/ Под. ред. Самсонова Г.В. М.: Металлургия, 1978. - 472 с.
22. Малков А.А., Соснов Е.А., Малыгин А.А. Влияние температуры на разных стадиях молекулярного наслаивания на фазообразование титаноксидного слоя на поверхности силикагеля. // Журн. прикл. химии.- 2010.- Т.83, № 9.- С.1409-1418.
23. Киселев В.Ф., Крылов О.В. Электронные явления в адсорбции и катализе на полупроводниках и диэлектриках. М.: Наука, 1979. - 230 с.