

ЛАБОРАТОРНАЯ
ТЕХНИКА

УДК 536.581.3

**КОМПАКТНАЯ 3D-ПЕЧАТНАЯ ВАКУУМНАЯ ЯЧЕЙКА
С ОПТИЧЕСКИМ И ЭЛЕКТРИЧЕСКИМ ДОСТУПОМ
ДЛЯ КОНФОКАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И ЛАЗЕРНОЙ
ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛОВ**

© 2026 г. А. А. Галиуллин^{a,b,*}, К. А. Бажанов^a, И. М. Борисов^a,
А. Ю. Кунцевич^{a,b}

^aНациональный исследовательский университет “Высшая школа экономики”

Россия, 101000, Москва, Мясницкая, 20

^bФизический институт им. П.Н. Лебедева Российской академии наук

Россия, 119991, Москва, Ленинский просп., 53

* E-mail: 1233550v@mail.ru

Поступила в редакцию 23.09.2026

После доработки 26.09.2026

Принята к публикации 28.09.2026

Предложена конструкция герметичной ячейки для конфокальных исследований и обработки материалов в контролируемой газовой среде или вакууме. Корпус ячейки изготовлен методом экструзионной 3D-печати из пластика PETG; покрытие внутренних поверхностей и соединений эпоксидной смолой обеспечивает герметичность. Плата из стеклотекстолита соединяет контактные площадки внутри ячейки с внешними разъемами и служит опорой для витонитового кольца, которое уплотняет смотровое окно. Оптическое окно состоит из двух стекол: предметное стекло обеспечивает механическую жесткость, а лазерное излучение проходит через покровное стекло толщиной 0.17 мм, которое вклеено над отверстием в предметном стекле. Тонкое покровное стекло служит для уменьшения оптических искажений при работе с микрообъективами. При непрерывной откачке турбомолекулярным насосом давление в системе достигает 10^{-5} мбар. Применение ячейки продемонстрировано в эксперименте по конфокальной лазерной модификации тонкого кристалла 2H-фазы MoS₂ в вакууме с электрическим контролем *in situ*. При обработке сопротивление образца падало на три порядка. Модификации той же ячейки с четырехступенчатым элементом Пельтье или металлическим теплообменником с охлаждением парами азота представляют собой оптические криостаты. Температуры на держателях образца этих криостатах составляют соответственно около -80 °C и -110 °C.

Ключевые слова: вакуумная ячейка, 3D-печать, лазерная микроскопия, спектроскопия комбинационного рассеяния, контролируемая среда, двумерные материалы, MoS₂

1. ВВЕДЕНИЕ

В конфокальной оптической схеме лазерное излучение фокусируется в малой области образца. Оптический импульс вызывает локальный нагрев и фотоиндуцированные превращения, в том числе фотохимические реакции с кислородом и водяным паром, включая окисление. Для подавления процессов, обусловленных окружающей атмосферой, конфокальные исследования (микроскопию, спектроскопию) и лазерную обработку часто проводят в вакууме, инертной атмосфере или газе заданного состава. Такие условия требуются не всегда, но они особенно важны для двумерных материалов: из-за малой толщины поверхностная фотохимия существенно изменяет их свойства [1].

Для таких экспериментов необходим герметичный объем, содержащий подложку с образцом и оптическое окно. Вакуумная откачка или напуск газа задает условия внутри камеры; иногда нужен дополнительный нагрев, охлаждение и электрические подключения. В оптической микроскопии, спектроскопии комбинационного рассеяния и люминесценции широко используются самодельные температурные столики с элементами Пельтье и оптические криостаты [1–6]. Промышленность также выпускает камеры с различными температурными диапазонами, оптическими окнами и электрическими вводами [7–10].

Промышленные камеры дороги, а их конструкцию сложно адаптировать к новой измерительной схеме; при этом полный набор возможностей таких камер зачастую избыточен. При абляции, испарении или разложении образца продукты обработки осаждаются на окне и внутренних поверхностях камеры. Загрязнение требует очистки или замены оптических элементов; рекомендации производителей микроскопных столиков также учитывают эту необходимость [11]. Поэтому актуальна простая, недорогая и адаптируемая герметичная камера для конфокальных исследований и лазерной обработки.

Для быстрого создания такой камеры в лаборатории хорошо подходит настольная 3D-печать: цифровая модель задает форму корпуса, а его изготовление не требует специального оборудования. Экструзионная печать (FDM) сочетает низкую стоимость материалов с гибкостью конструкции [12]. Однако поры и межслойные дефекты пропускают газы, а сам полимер выделяет газ в вакуумный объем. Для повышения вакуумной совместимости печатных деталей применяются разные способы: термообработка FDM-печатного пластика, специальная подготовка

стереолитографических деталей и нанесение барьерных покрытий на FDM-поверхности [12–15].

Доступный способ герметизации пористой печатной структуры – эпоксидное покрытие. Его наносят кистью или методом вакуумной инфильтрации; низковязкие смолы закрывают поверхностные поры FDM-деталей [16, 17]. Эпоксидные составы также применяются для герметизации дефектов печатного нейлона, электрических вводов и других соединений вакуумных систем [18–21]. При этом сама эпоксидная смола должна иметь низкое газовыделение.

В настоящей работе предложена компактная ячейка, в которой FDM-печатный корпус из пластика PETG служит механической основой, а эпоксидное покрытие герметизирует его внутренние поверхности и соединения. Составное оптическое окно из предметного и покровного стекол уплотняется витоновым кольцом на залуженной плате, также используемой для электрических подключений. В работе демонстрируется применение камеры для конфокальной литографии по дихалькогениду MoS_2 и криогенные варианты исполнения камеры. Основная задача работы – демонстрация способа изготовления камер на пластиковой основе для конфокальной микроскопии и обработки материалов.

2. КОНСТРУКЦИЯ И ИЗГОТОВЛЕНИЕ ВАКУУМНОЙ ЯЧЕЙКИ

На рис. 1 показана конструкция ячейки, ее внешний вид с установленным оптическим окном и внутренняя область после снятия окна. Габариты камеры составляют $80 \times 80 \times 40 \text{ мм}^3$. Корпус собран из двух пластиковых частей: в верхнюю часть вклеена плата с электрическими соединениями, а в нижнюю вкручен и вклеен вакуумный штуцер. На плате металлизирован участок под витонковое кольцо, уплотняющее оптическое окно. Разъемы с электрическими выводами впаяны в плату. Напечатанная рамка прижимает стекло. Высокая геометрия корпуса предусматривает запас внутреннего пространства для дополнительных температурных модулей. Для экспериментов только при комнатной температуре такая высота избыточна.

Рис. 1.

Основание и крышка изготовлены методом FDM-печати на настольном принтере (Crealty Ender-3 S1) из PETG с заполнением около 30%. Параметры печати специально не оптимизировались для получения вакуумно-плотной структуры. Все поверхности PETG и свободные поверхности печатной платы, обращенные в вакуумный объем, а также стыки деталей, крепежные винты и впаиваемые резьбовые втулки были покрыты эпоксидной смолой марки ЭД-20. Поверхности перед нанесением смолы специально не очищались. Смола наносилась заливкой и кистью, после чего до начала ее отверждения ячейка собиралась и стягивалась винтами. Отверждение в собранном виде происходило при комнатной температуре в течение около 24 ч.

В боковой стенке корпуса установлен резьбовой вакуумный штуцер из нержавеющей стали. Его соединение с корпусом также герметизировалось эпоксидной смолой. В использованной версии гибкая вакуумная линия соединяет штуцер с фланцем KF16.

Электрический доступ обеспечивает двусторонняя печатная плата из FR-4 толщиной около 1.5 мм, которая была изготовлена на заказ промышленным способом. Плата также уплотнена и герметизирована в посадочном месте корпуса эпоксидной смолой. Через отверстие в центральной части платы к ее плоскости подходит опорный пьедестал для образца, окруженный щелью для откачки воздуха. Вокруг образца находятся 16 контактных площадок – по четыре с каждой стороны, которые соединяются с образцом золотой проволокой диаметром 30 мкм при помощи токопроводящей серебряной пасты.

Медные дорожки печатной платы проходят через герметизированную область и выводят все 16 электрических линий на внешнюю сторону ячейки, где они заканчиваются двумя восьмиконтактными штыревыми разъемами с шагом 2.54 мм. Таким образом, одна печатная плата одновременно формирует внутренние контактные площадки и электрический переход через границу вакуумного объема, поэтому отдельный многоканальный вакуумный гермоввод не требуется.

Оптическое окно состоит из двух стекол. Его механической основой служит предметное стекло $75 \times 25 \times 1$ мм³. В центральной части стекла сверлом по керамике просверлено отверстие диаметром 5 мм, над которым эпоксидной смолой вклеено покровное стекло $20 \times 20 \times 0.17$ мм³. Под покровным стеклом на расстоянии 3 мм располагается поверхность образца. Предметное стекло обеспечивает механическую

жесткость и гладкую поверхность для вакуумного уплотнения. Покровное стекло не деформируется сильно при вакуумной откачке благодаря малому диаметру отверстия, и в рабочей оптической области (до 3×3 мм²) сохраняет оптическое поле для объектива с числовой апертурой до 0.6. Толщина покровного стекла 0.17 мм стандартна для многих выпускаемых массово объективов.

Витоновое кольцо между предметным стеклом и печатной платой обеспечивает вакуумное уплотнение окна. Для этого на плате в месте контакта с кольцом сформирована сплошная кольцевая площадка из луженой меди без паяльной маски. Отдельная 3D-печатная рамка на винтах прижимает стекло к кольцу. Снятие прижимной рамки и стекла открывает доступ к образцу; таким образом, замена подготовленного образца и повторная сборка ячейки занимают от 5 мин.

Описанная конфигурация не содержит узлов регулировки температуры. Их можно интегрировать в конструкцию при тех же габаритных размерах ячейки, как показано в разд. 5.

3. ВАКУУМНЫЕ ИСПЫТАНИЯ

Вакуумные испытания проводились при непрерывной откачке трех конфигураций: металлической линии KF, закрытой глухим фланцем; герметизированной эпоксидной смолой PETG-заглушки объемом 5 см³; и полной ячейки объемом около 50 см³. Откачку обеспечивал турбомолекулярный насос Pfeiffer HiPace 80 [22], давление на вакуумной линии регистрировал вакуумметр Thyracont VSM77DL [23]. Схема линии и внешний вид PETG-заглушки приведены на рис. 2.

Рис. 2.

На рис. 3 приведены кривые, построенные по записям давления с интервалом между отсчетами 1–2 с. Для каждой конфигурации за нуль времени принимался момент первого показания вакуумметра ниже 1000 мбар после начального атмосферного участка.

Рис. 3.

Давление 10^{-4} мбар было достигнуто за время около 6.5 мин для эталона и PETG-заглушки и 22.5 мин для всей ячейки. Близость кривых для пластиковой заглушки и

металлического эталона не дает количественной оценки газовыделения материала и не исключает малых утечек, но показывает, что эпоксидная смола подходит для вакуумизации.

Основными источниками газовыделения в ячейке мы считаем печатную плату и большое количество соединений. Высокотемпературный прогрев для дегазации не применялся.

4. ПРАКТИЧЕСКАЯ ДЕМОНСТРАЦИЯ: ЛАЗЕРНАЯ МОДИФИКАЦИЯ MoS_2 В ВАКУУМЕ

Для демонстрации работоспособности схемы кристалл MoS_2 толщиной около 10 нм подвергали лазерному воздействию. Этот материал выбран из-за ранее обнаруженной перестройки структуры и электрических свойств при локальном лазерном нагреве [24, 25].

Кристалл был получен путем механического отщепления с помощью адгезивной ленты и переносен на кремниевую подложку ($p^{++}\text{-Si}$), покрытую слоем термического оксида кремния (SiO_2) толщиной 285 нм. Для электрических измерений на кристалле с помощью оптической литографии были сформированы алюминиевые контакты. В процессе лазерной обработки ячейка непрерывно откачивалась до давления $5 \cdot 10^{-4}$ мбар.

Для обработки использовался непрерывный лазер с длиной волны 532 нм и возможностью модуляции мощности через TTL-вход. Излучение металлографическим объективом $50\times$ с числовой апертурой $\text{NA} = 0.6$ фокусировалось в пятно диаметром около 1 мкм в стандартной конфокальной схеме. Для оценки мощности вместо образца устанавливался измеритель мощности; его показания составляли несколько десятков милливатт. Камера была размещена на моторизованной платформе, способной перемещаться по трем пространственным осям. Подвижная платформа обеспечивала перемещение кристалла под лазерным лучом. Сканирование выполнялось змейкой с шагом около 300 нм; время воздействия на одну точку составляло 20 с.

На рис. 4а показана оптическая микрофотография кристалла MoS_2 , использованного для предварительного подбора мощности лазерного воздействия. Изменение оптического контраста служило признаком модификации материала, тогда как при избыточном воздействии наблюдалось выраженное повреждение кристалла.

Рис. 4.

Электрические характеристики образца регистрировались без его извлечения из вакуумной ячейки. Измерения проводились по двухзондовой схеме с помощью внешнего источника-измерителя, подключенного к штыревым разъемам на внешней стороне печатной платы.

Как видно на рис. 4б, после обработки двухзондовое сопротивление уменьшилось примерно в 820 раз: с 16.3 МОм до 19.9 кОм. Такое изменение согласуется с ранее наблюдавшимся увеличением проводимости MoS₂ при локальной лазерной модификации [24].

5. МОДИФИКАЦИЯ КОНСТРУКЦИИ: ОХЛАЖДЕНИЕ И НАГРЕВ С ЭЛЕМЕНТОМ ПЕЛЬТЬЕ

Внутреннее пространство печатного корпуса позволяет размещать дополнительные узлы охлаждения или нагрева. Было изготовлено несколько вариантов низкотемпературной модификации ячейки. В наиболее эффективной версии использовался четырехступенчатый термоэлектрический модуль ТЕС4-24603. Рисунок 5 показывает эту конструкцию и вариант ячейки с охлаждением парами азота.

Рис. 5.

К холодной стороне элемента Пельтье был присоединен медный держатель образца с термопарой. Тепло от горячей стороны отводил водоблок с проточной водой. При испытаниях температура медного держателя стабилизировалась около -80°C .

6. МОДИФИКАЦИЯ С ОХЛАЖДЕНИЕМ ПАРАМИ АЗОТА И НАГРЕВАТЕЛЕМ

Для еще большего снижения температуры образца была испытана версия камеры с охлаждением парами азота. Для этого пары пропускались через каналы компьютерного водоблока, соединенного с медным держателем образца. В держатель установлены термопара и керамический нагреватель для регулирования температуры; охлаждающий поток и вакуумный объем были разделены.

При испытаниях температура держателя достигла -110°C и поддерживалась в течение 30 минут. Этот прототип демонстрирует возможность такого способа охлаждения, однако его долговременная работоспособность, в том числе надежность вводов

охлаждающих трубок, требует оптимизации, в частности применения вводов с двойными стенками.

7. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана и испытана компактная вакуумная ячейка, объединяющая 3D-печатный корпус с эпоксидной герметизацией, составное оптическое окно с покровным стеклом и печатную плату для герметизации и электрических подключений. Съёмное окно обеспечивает доступ к образцу без разборки герметизированного корпуса. Несмотря на газовыделение полимерного корпуса и эпоксидной смолы, при непрерывной откачке ячейка обеспечивает давление, достаточное для проведения описанных оптических и электрических экспериментов.

В данной ячейке был продемонстрирован перевод MoS_2 в высокопроводящую фазу при конфокальной лазерной обработке и электрические измерения.

Стоимость комплектующих ячейки на 2–3 порядка меньше стоимости коммерчески доступных аналогов. Замена внутренних узлов превращает камеру в криостат: с элементом Пельтье температура медного держателя достигала около -80°C , а с охлаждением парами азота составляла -110°C .

ФИНАНСИРОВАНИЕ

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант № 25-42-01036).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zhao Q., Carrascoso F., Gant P., Wang T., Frisenda R., Castellanos-Gomez A. J. Phys.: Materials. 2020. V. 3. № 3. P. 036001. <https://doi.org/10.1088/2515-7639/ab8781>.
2. Riquelme J. J., Luque Merino R., Castellanos-Gomez A. Open Res. Eur. 2025. V. 5. P. 182. <https://doi.org/10.12688/openreseurope.20612.1>.
3. Marquardt C., Paulheim A., Rohbohm N., Merkel R., Sokolowski M. Rev. Sci. Instrum. 2017. V. 88. № 8. P. 083702. <https://doi.org/10.1063/1.4997953>.
4. Галиуллин А. А., Мартанов С. Г., Скориков М. Л., Колобкова Е. В., Кузнецова М. С., Кунцевич А. Ю. ПТЭ. 2022. № 6. С. 137. <https://doi.org/10.31857/S0032816222060052>.

5. Tian Y., Reijnders A. A., Osterhoudt G. B., Valmianski I., Ramirez J. G., Urban C., Zhong R., Schneeloch J., Gu G., Henslee I., Burch K. S. *Rev. Sci. Instrum.* 2016. V. 87. № 4. P. 043105. <https://doi.org/10.1063/1.4944559>.
6. Poole S. F., Amin O. J., Solomon A., Barton L. X., Campion R. P., Edmonds K. W., Wadley P. *Rev. Sci. Instrum.* 2024. V. 95. № 3. P. 035108. <https://doi.org/10.1063/5.0186155>.
7. Linkam Scientific. THMS600: Temperature and environmental control. <https://www.linkam.co.uk/thms600> (дата обращения: 14.09.2026).
8. SIMTRUM. Optical heating and cooling stage. <https://simtrum.com/WebShop/ProductList5.aspx?pid=1671> (дата обращения: 14.09.2026).
9. Lake Shore Cryotronics. ST-500 series microscopy cryostats. <https://www.lakeshore.com/products/product-detail/janis/st-500-microscopy-cryostat> (дата обращения: 14.09.2026).
10. attocube systems. attoDRY800: Cryo-optical table. 2022. https://www.attocube.com/application/files/3916/4034/6131/attoDRY800_brochure.pdf (дата обращения: 14.09.2026).
11. Linkam Scientific. General stage support: Cleaning your Linkam stage or windows. <https://www.linkam.co.uk/support/stages/general> (дата обращения: 14.09.2026).
12. Mayville P. J., Petsiuk A. L., Pearce J. M. J. *Manuf. Mater. Process.* 2022. V. 6. № 5. P. 98. <https://doi.org/10.3390/jmmp6050098>.
13. Radić A., Lambrick S. M., Rhodes S., Ward D. J. *Vacuum.* 2025. V. 232. P. 113809. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2024.113809>.
14. Chanière T. Vacuum compatibility of ABS plastics 3D-printed objects. 2017. <https://hal.science/hal-01599113> (дата обращения: 14.09.2026).
15. Heikkinen I. T. S., Marin G., Bihari N., Ekstrum C., Mayville P. J., Fei Y., Hu Y. H., Karppinen M., Savin H., Pearce J. M. *Surf. Coat. Technol.* 2020. V. 386. P. 125459. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125459>.
16. Mireles J., Adame A., Espalin D., Medina F., Winker R., Hoppe T., Zinniel B., Wicker R. Analysis of sealing methods for FDM-fabricated parts. *Proceedings of the 22nd annual international solid freeform fabrication symposium.* 2011. P. 185. <https://repositories.lib.utexas.edu/server/api/core/bitstreams/90d5327d-5b37-431e-b5a6-4ca3ac8f19c2/content>.

17. Nyman L., Kestilä A., Porri P., Pudas M., Salmi M., Silander R., Miikkulainen V., Kaipio M., Kallio E., Ritala M. *Surf. Coat. Technol.* 2021. V. 34. № 5. P. 04021049.
[https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)AS.1943-5525.0001298](https://doi.org/10.1061/(ASCE)AS.1943-5525.0001298).
18. Dudani N., Takahama S. *Atmos. Meas. Tech.* 2022. V. 15. P. 4693.
<https://doi.org/10.5194/amt-15-4693-2022>.
19. Mogus E., Torres-Kulik B., Gustin C., Turak A. *J. Vis. Exp.* 2018. № 138. P. 56925.
<https://doi.org/10.3791/56925>.
20. Stivala S. S., Denniger V. L. *Ind. Eng. Chem.* 1957. V. 49. № 7. P. 1106.
<https://doi.org/10.1021/ie50571a030>.
21. Brakhane S., Alt W., Meschede D., Robens C., Moon G., Alberti A. *Rev. Sci. Instrum.* 2015. V. 86. № 12. P. 126108. <https://doi.org/10.1063/1.4938281>.
22. Pfeiffer Vacuum. HiPace 80 turbopump operating instructions.
https://www.idealvac.com/files/ManualsII/PfeifferHI_Pace80Turbo_OperatingInstructions.pdf (дата обращения: 14.09.2026).
23. Thyracont Vacuum Instruments GmbH. VSM vacuum transducer: Pirani/cold cathode, 1000 to 5e-9 mbar. 2024. <https://thyracont-vacuum.com/en/product/vsm7xd-smartline-pirani/> (дата обращения: 14.09.2026).
24. Katsuragawa N., Nishizawa M., Nakamura T., Inoue T., Pakdel S., Maruyama S., Katsumoto S., Palacios J. J., Haruyama J. *Commun. Mater.* 2020. V. 1. P. 51.
<https://doi.org/10.1038/s43246-020-00050-w>.
25. Alrasheed A., Gorham J. M., Tran Khac B. C., Alsaffar F., DelRio F. W., Chung K. H., Amer M. R. *ACS Appl. Mater. Interfaces.* 2018. V. 10. № 21. P. 18104.
<https://doi.org/10.1021/acsami.8b04717>.

ПОДПИСИ К РИСУНКАМ

Рис. 1. Конструкция и внешний вид 3D-печатной вакуумной ячейки: **а** – трехмерная модель в разрезе, **б** – изготовленная ячейка с установленным оптическим окном, **в** – внутренняя область после снятия прижимной рамки и окна: 1 – корпус из PETG, 2 – печатная плата, 3 – опорный пьедестал, 4 – образец, 5 – внутренние контактные площадки, 6 – луженая кольцевая площадка, 7 – витоновое уплотнительное кольцо, 8 – предметное стекло, 9 – покровное стекло толщиной 0.17 мм, 10 – прижимная рамка, 11 – вакуумный штуцер, 12 – внешние электрические контакты

Рис. 2. Вакуумные испытания: **а** – схема вакуумной линии с положением испытуемого узла, вакуумметра VSM77DL и турбомолекулярного насоса HiPace 80; **б** – PETG-заглушка с эпоксидной герметизацией, использованная как контрольная полимерная конфигурация

Рис. 3. Сравнение откачки трех конфигураций за общий интервал 4 ч: металлический эталон (штриховая линия), PETG-заглушка с эпоксидной герметизацией (штрихпунктирная линия) и полная ячейка (сплошная линия). Линии отражают результат выборочной фильтрации выбросов и сглаживания в логарифмической шкале, численные значения на рисунке – медианы исходных измерений за последнюю минуту. График не включает начальный атмосферный участок и давления выше 10^{-3} мбар

Рис. 4. Лазерная модификация кристалла MoS_2 в вакуумной ячейке: **а** – оптическая микрофотография, использованная для выбора режима лазерного воздействия, стрелками отмечены области изменения оптического контраста и выраженного повреждения материала; **б** – вольт-амперные характеристики образца до и после локальной лазерной обработки в двойном логарифмическом масштабе, вертикальные отрезки показывают диапазон минимального и максимального напряжений при усреднении. На вставке показана оптическая микрофотография области образца с контактами

Рис. 5. Температурные модификации ячейки: **а** – изготовленная версия с элементом Пельтье и снятым оптическим окном, **б** – CAD-модель ее внутреннего узла, **в** – изготовленная версия с охлаждением парами азота, **г** – CAD-модель ее теплообменного узла с двумя патрубками и медным держателем образца

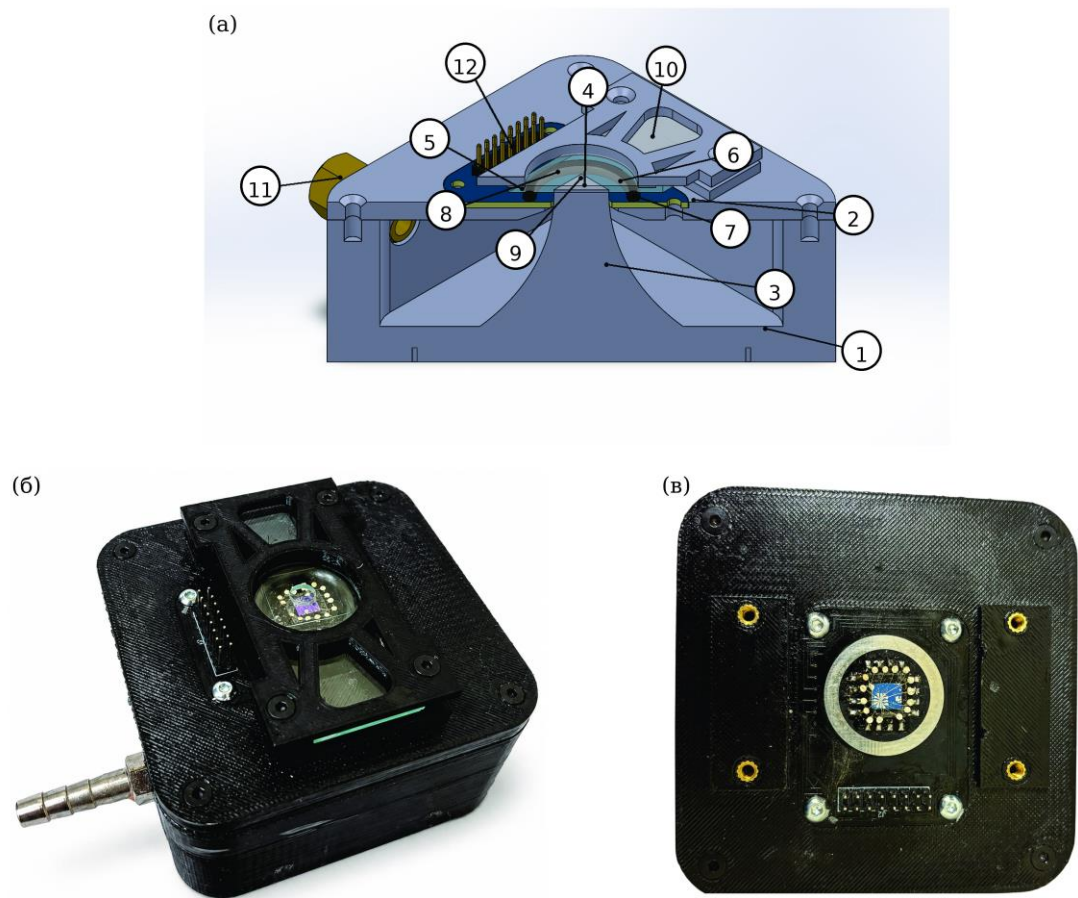
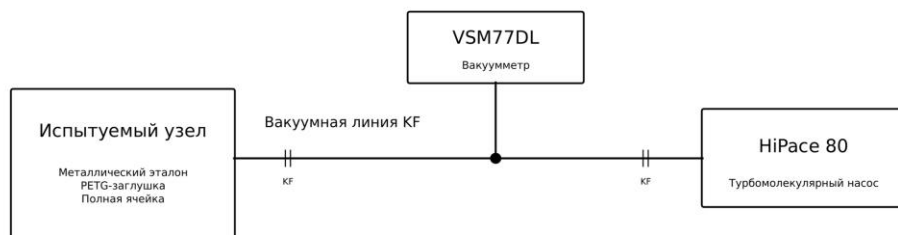


Рис. 1.

(a)



(б)



Рис. 2.

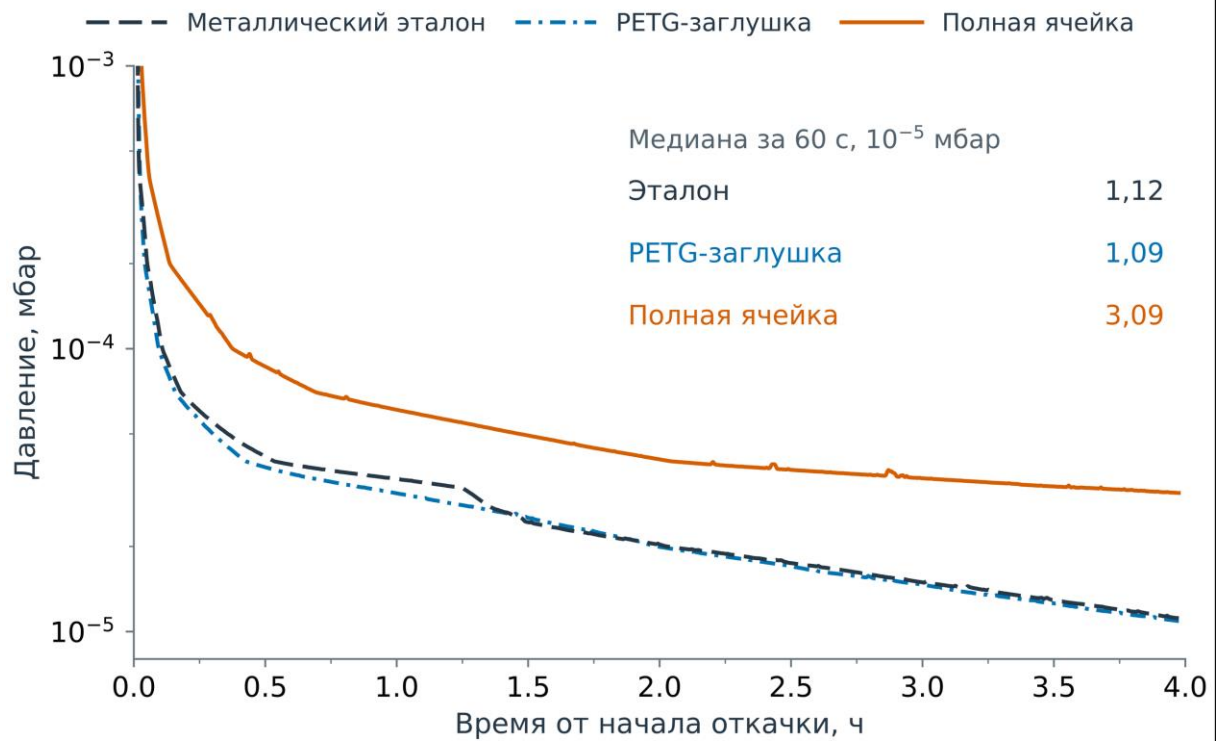


Рис. 3.

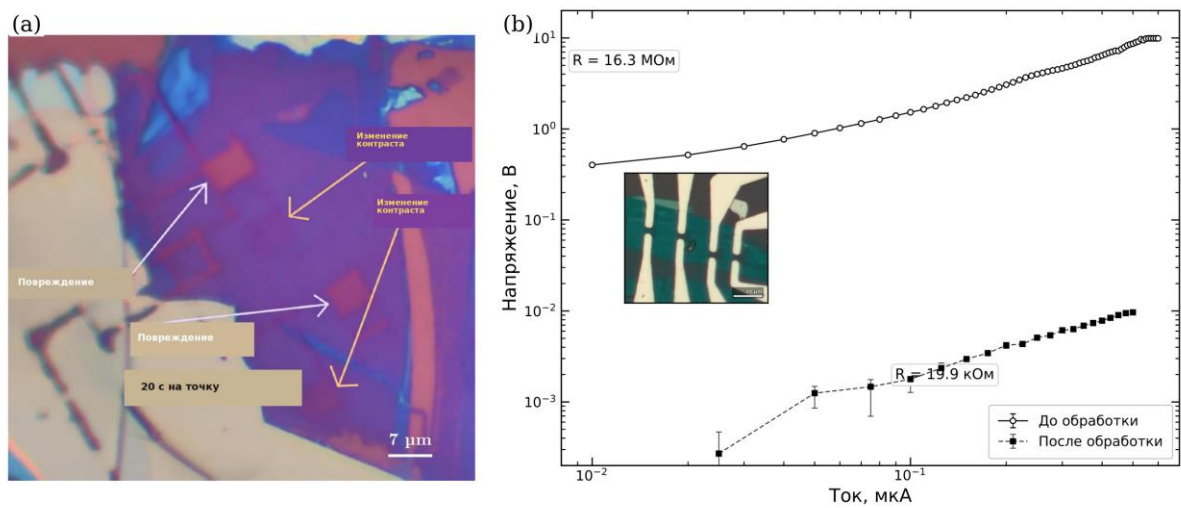
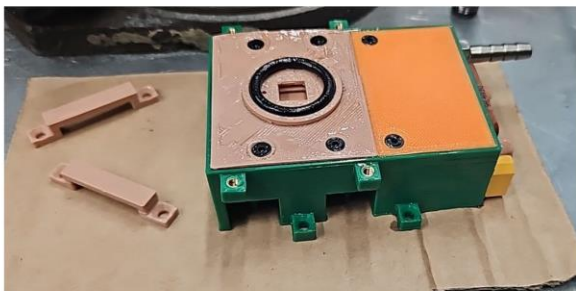
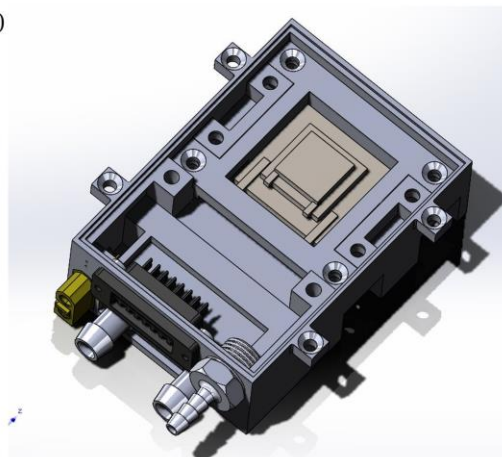


Рис. 4.

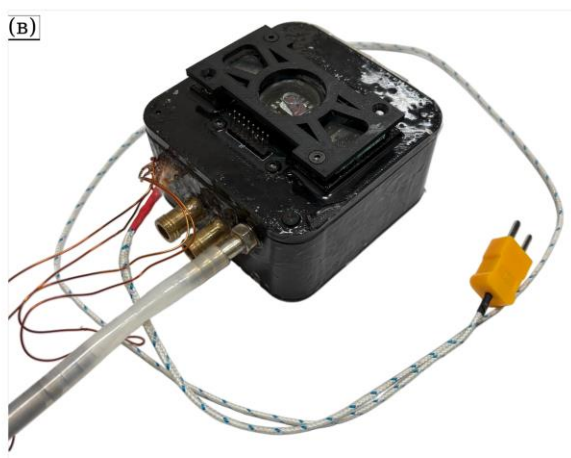
(a)



(б)



(в)



(г)

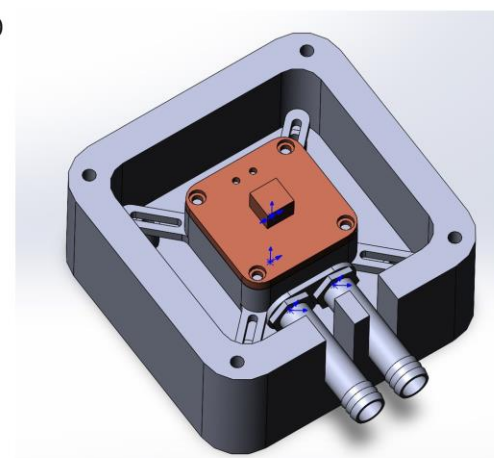


Рис. 5.