

★
МИФИ

В. П. Шестак

**МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ
ФИЗИКИ ВАКУУМА**

Москва 1983

МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО
ОБРАЗОВАНИЯ СССР

МОСКОВСКИЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
ИНЖЕНЕРНО-ФИЗИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

В. П. Шестак

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ
ФИЗИКИ ВАКУУМА

*Утверждено
редсоветом института
в качестве учебного пособия*

Москва 1983

Ш е с т а к В.П. Метрологические аспекты физики вакуума: Учебное пособие. — М.: Изд. МИФИ, 1983. 68 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение.....	4
1. Общие сведения о вакуумных измерениях на электрофизических установках	6
1.1. Вакуум — физическое состояние среды и его метрологические концепции	6
1.2. Виды вакуумных измерений	8
1.3. Специфика вакуумной метрологии в электрофизических установках	10
1.4. Приборы для вакуумных измерений	13
1.5. Обеспечение единства вакуумных измерений	16
1.6. Методы градуировки манометров	19
2. Измерение полных давлений	25
2.1. Абсолютное измерение полных давлений приборами, основанными на механических явлениях	25
2.2. Измерение полных давлений приборами, основанными на газокINETических явлениях	29
2.3. Приборы, основанные на явлении ионизации	35
3. Измерение парциальных давлений	44
3.1. Масс-спектрометрические измерения	45
3.2. Течеискание в вакуумной технике	56
4. Применение вакуумметрической аппаратуры на электрофизических установках	62
4.1. Информативность вакуумных измерений	62
4.2. Измерение давления в нестандартных системах	64
Список использованной литературы	67

Настоящее издание является второй частью учебного пособия [3] по курсу "Вакуумная техника" и содержит материалы лекций, прочитанных автором по разделу "Контроль вакуума". Основное внимание уделено физическим аспектам метрологии вакуума, что дает возможность систематизировать имеющуюся информацию по вопросу измерений в вакуумных системах современных электрофизических установок.

Пособие может служить руководством при построении вакуумных информационно-измерительных систем любых физических установок.

Предназначается для студентов старших курсов физических и технических вузов, стажеров и аспирантов, а также для слушателей факультетов повышения квалификации по специализации "Вакуумная техника и технологии".

Рецензенты: О.К. Курбатов, Н.Д. Дривинг

"Наука начинается с тех пор,
как начинают измерять;
точная наука немислима без меры".

Д.И. Менделеев

ВВЕДЕНИЕ

Метрология имеет две важные дополняющие друг друга стороны — научную и практическую. Физика вакуума ставит ряд вопросов как перед научной метрологией, так и перед практической. С точки зрения инженерного метрологического обеспечения вакуумных систем электрофизических установок (ЭФУ) задачи практической метрологии можно свести к следующим:

- внедрение методов и измерительной аппаратуры для обеспечения точных измерений;
- обоснование и разработка требований к измерительным приборам;
- обобщение опыта применения вакуумметрической аппаратуры на ЭФУ;
- обеспечение своевременной поверки манометров и вакуумметров.

В настоящее время главные задачи практической метрологии решаются на основе иерархического принципа передачи измерительных мер от эталонов к рабочим средствам измерения и объектам измерения. Существующая сеть метрологических институтов и служб обеспечивает в государственном масштабе минимальную потерю точности при такой передаче. Поверочная схема для вакуумметрической аппаратуры определяется ГОСТ 8.107-74.

Для ЭФУ, в которых стоимость собственно вакуумных систем достигает 25% стоимости всей установки, а сложность чисто вакуумных информационно-измерительных систем сравнима со сложностью других контролирующих систем, вопросы метрологии приобретают особое значение. Это связано, во-первых, со специфическими требованиями к вакууму на ЭФУ, во-вторых, — исключительно сложными условиями работы вакуумного оборудования на ЭФУ ([1], с. 88).

Известные публикации по вакуумным измерениям не обладают достаточной степенью адаптации к специфике ЭФУ, содержат порой избыточные сведения, что затрудняет их использование в качестве учебных пособий в разделе "Контроль вакуума" курса "Вакуумная техника".

Данное пособие входит в методическое обеспечение курса, состоящее из четырех работ [2] — [5], вследствие чего настоящее пособие содержит довольно большое число ссылок на предыдущие выпуски.

Терминология, использованная в пособии, соответствует стандарту СЭВ 1077-78 "Оборудование вакуумное. Классификация". Условные обозначения — ГОСТ 2.796-81 (или СТ СЭВ 2181-80) "Обозначения условные графические в схемах. Элементы вакуумных систем". Буквенные коды элементов вакуумных систем и схемы соответствуют ГОСТ 2.797-81 (или СТ СЭВ 2517-80) "Правила выполнения вакуумных схем". Единицы измерений даны в международной системе (СИ).

1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О ВАКУУМНЫХ ИЗМЕРЕНИЯХ НА ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ УСТАНОВКАХ

1.1. Вакуум — физическое состояние среды и его метрологические концепции

Процессы, изучаемые в электрофизических установках, непосредственно зависят от состояния среды в рабочих камерах этих установок. В подавляющем большинстве случаев этой средой является разреженный газ или вакуум. Следовательно, измерению подлежат параметры вакуума, которые в какой-либо степени определяют течение физического процесса в установке.

При этом нужно проводить разграничение между вакуумом как состоянием газа в ограниченном стенками объеме при давлениях ниже атмосферного и, например, космическим вакуумом, отличающимся тем, что, во-первых, в космосе не существует стационарного распределения молекул вследствие их исключительно малой концентрации и, во-вторых, в случае проведения измерений в космосе результаты будут определяться в первую очередь десорбционными характеристиками самих измерителей и окружающими их космическими полями. Помимо этого, в теоретической физике принято еще одно понятие вакуума, существующего между массами плотного вещества, например внутри атомов. Это — так называемая "физическая пустота", заполненная не только колеблющимися силовыми полями, но и рождающимися и исчезающими элементарными частицами.

В данном курсе рассматривается вакуумная техника применительно к электрофизическим установкам. Следовательно, необходимо рассмотреть проблемы метрологии вакуума с точки зрения обеспечения физических процессов, происходящих в установках. Это тем более справедливо, что именно развитие физики атомного ядра, начиная с 30-х годов, определяло прогресс в вакуумной технике и технологии (включая метрологию).

Можно сформулировать две основные задачи вакуумной техники в современной физике: 1) обеспечение разрежения в рабочих камерах установок для уменьшения потерь пучков формируемых, ускоряемых, ускоренных или транспортируемых заряженных или нейтральных частиц из-за рассеяния на молекулах остаточного газа; 2) обеспечение заданной газовой среды как в объеме физической установки, так и на внутренней поверхности вакуумной камеры [1], с. 136).

Решение первой задачи связано с получением и поддержанием вакуума в ограниченных объемах электрофизических установок. Метрология вакуума в этом случае может быть сведена к измерению полного давления или молекулярной концентрации остаточного газа и основана на решении уравнения газового состояния:

$$p = nkT, \quad (1.1)$$

где p — давление газа на внутреннюю поверхность вакуумной камеры установки; n — молекулярная концентрация газа в объеме камеры; k — постоянная Больцмана; T — температура молекул, определяющая их среднюю кинетическую энергию.

При этом давление рассматривается через изменение количества движения падающих на поверхность и вылетающих с нее молекул в соответствии со вторым законом Ньютона. Такое рассмотрение справедливо, если состояние газа в объеме описывается на основе следующих постулатов [6], с. 8):

- 1) газ состоит из отдельных молекул, представляющих собой квазисферические микротела;
- 2) существует постоянное распределение молекул газа по скоростям — распределение Максвелла;
- 3) при движении молекул газа нет никаких преимущественных направлений, т.е. рассматривается изотропное пространство;
- 4) состояние газа и его взаимодействия, например с поверхностью, равновесны.

Примем, что в электрофизических установках необходимо поддерживать величину полного давления на уровне 10^{-5} Па (например, для ускорителей заряженных частиц), и тогда для измерения этого давления возникает необходимость измерять силу порядка 10^{-5} Н или эквивалентную ей концентрацию молекул порядка $2,7 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-3}$ при нормальной температуре.

Решение второй задачи связано с исследованием компонентного состава остаточного газа, измерением парциальных давлений (или молекулярных концентраций) каждого газа в смеси в соответствии с законом Дальтона:

$$p = \sum_{i=1}^n p_i, \quad (1.2)$$

где p_i — парциальное давление i -го компонента смеси; n — число компонентов в смеси; p — полное давление в камере.

1.2. Виды вакуумных измерений

Прежде всего следует отметить, что в вакуумной технике принято различать измерения абсолютные и косвенные. В рассматриваемом случае вакуумной метрологии на ЭФУ абсолютным измерением, т.е. измерением, результаты которого могут быть заранее рассчитаны и не зависят от рода газа, является измерение полного давления молекул. Измерения молекулярной концентрации и парциальных давлений всегда являются косвенными, в их основу положена зависимость параметров некоторых физических процессов, протекающих в вакууме, от полного давления.

При абсолютных измерениях давления необходимо любым из возможных способов измерять силу, действующую на единицу площади измерительного механизма. В этом случае можно говорить о том, что измерительные приборы основаны на механических явлениях — действие силы приводит к возникновению прогиба, смещению и т.п. Однако динамический диапазон измеряемых в ЭФУ давлений чрезвычайно широк — от 10^5 до 10^{-11} Па — и при малых давлениях сила становится ничтожной, а ее измерение весьма сложным. В современной вакуумной технике нет приборов, позволяющих проводить абсолютные измерения при давлениях ниже 10^{-3} Па. Впрочем, и измерение давлений "чернового вакуума" или предварительного разрежения в ЭФУ обычно производится косвенно, что связано с использованием на ЭФУ так называемых рабочих средств измерения, относительно простых и не дорогих, но нуждающихся в градуировке по образцовым средствам измерения.

Физических процессов, на основе которых можно проводить косвенные измерения давления, не много.

В замкнутом объеме при постоянной температуре газ или смесь газов благодаря тепловому движению молекул приобретает равновесное состояние:

— по концентрациям: $\frac{\partial n_i}{\partial x} = 0$, т.е. прекращается диффузия молекул i -го газа в направлении x (а также и в других);

— по импульсам: $\frac{\partial v}{\partial x} = 0$, т.е. средние скорости, полученные из распределения Максвелла, выравниваются для всех молекул газов в смеси, и прекращается передача количества движения от слоя к слою в направлении x (и в других);

— по переносу внутренней энергии: $\frac{\partial T}{\partial x} = 0$, т.е. прекращается процесс теплопередачи в направлении x (и в других).

Следовательно, для использования газокINETических явлений, таких, как диффузия, вязкость, теплопроводность при измерениях величины давления необходимо вывести систему молекул из состояния равновесия. Это с успехом делается в измерительных приборах, действие которых основано на газокINETических явлениях или явлениях переноса. Измерению при этом подлежат коэффициенты вязкости, диффузии, теплопроводности, являющиеся функциями давления, а точнее, молекулярной концентрации, так как они определяются в значительной степени средней длиной свободного пути молекул ([6], с. 23 — 30). Зависимости этих коэффициентов от давления представлены на рис. 1.1.

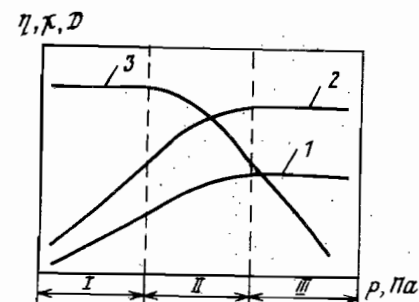


Рис. 1.1. Зависимости коэффициентов динамической вязкости η (1), теплопроводности χ (2) и самодиффузии D (3) от давления при различных степенях вакуума; I — высокий; II — средний; III — низкий

Используемое для измерений явление ионизации молекул остаточного газа также зависит только от числа молекул, а не от скоростей их движения.

В условиях высокого вакуума переход от измерения давления к измерению концентраций молекул представляется единственно правильным, так как в ЭФУ именно концентрация, а не давление характеризует процессы и явления, протекающие в вакуумных камерах установок. Например, для ускорителей и накопителей не имеет значения скорость движения молекул остаточного газа, а важна вероятность встречи ускоренных частиц и молекул газа; для термоядерных установок важна информация об атомном номере или массе молекул остаточного газа и их количестве ([8], с. 6).

Вышеизложенное позволяет сделать заключение, что все вакуумные измерения при давлениях ниже 10^{-3} Па можно свести к измерениям молекулярной концентрации остаточного газа в вакуумной камере. Это относится и к измерению потоков газов, быстроты действия средств откачки и измерению проводимости

элементов вакуумных систем ([6], с. 71 — 73, 156, [8], с. 4 — 5). Например, измерение потока газа, проводимое с помощью двух манометров, сводится к измерению разности их показаний по обе стороны диафрагмы известной проводимости; а измерение скорости действия насоса и оценка герметичности системы основаны на получении и последующей обработке зависимости вида

$$p = f(t), \quad (1.3)$$

где p — показания манометра; t — текущая координата времени.

1.3. Специфика вакуумной метрологии в электрофизических установках

Помимо вопроса о выборе измеряемого параметра (давление, поток, концентрация) в вакуумных системах электрофизических установок существенным является вопрос методики проведения измерений. Обычно в любой электрофизической установке неоднородны сорбционные характеристики, характеристики газовыделения из стенок камер и расположенных в ней объектов, имеются квазиточечные газовые источники, генерирующие направленные молекулярные пучки, существуют неоднородности тепловых полей, например при использовании криогенных средств откачки, поэтому при интерпретации результатов измерений необходимо учитывать существующую анизотропию остаточного газа в вакуумных камерах электрофизических установок.

Проведение вакуумных измерений в электрофизических установках, кроме того, осложняется существованием сильных помех со стороны электрических и магнитных полей установок и попаданием на преобразователи потоков различных излучений. Таким образом, второй особенностью вакуумных измерений в электрофизических установках является необходимость выполнения требований о повышении помехоустойчивости преобразователей, об увеличении отношения "сигнал/шум" ([10], с. 157, 199).

Серьезной проблемой при измерениях в вакуумной технике являются большие величины погрешностей. В ряде случаев эти погрешности весьма сложно учесть, их следует относить к разряду несистематических, что приводит к снижению точности выполняемых измерений.

Можно привести три основных источника ошибок при измерениях величины давления или молекулярной концентрации в вакуумной системе:

1. Показания подавляющего большинства используемых манометров зависят от рода газа. При проведении измерений в системах с неизвестным составом газа получается достаточно неопределенный результат.

2. Из элементов конструкции манометра может неуправляемым образом выделяться газ, а при работе может происходить и неконтролируемое поглощение газа электродами или стенками камеры манометра. Принято считать, что выделение и поглощение газа — наиболее серьезный источник ошибок, особенно в вакуумных системах электрофизических установок.

3. В процессе измерений возможны медленные изменения градуировочной характеристики манометра вследствие старения последнего или изменения состояния поверхностей его электродов.

Следовательно, измерение давлений невозможно производить с точностью, достигаемой в других областях измерительной техники.

Для рабочих средств измерения иногда допускаются погрешности 30, 100 и даже 120%. Большинство промышленных приборов предназначено лишь для индикации вакуума, но при увеличении стоимости аппаратуры за счет усложнения конструкции возможно и снижение величин погрешностей измерений.

Для получения гарантированных результатов в вакуумной технике широко применяется метод "перекрестных измерений", т.е. используются одновременно два прибора, работающие на различных физических принципах и измеряющие одно и то же давление. В области сверхвысокого вакуума часто используется методика экстраполяции результатов измерений, полученных с помощью какого-либо прибора с линейной зависимостью показаний от давления или молекулярной концентрации.

Диапазон давлений (молекулярных концентраций), с которым имеют дело в современных ЭФУ, широк и занимает 16 порядков на шкале давлений. Естественно, нет такого манометра, который может работать во всем этом диапазоне давлений. Поэтому вакуумные информационно-измерительные системы ЭФУ содержат в своем составе целые комплексы измерительных приборов, которые можно разделить на две группы: низковакуумные (диапазон давлений от 10^5 до 10^{-3} Па) для контроля процессов предварительного вакуумирования вакуумных систем (получение

"чернового вакуума" или форвакуумная откачка) и высоковакуумные (диапазон давлений от 10^{-3} до 10^{-11} Па) для контроля параметров среды, в которой непосредственно происходит физический процесс.

Для электрофизических установок необходимо провести разграничение между понятиями "измерение" и "контроль вакуумных характеристик".

Для измерений важно обеспечить малую абсолютную погрешность преобразования вакуумного параметра в регистрируемый сигнал, что связано главным образом с вопросами разработки идеальной конструкции манометра как первичного преобразователя и проведения градуировки последнего по эталонному (лучше абсолютному) преобразователю.

Для контроля вакуума важной является величина относительной погрешности измерения, связанной прежде всего со стабильностью вакуумных условий в ЭФУ и с "уходом" градуировочных характеристик манометров.

В подавляющем большинстве случаев на ЭФУ преобладает процесс контроля за вакуумными характеристиками над процессом измерений ([1], с. 136 — 181). При этом число контролируемых приборов достаточно велико (до 10^3) и обычно контроль проводится с помощью информационно-измерительных систем на базе мини-ЭВМ, которым нередко поручаются и управляющие функции. Это обеспечивает непрерывный контроль за состоянием вакуумной системы с центрального пульта управления, выявление нарушений режима или неисправностей и информирование оператора о неисправных вакуумных постах ([1], с. 175).

Применение АСУ для управления вакуумными системами требует четкой согласованности работы всех элементов системы, поэтому большое расхождение в показаниях приборов, установленных, например, на последовательных ступенях одного процесса откачки, может привести к существенному нарушению нормальной работы всей системы. Для ЭФУ это особенно важно, так как обычно их вакуумные системы характеризуются распределенной откачкой протяженных малоапертурных вакуумных камер, а сами системы являются многокамерными.

Помимо проблемы повышения точности измерительных приборов в случае использования их в АСУ серьезной проблемой является их надежность, в первую очередь определяемая частотой отказов этих приборов. В метрологии принято различать явные и скрытые отказы. Явный отказ легко фиксируется и не представляет серьезной опасности, в то же время как скрытый

отказ, связанный с ухудшением точностных характеристик приборов и выходом погрешностей за пределы допуска, например уход градуировочной характеристики манометра, может привести к серьезным неприятностям. В большинстве случаев скрытые отказы — постепенные (т.е. выражаются в медленном ухудшении точностных характеристик) и не обнаруживаются ни ЭВМ, ни операторами. Следовательно, важным является вопрос проведения своевременных проверок рабочих средств измерения, используемых на ЭФУ.

1.4. Приборы для вакуумных измерений

В табл. 1.1 ([6], с. 200 — 202) приведены названия приборов, используемых в вакуумной технике для выполнения рассмотренных в п. 1.2 вакуумных измерений, а также рабочий диапазон измеряемых ими величин. Этот диапазон, естественно, характерен для всей группы приборов, объединяемых общим названием и отличающихся физическими принципами работы первичных преобразователей, поэтому каждый конкретный тип измерительного прибора работает в достаточно узкой области давлений или потоков, включаемой в общий диапазон измеряемых величин.

Таблица 1.1

Виды измерений	Названия приборов	Рабочий диапазон измеряемых величин
Измерение полных давлений	Вакуумметры	$10^5 - 10^{-11}$ Па
Измерение парциальных давлений	Масс-спектрометры	$10^{-9} - 10^{-13}$ Па 1 — 400 а.е.м.
Измерение герметичности или минимального потока натекания	Течейскатели	$(1,33 \cdot 10^{-7} - 6,7 \cdot 10^{-14})$ Вт

Функциональные схемы современных вакуумных измерительных приборов содержат элементы, присущие любой информационно-измерительной системе. На рис. 1.2,а изображена структурная схема обобщенного вакуумметра, состоящая из двух частей: 1) собственно преобразователя давления (манометр), осуществляющего первичное преобразование давления или величины, зависимой от давления, в аналоговый сигнал для его последующей обработки; 2) радиоэлектронной аппаратуры, составляющей измерительную систему вакуумметра.

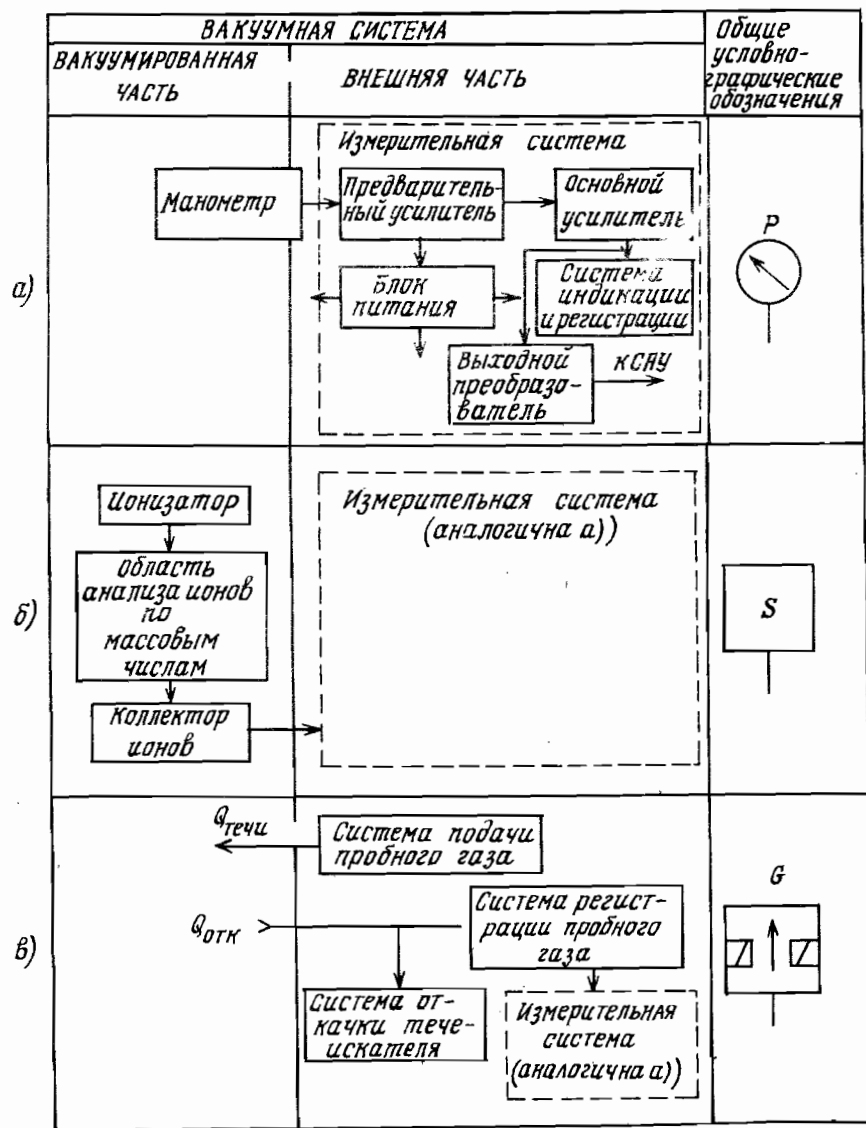


Рис. 1.2. Структурные схемы приборов для измерения и контроля параметров вакуума и их условные графические изображения

В измерительную систему входят: вынесенный предварительный усилитель; основной усилитель; выходной преобразователь сигналов, предназначенный для стыковки вакуумметра с другой аппаратурой информационно-измерительной системы установки; система индикации результатов измерений (для современных приборов — цифровая); блок питания преобразователя и измерительной системы вакуумметра.

Манометр непосредственно сообщается с вакуумным объемом системы или устанавливается в него и бывает двух типов: открытый, в этом случае он целиком вводится в объем, и закрытый, в этом случае он соединяется с объемом с помощью короткого трубопровода или патрубка. Предварительный усилитель обычно выносится из корпуса вакуумметра и закрепляется непосредственно вблизи манометра или на его невакуумной части. В зависимости от класса вакуумметра функциональная схема может и не содержать отдельных узлов, но манометр, основной усилитель и индикатор в том или ином виде есть всегда.

По принципу работы манометра в соответствии с принятой в странах СЭВ классификацией вакуумметры делятся на следующие типы: вакуумметры, основанные на механических явлениях, т.е., измеряющие непосредственно силу действия молекул остаточного газа на стенку вакуумной камеры (гидростатические и деформационные); вакуумметры, основанные на газокинетических явлениях, связанных с движением молекул газа и переносом ими энергии или массы (вязкостные, термомолекулярные, тепловые); вакуумметры ионизационные, в которых измеряется концентрация молекул безотносительно к скорости их движения.

Каждый из вакуумметров рассчитан на работу в определенной области давлений.

На рис. 1.2,б представлена структурная схема обобщенного масс-спектрометра. Роль первичного преобразователя здесь выполняет система, обеспечивающая ионизацию молекул остаточного газа, последующий их анализ по массовым числам в специальных структурах и улавливание ионов, приходящих на коллектор. Такие системы обычно конструктивно выполняются в виде отдельных узлов, ламп и т.п., вводимых внутрь вакуумных систем подобно манометрам. Измерительные системы масс-спектрометров в принципе не отличаются от подобных систем вакуумметров.

По принципу действия анализирующих структур масс-спектрометры классифицируются следующим образом: масс-спектрометры с магнитным полем; резонансные масс-спектрометры и времяпролетные масс-спектрометры. Рабочими характеристиками

всех типов масс-спектрометров являются: диапазон анализируемых массовых чисел, разрешающая способность и диапазон измеряемых парциальных давлений. Первые две характеристики непосредственно связаны с принципом действия масс-спектрометра, последняя — в значительной степени зависит от качества измерительной системы.

Структурно-функциональная схема обобщенного течеискателя приведена на рис. 1.2, в. Пробным газом для гелиевых течеискателей является гелий, для галоидных — галогеносодержащий газ, например фреон. Система подачи пробного газа обычно представляет собой баллон со сжатым газом, оборудованный специальным редуктором и устройством для обдува испытуемых объемов. Иногда пробный газ под давлением напускается непосредственно внутрь испытуемой вакуумной камеры (метод опрессовки). Течеискатели оснащены собственными системами высоковакуумной откачки, что обеспечивает поступление попавшего через течь в вакуумную камеру пробного газа в систему его регистрации, в качестве которой в высокочувствительных течеискателях используются масс-спектрометры с магнитным полем, настроенные на регистрацию ионов с массовым числом 4 (гелий).

1.5. Обеспечение единства вакуумных измерений

Вопрос о достоверности измерений давления в вакуумной технике весьма важен в первую очередь вследствие необходимости обеспечения взаимосвязи результатов вакуумных измерений всех видов на производстве и в научных исследованиях, необходимости сравнения результатов, полученных различными методами и в разных условиях, из-за широкого распространения вакуумной технологии во всех отраслях современной науки и техники.

С 1974 года в СССР действует ГОСТ 8.107-74 на эталон воспроизведения единицы давления. Такая централизация позволяет обеспечить единство вакуумных измерений проведением периодической поверки и градуировки рабочих средств измерения, которыми занимаются специальные метрологические службы.

В соответствии с ГОСТом эталон состоит из следующих средств измерений:

1. Набор из четырех компрессионных манометров, обеспечивающий абсолютные измерения в пределах $10^{-3} - 10^3$ Па.

2. Мембранно-емкостный манометр с электрической компенсацией прогиба мембраны, обеспечивающий абсолютные измерения в пределах $10^{-1} - 70$ Па.

3. Установка с калиброванными объемами, обеспечивающая создание опорных давлений в пределах $10^{-2} - 10^3$ Па.

В состав эталона входит также специальная аппаратура для создания и поддержания низких давлений, включающая в себя вакуумные системы, контрольные вакуумметры, электроизмерительные приборы, образцовые термометры и пр.

Включение в состав эталона трех видов средств измерений (получения достоверной информации), обеспечивающих независимое воспроизведение единицы давления в перекрывающихся пределах измерений, обусловлено невозможностью в настоящее время точно воспроизводить единицу давления с помощью только одного средства.

Мембранные манометры будут рассмотрены в п. 2.1. Установка с калиброванными объемами, принцип действия которой основан на законе Бойля-Мариотта, позволяет за счет расширения газа, находящегося в малом объеме C_1 , под известным сравнительно высоким давлением p_1 , в большой объем C_2 получить в нем меньшее известное давление

$$p_2 = \frac{p_1 C_1}{C_1 + C_2} \Big|_{T=\text{const}} \quad (1.4)$$

Отсюда получаем простейшее уравнение измерения:

$$p_{\text{КАЛИБР}} = \frac{\kappa p_A}{1 + \kappa} \quad (1.5)$$

где $p_{\text{КАЛИБР}} = p_2$; $p_A = p_1$ — результат абсолютного измерения; $\kappa = \frac{C_1}{C_2}$ — безразмерный коэффициент расширения.

В эталоне имеются две пары малых и больших объемов, последовательно соединенных между собой вентилями. Установка имеет собственную систему откачки. Для измерения исходного высокого давления p_1 применяются два деформационных манометра с оптическим отсчетом. Установка позволяет производить одно- или двухступенчатое расширение газа, причем расширение газа из малых в большие объемы можно производить последовательно до 10 раз. В большом объеме получается дискретный ряд возрастающих давлений ([8], с. 33 — 35).

В результате сличений показаний средств измерений, входящих в состав эталона, было установлено, что систематические расхождения между ними не выходят за пределы 0,5%. Это соответствует неисключенным систематическим погрешностям.

ГОСТ 8.107-74 устанавливает и общесоюзную поверочную схему для средств измерения полного давления в диапазоне от 10^3 до 10^8 Па.

Поверка рабочих средств измерений, используемых в лабораториях и на производстве, производится сравнением их показаний с показаниями образцовых средств измерения 2-го и 1-го разрядов. Те в свою очередь поверяются с помощью образцовых средств измерений, заимствованных из других поверочных схем, например образцовых шкал или образцовых гирь.

В области низких давлений, используемой в электрофизических установках, в качестве образцовых средств измерений применяются редукционные (с редукцией давления) градуировочные установки 1-го разряда и образцовые ионизационные вакуумметры 2-го разряда с линейными градуировочными характеристиками, экстраполируемыми в область низких давлений.

По допустимым погрешностям измерений к рабочим средствам измерений относятся вакуумметры с погрешностью от 15 до 100%, к образцовым средствам измерений 2-го разряда — с погрешностью от 5 до 15%, к образцовым средствам измерений 1-го разряда — с погрешностью от 2 до 5%.

Манометры, используемые в рабочих средствах измерения (вакуумметрах), при выпуске их большими партиями обычно не нуждаются в индивидуальной градуировке или поверке, так как их метрологические параметры обеспечиваются технологией серийного производства. Такие вакуумметры снабжаются типовыми градуировочными кривыми. Однако в процессе эксплуатации реальные показания вакуумметров могут отличаться от типовых, во-первых, за счет изменения физических характеристик самого манометра и, во-вторых, за счет разладки измерительной системы вакуумметра.

Для поверки вакуумметра необходима специальная градуировочная установка, оснащенная мощными средствами откачки и образцовой измерительной аппаратурой. Различают раздельную и комплектную поверку вакуумметров, состоящих из манометров и измерительных систем. Для электрофизических установок более характерна раздельная поверка, что обеспечивает полную взаимозаменяемость как манометров, так и измерительных систем. При поверке применяются такие предварительно проверенные измерительные системы (блоки), чтобы вносимыми ими погрешностями можно было пренебречь. В результате установленные при поверке погрешности относятся только к погрешностям манометров. При эксплуатации вакуумметра погрешности манометра и измерительной системы суммируются.

1.6. Методы градуировки манометров

В современной вакуумной технике не существует абсолютных манометров, работающих при давлениях ниже 10^{-3} Па, что приводит к невозможности использования наиболее простого метода градуировки — метода непосредственного сличения показаний вакуумметров во всем диапазоне давлений.

Для того чтобы проградировать вакуумный манометр, необходимо создать давление, величина которого точно известна и при котором исследуемый манометр будет работать.

Существуют два основных метода для этого ([5], с. 5 — 13, [9], с. 443 — 449). Первый — статический метод калиброванных объемов, используемый в государственном эталоне давления. С точки зрения практического использования он имеет два недостатка:

- необходимость обеспечения высокой точности механических операций в вакууме при расширении газа из малых объемов в большие;

- необходимость обеспечения изотермического процесса расширения и учета возникающих при этом сорбционных эффектов.

Второй метод, наиболее распространенный в практике вакуумных измерений, — динамический метод постоянного потока. Схема установки, позволяющая реализовать этот метод, изображена на рис. 1.3, а. Постоянный поток газа поступает через регулируемый вентиль V в систему, откачиваемую насосом N с быстрой скоростью действия S_0 . Система состоит из двух объемов $C1$ и $C2$, соединенных трубопроводом, в котором установлена диафрагма $D1$ с пропускной способностью U . В таком случае давление, устанавливаемое в объеме $C1$, может быть определено из выражения:

$$p_1 = Q \left(\frac{U + S_0}{U S_0} \right). \quad (1.6)$$

Следовательно, при изменении потока Q в широких пределах имеется возможность создавать в объеме $C1$ известные опорные давления. Реализация этого метода предусматривает тщательное измерение величины потока Q и аккуратную регулировку малых потоков при работе в области высокого вакуума. Все это весьма сложно, поэтому на практике обычно используется схема, приведенная на рис. 1.3, б, в которой нет необходимости измерять поступающий поток газа Q , а достаточно обеспечить его постоянство. Поток газа проходит через серию диафрагм

и объемов. Диафрагмы $D1$ и $D2$ имеют проводимости соответственно U_1 и U_2 . На каждой из диафрагм возникает перепад давлений вследствие наличия конечной пропускной способности. Из условия непрерывности потока можно записать:

$$Q = U_1 (\rho_1 - \rho_2) = U_2 (\rho_2 - \rho_3), \quad (1.7)$$

где ρ_1 , ρ_2 и ρ_3 соответствуют давлениям в объемах $C1$, $C2$ и $C3$. Отсюда

$$\frac{\rho_1}{\rho_2} = \frac{U_1 + U_2}{U_1} - \frac{U_2}{U_1} \frac{\rho_3}{\rho_2}. \quad (1.8)$$

Если обеспечить $\rho_3 \ll \rho_2$, то можно считать

$$\frac{\rho_1}{\rho_2} \approx \frac{U_1 + U_2}{U_1}. \quad (1.9)$$

Таким образом

$$\rho_2 = \rho_1 \frac{U_1}{U_1 + U_2}. \quad (1.10)$$

Если выбрать диафрагмы так, что $U_2 \gg U_1$, то можно записать:

$$\rho_2 \approx \rho_1 \frac{U_1}{U_2}. \quad (1.11)$$

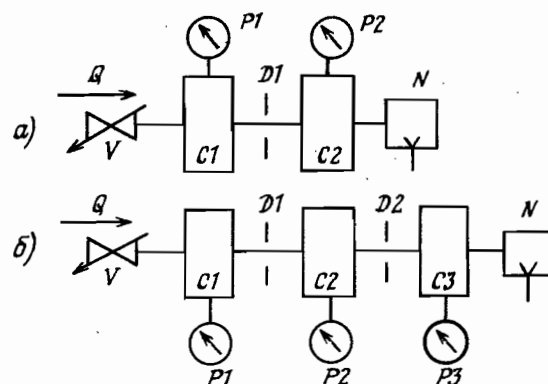


Рис. 1.3. Схемы установок для градуировки манометров методом постоянного потока:

а — с регулировкой величины потока; б — с редукией давления на последовательно стоящих диафрагмах

Полученное выражение показывает, что, устанавливая в объеме $C1$ (или $C2$) известное давление ρ_1 (или ρ_2), можно в то же время получать в объеме $C2$ (или $C1$) новые давления, отличающиеся от известных в определенное число раз. Причем этот коэффициент постоянен и определяется проводимостями выбранных диафрагм.

Описанный метод имеет ограничения в практическом применении, так как при наличии диафрагм в тракте откачки для обеспечения давлений ρ_1 и ρ_2 в широком диапазоне необходимо использовать насос с очень большой быстротой действия S_0 .

Необходимая ширина диапазона создаваемых давлений в первую очередь определяется тем, насколько сильно не совпадают на полной шкале давлений рабочие диапазоны исследуемого и образцового манометров. Для того чтобы в этом случае осуществить градуировку исследуемого манометра с помощью абсолютного или образцового, необходимо использовать так называемый метод переноса операции измерения [13]. Примером его является случай, когда есть метровая линейка с гарантированной погрешностью не более 10^{-6} м, а измерить надлежит расстояние порядка десяти метров с максимально возможной точностью. В этом случае, считая линейку эталоном, мы многократно перемещаем эталон от начала отрезка (точки отсчета) к его концу, тщательно отмечая промежуточные положения конца линейки с тем, чтобы каждый раз считать их новыми точками отсчета. Таким образом, мы подойдем к концу отрезка, зная количество целых метров в нем, и останется лишь уточнить с помощью той же линейки количество дополнительных сантиметров и миллиметров, чтобы определить его длину.

Для вакуумной техники линейная методика не совсем подходит, но можно использовать аналогичный прием в логарифмическом варианте. При этом эталоном является точное отношение давлений, определяемое отношением проводимостей используемых диафрагм (см. (1.11)). Пусть $\frac{\rho_n}{\rho_{n-1}} = \alpha = 10^{-1}$, тогда промежуточные отметки при перемещении эталона попадают всегда в те же самые точки в каждом порядке давления (аналогично линейному варианту). В качестве точки отсчета в этом случае можно взять любую точку на шкале давлений, в которой работает исследуемый (или образцовый) манометр.

В случае, если абсолютный или образцовый манометр работает в области высоких давлений, а градуировке подлежит высоковакуумный манометр, то точка отсчета выбирается в области

где E_n — максимальная относительная ошибка определения величины градуировочного давления; E_A — относительная ошибка определения давления абсолютным или образцовым манометром; E_α — ошибка определения отношения α и фиксации показаний P_2 ; n — количество операций переноса давлений из объема C_1 в объем C_2 ; α — номер порядка, в котором давление измерено абсолютным манометром. Величина суммарной погрешности градуировки методом постоянного потока составляет $\pm 20\%$.

Анализ известных методов градуировки манометров показывает, что во всех методах процедура градуировки состоит из последовательного проведения трех операций: 1) обеспечение начального отсчета, т.е. фиксации какого-либо давления на полной шкале давлений или измерение начальной величины калиброванного потока газа; 2) перенос фиксированной величины в область значений, в которой в зависимости от выбора точки отсчета измерения проводятся с высокой точностью или работают исследуемые манометры; 3) собственно создание градуировочного известного давления.

Например, в схеме, приведенной на рис. 1.5, начальный отсчет давления p_1 (см. также рис. 1.4) осуществляется с помощью манометра P_3 . Затем с помощью натекателя V_1 , контрольного манометра P_2 и двух диафрагм D_1 и D_2 с фиксированным отношением проводимостей α осуществляется перенос точки отсчета в область давлений, в которой работает абсолютный (образцовый) манометр P_1 . В конечном итоге такой перенос приводит к получению проградуированной шкалы давлений (см. рис. 1.4), на которой определена рабочая область исследуемого манометра, при этом погрешность градуировки не превышает величину, вычисляемую из выражения (1.13).

Следует заметить, что операции переноса и создание градуировочного давления в схеме рис. 1.5 выполняются одновременно и зависимо: при повышении давления в объеме C_2 в нем одновременно создается и градуировочное давление.

При этом, несмотря на то что коэффициент редукции α представляет собой отношение проводимостей U_1 и U_2 и, в принципе, поэтому не зависит от рода газа, величины давления и температуры, необходимо все же помнить о тех допущениях, которые мы сделали, чтобы прийти к чистому соотношению величин проводимостей диафрагм, так как на практике трудно обеспечить работу установки при одновременном выполнении условий: $p_2 \gg p_3$ и $C_2 \gg C_1$ (см. (1.8) — (1.11)).

Исходя из этих соображений и необходимости снизить общую погрешность градуировки, все три операции желательно сделать независимыми. На рис. 1.6 приведена схема установки, в которой это условие выполняется. В отличие от предыдущей схемы здесь добавлены вентиль V_5 и вентиль-натекатель V_2 . Схема работает следующим образом: вся система откачивается до давления p_∞ ; затем с помощью натекателя V_2 в объеме C_3 устанавливается давление p_1 (см. рис. 1.4), его величина фиксируется контрольным манометром P_2 при открытом вентиле V_5 ; затем давление p_1 устанавливается в объеме C_2 с помощью вентиль-натекатель V_1 и контролируется манометром P_2 через вентиль V_4 , при этом в объеме C_1 возникает давление $p_2 = \alpha^2 p_1$, которое вновь фиксируется манометром P_2 через вентиль V_3 ; после этого весь цикл операций повторяется сначала. Таким образом в объеме C_3 последовательно устанавливаются известные давления p_n , одно из которых $|p_A|$ измеряется образцовым манометром P_1 . Манометр P_3 является градуируемым.

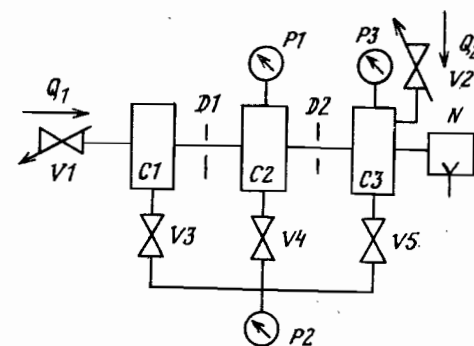


Рис. 1.6. Схема прецизионной установки для градуировки манометров

2. ИЗМЕРЕНИЕ ПОЛНЫХ ДАВЛЕНИЙ

2.1. Абсолютное измерение полных давлений приборами, основанными на механических явлениях

С точки зрения молекулярно-кинетической теории газов давление, оказываемое газом на стенку откачиваемого объема, есть следствие ударов молекул и оценивается суммой импульсов, сообщаемых единице поверхности отдельными молекулами в единицу времени. На основе этого представления устанавливается непосредственная связь давления с тепловым движением молекул газа согласно уравнению Бернулли:

$$p = \frac{m n \bar{v}^2}{3}, \quad (2.1)$$

где p — давление; m — масса молекул; n — молекулярная концентрация; $\bar{v}$ — среднеквадратичная скорость молекул.

Считая, что средняя кинетическая энергия молекул газа пропорциональна его абсолютной температуре:

$$\frac{m \bar{v}^2}{2} = \frac{3}{2} k T,$$

где k — постоянная Больцмана, можно получить уравнение, связывающее молекулярную концентрацию и абсолютную температуру газа с давлением газа и называемое уравнением газового состояния (см. (1.1)).

Абсолютным измерением давления в таком случае является измерение, в котором измеряется непосредственно сила, действующая на единицу поверхности измерительного элемента. Показания приборов для абсолютных измерений могут быть рассчитаны заранее с достаточной точностью и не зависят от рода газа. Таким образом, задача измерения давления разреженного газа сводится к задаче измерения силы, уравновешивающей действие молекул газа.

Из-за малого объема в данном пособии не рассматриваются гидростатические манометры (см. [6], с. 123; [9], с. 344; [11], с. 13 — 14).

В деформационных манометрах измеряемое давление или, точнее, разность давлений определяется по деформации чувствительного элемента, которая возникает под действием избыточного давления с одной стороны этого элемента.

Деформационные манометры позволяют проводить абсолютные измерения давления в области от 10^5 до 10^2 Па. По типу упругого чувствительного элемента различают трубчатые, сильфонные и мембранные манометры. Трубчатые манометры чаще применяются для измерения давлений вблизи атмосферного, например трубки Бурдона, используемые в так называемых барометрах. Опорное давление в барометре обычно равно атмосферному, и измерения поэтому проводятся в относительных единицах "ниже", "выше" по сравнению с опорным давлением.

В мембранных манометрах имеются две камеры, разделенные перегородкой — мембраной. В одной из камер поддерживается достаточно низкое относительно измеряемого $p_{изм}$ опорное давление p_0 (рис. 2.1). Деформация мембраны пропорциональна разности давлений:

$$(p_{изм} - p_0) = k x, \quad (2.2)$$

где k — коэффициент пропорциональности; x — смещение мембраны.

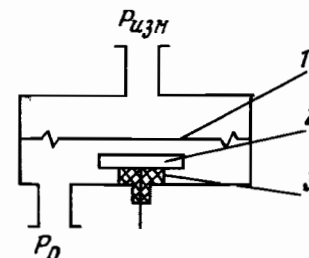


Рис. 2.1. Устройство деформационного мембранного манометра:

1 — упругая мембрана; 2 — неподвижная пластина; 3 — изолятор

За смещением мембраны можно следить не только с помощью стрелочных устройств, как это делается в различных барометрах. В современных чувствительных мембранных манометрах для этого широко используются электрические методы. Один из них, примененный в государственном эталоне давления, заключается в определении электрической емкости между мембраной и вспомогательным неподвижным электродом, второй — в измерении индуктивности неподвижной катушки, в которую вдвигается железный сердечник, связанный с мембраной.

В зависимости от диапазона измерения и условий эксплуатации мембраны изготавливают из различных материалов, например из нержавеющей стали, кобальта, бронзы, алюминированного полимера терилена, кварца и т.д. Диаметр мембран достигает 120 мм при толщине до 10 мкм.

Верхний предел измерения мембранных манометров ограничивается пределом упругости материала мембраны и возникающими остаточными деформациями, а нижний — уменьшением чувствительности и точностью отсчета смещения. При этом учитывается, что линейность показаний таких манометров наблюдается только при небольших смещениях мембраны.

Именно поэтому широко используются методы с компенсацией смещения мембраны, сущность которых сводится к тому, что смещение мембраны в результате возникновения перепада давлений компенсируется механическим или электрическим воздействием, приводящим мембрану в исходное состояние. Таким образом, величина компенсирующей силы является мерой измеряемого давления.

Функциональная схема мембранно-емкостного манометра с электростатической компенсацией приведена на рис. 2.2 [7],

с. 114). Сила давления компенсируется действием электростатической силы F_s , приложенной извне между мембраной 1 и левым на рисунке электродом 2. Эта сила может быть определена как производная энергии плоского конденсатора по перемещению одного из его электродов:

$$F_s = \frac{d}{dx} \left(\frac{CU^2}{2} \right) = \frac{U^2}{2} \frac{dC}{dx} = \frac{U^2}{2} \frac{d}{dx} \left(\frac{\epsilon_0 S}{x} \right) = -\frac{\epsilon_0 S}{2x^2} U^2, \quad (2.3)$$

где C — емкость конденсатора мембрана-электрод; U — приложенная разность потенциалов; x — расстояние между мембраной и электродом; ϵ_0 — диэлектрическая проницаемость газа в измерительной камере; S — площадь электрода.

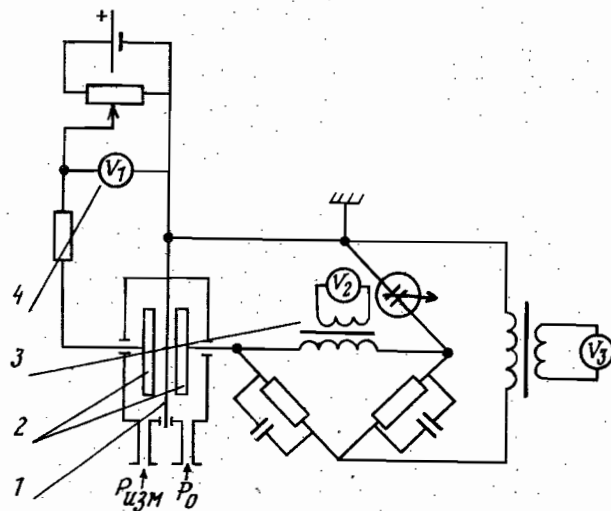


Рис. 2.2. Схема включения мембранно-емкостного манометра с электростатической компенсацией смещения мембраны:
1 — мембрана; 2 — неподвижные электроды; 3 — емкостный измерительный мост; 4 — система компенсации смещения мембраны

При полной компенсации смещения мембраны $x = l$, где l — фиксированный зазор между мембраной и электродами. Тогда уравнение измерения примет вид:

$$p_{изм} = \kappa_0 U^2 + p_0, \quad (2.4)$$

где $\kappa_0 = \frac{\epsilon_0}{2l^2}$ — постоянная манометра.

Для мембранно-емкостных манометров верхний предел измеряемых давлений ограничивается величиной пробойного напряжения между обкладками, а нижний — порогом чувствительности емкостного моста. Существенное влияние на увеличение погрешности измерения при низких давлениях оказывают возникающие колебания чувствительных элементов и температурные деформации.

2.2. Измерение полных давлений приборами, основанными на газокинетических явлениях

Из всех газокинетических явлений в настоящее время широкое использование для измерения давлений, в том числе на ЭФУ, получило лишь явление теплопроводности газов, которое положено в основу теплоэлектрических манометров. Такие явления переноса, как вязкость и диффузия, радиометрический эффект также могут быть использованы для измерения давлений, но конструкции манометров, созданные на их основе, очень сложны и неудобны в работе. Считается, что их применение ограничивается исключительно лабораторными опытами, поэтому в данном пособии дана лишь краткая информация о принципе их работы.

Вязкостные манометры. Принцип действия этих манометров основан на зависимости вязкости разреженного газа от давления, существующей в области давлений, при которых средняя длина свободного пути молекул газа больше или сравнима с размерами манометра (см. рис. 1.1).

Существуют два типа вязкостных манометров: демпферные или вибрационные и с вращающимися элементами. В демпферных манометрах мерой давления служит время затухания свободных колебаний вибратора в газе. В качестве вибратора используются кварцевые нити, закрепленные с одного или двух концов, или кварцевые нити, соединенные мембраной и т.п. ([11], с. 18).

В манометре с вращающимся элементом момент силы от быстро вращающегося элемента передается через газ к неподвижному элементу, подвешенному на чувствительной подвеске. Угол закручивания неподвижного элемента является мерой давления. В качестве рабочих элементов используются диски, коаксиальные цилиндры с лопатками и т.д. Диапазон давлений, в котором работоспособны подобные манометры, от 1 до 10^{-5} Па.

Термомолекулярные манометры. В данных манометрах используется радиометрический эффект, а точнее термомолекулярные силы, возникающие между двумя поверхностями, помещенными в вакуум и обладающими различными температурами. Эти силы вызваны тем, что молекулы газа, ударяющиеся о более горячую поверхность, отскакивают от нее, получив большую кинетическую энергию, чем молекулы, ударяющиеся о более холодную поверхность. Появляющееся при этом отталкивание поверхностей пропорционально количеству молекул или давлению, если расстояние между поверхностями меньше средней длины свободного пути молекул в газе.

В известных реальных конструкциях термомолекулярных манометров верхний предел измеряемых давлений не превышает 1 Па, а нижний, определяемый чувствительностью механической части, достигает 10^{-6} Па [7], с. 121 — 122).

Теплоэлектрические манометры. Принцип действия теплоэлектрических, или просто тепловых манометров, основан на использовании зависимости коэффициента теплопроводности газа от его давления (см. рис. 1.1). Тепловой манометр представляет собой баллон, внутри которого расположен нагреваемый электрическим током элемент. При изменении давления окружающего этот элемент газа изменяется теплоотвод с нагретого элемента, что приводит к изменению его температуры. Измерение этого изменения позволяет судить об измеряемом давлении.

Различают четыре типа тепловых манометров: термодатные, сопротивления (манометры Пирани), термисторные и тепловые реле, основанные на линейном расширении биметаллических элементов [11], с. 18 — 30). Наиболее широкое применение в вакуумных системах ЭФУ получили первые два типа тепловых манометров.

В термодатных манометрах в качестве нагревательного элемента используется тонкая проволока, а ее температура измеряется с помощью припаянной к ней термопары (рис. 2.3, а). В манометре сопротивления (рис. 2.3, б) температура нагретой проволоки измеряется путем измерения ее сопротивления в специальной мостовой схеме [2], с. 5 — 9, 20 — 23).

Уравнение теплового баланса манометра может быть записано:

$$I^2 R_n = Q_r + Q_n + Q_m, \quad (2.5)$$

где I — ток, проходящий через нить; $R_n = R_\delta [1 + \alpha (T_n - T_\delta)]$ — сопротивление нити при рабочей температуре; Q_r , Q_n и Q_m — потоки тепла с нити соответственно за счет теплопроводности газа,

излучения и теплопроводности изоляторов и самой нити (R_δ — сопротивление нити при температуре баллона; α — температурный коэффициент сопротивления материала нити; T_n и T_δ — температура нити и баллона).

Теплоотвод за счет излучения

$$Q_n = \kappa_n (T_n^4 - T_\delta^4), \quad (2.6)$$

где κ_n — коэффициент излучения нити.

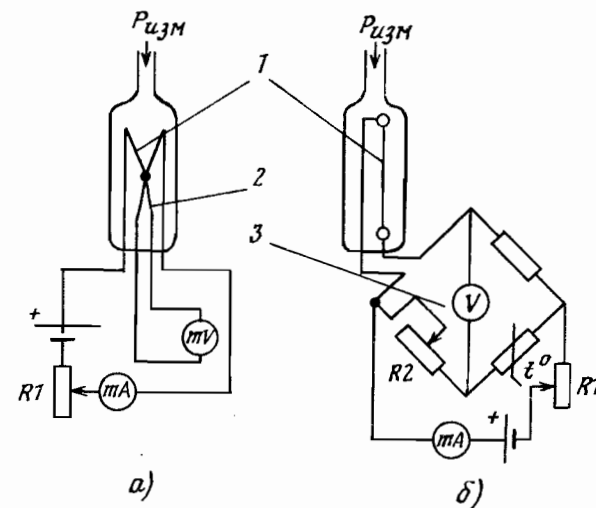


Рис. 2.3. Схемы тепловых манометров: а — термодатного; б — манометра сопротивления; 1 — нагревательный элемент (нить); 2 — термопара; 3 — потенциометрический измерительный мост

Теплоотвод за счет теплопроводности изоляторов и самой нити

$$Q_m = \bar{\delta} (T_n - T_\delta), \quad (2.7)$$

где $\bar{\delta}$ — средний коэффициент теплопроводности материалов изоляторов и нити.

Теплоотвод за счет теплопроводности газа

$$Q_r = \chi \frac{\psi p}{\psi + p} (T_n - T_\delta), \quad (2.8)$$

где χ — коэффициент теплопроводности газа; ψ — постоянная величина, имеющая размерность давления и физический

смысл верхнего предела измеряемых давлений, тогда при низких давлениях ($\rho \ll \psi$) уравнение (2.8) принимает вид:

$$Q_T = \chi \rho (T_H - T_\delta) \quad (2.9)$$

и потери тепла прямо пропорциональны давлению газа. По мере возрастания давления и приближения ρ к значению ψ теплоотвод перестает зависеть от давления и при $\rho \geq \psi$ уравнение (2.9) принимает вид:

$$Q_T = \chi \psi (T_H - T_\delta) \quad (2.10)$$

При более высоких давлениях теплоотвод с нити в основном осуществляется за счет возникающей конвекции газа, которая может быть использована только для индикации высоких давлений. Теплопроводность газа при больших давлениях не зависит от него (см. рис. 1.1). Количественно этот диапазон давлений определяется условием $\lambda \ll d$, где λ — средняя длина свободного пробега молекул газа, d — диаметр нити манометра, т.е. диаметр нити нагревателя существенно влияет на верхний предел измеряемых давлений.

В манометрах сопротивления диаметр нити составляет 10 — 20 мкм (12 мкм для ПМТ-6-3), что позволяет измерять давление до 10^4 Па. Конструкция термопарных манометров не позволяет применять столь тонкие нити, так как к ним должны прикрепляться термопары. Обычно в них диаметр нити составляет 25 — 200 мкм (100 мкм для ПМТ-2). Поэтому верхний предел измеряемых термопарными манометрами давлений лежит в области $10^1 - 10^2$ Па.

Уравнение измерения для теплового манометра получается подстановкой уравнений (2.6) — (2.9) в уравнение теплового баланса (2.9), и после проведения алгебраических преобразований:

$$\rho = \frac{1}{\chi} \left[\frac{I^2 R}{(T_H - T_\delta)} - B - C(T_H - T_\delta) - D(T_H - T_\delta)^2 - E(T_H - T_\delta)^3 \right], \quad (2.11)$$

где

$$B = \bar{b} + 4T_\delta^3 \kappa_n; C = 6T_\delta^2 \kappa_n; D = 4T_\delta \kappa_n; E = \kappa_n.$$

Из уравнения (2.11) видно, что для измерения давления можно использовать две возможности: либо фиксировать ток I , протекающий по нити, и измерять изменяющуюся при изменении давления разность температур нити и баллона манометра, либо поддерживать с помощью изменения тока температуру нити на фиксированном уровне и тогда об изменении давления судить по изменению тока (см. рис. 2.3).

В вакуумной технике используются обе эти возможности, и в первом случае метод измерения давления называется методом постоянного тока, а во втором — методом постоянной температуры.

Для метода постоянного тока уравнение (2.11) запишется:

$$\rho = \frac{1}{\chi} \left[\frac{A}{(T_H - T_\delta)} + B' - C(T_H - T_\delta) - D(T_H - T_\delta)^2 - E(T_H - T_\delta)^3 \right], \quad (2.12)$$

где $A = I^2 R_\delta$; $B' = I^2 \alpha R_\delta - B$ (R_δ — сопротивление нити при температуре T_δ).



Рис. 2.4. Градуировочные кривые теплового манометра

Кривая, описываемая уравнением (2.12), представлена на рис. 2.4 (кривая 1). В левой части, соответствующей высоким давлениям, кривая представляет собой гиперболу, описываемую членом уравнения (2.12) с коэффициентом A , по мере снижения давления уменьшается теплопроводность газа и соответственно возрастает температура нити T_H , что приводит к резкому возрастанию величин Q_H и Q_M в уравнении (2.5) и уменьшению величины Q_T , которая и определяет зависимость теплосъема с нити от давления окружающего газа.

Таким образом, нижний предел измеряемых давлений определяется соотношением Q_T и суммы $(Q_H + Q_M)$. Минимальное измеряемое давление может быть найдено из условия:

$$\rho_{\min} \geq \frac{0,01 I^2 R}{\chi (T_H - T_\delta)}$$

и для серийно выпускаемых манометров обычно лежит в диапазоне давлений от 10^{-1} до 6,6 Па (для ПМТ-2 и МТ-6-3 соответственно).

Кроме прямого измерения разности температур нити и баллона с помощью термопары (рис. 2.3, а), можно использовать для измерения давления по методу постоянного тока зависимость сопротивления нити от температуры (см. уравнение (2.5)). В этом случае уравнение (2.12) примет вид:

$$\rho = \frac{1}{\chi} \left[\frac{A'}{(R_H - R_\delta)} + B' - C'(R_H - R_\delta) - D'(R_H - R_\delta)^2 - E'(R_H - R_\delta)^3 \right], \quad (2.13)$$

где

$$A' = I^2 \alpha R_\delta; C' = \frac{C}{\alpha R_\delta}; D' = \frac{D}{\alpha^2 R_\delta^2}; E' = \frac{E}{\alpha^3 R_\delta^3}.$$

В реальных вакуумметрах измерение по методу постоянно-го тока осуществляется по схемам, изображенным на рис. 2.3. В схеме а) мерой давления служит выходной сигнал термопары в мВ, а в схеме б) — сопротивление нити, измеряемое в мостовой схеме с помощью измерительного сопротивления R_2 и вольтметра, включенных в диагональ моста.

Для измерений более высоких давлений обычно применяют метод постоянной температуры. Условие $T_n - T_\delta = \text{const}$ соответствует постоянство сопротивления нити или показаний термопары. Чтобы обеспечить вышеприведенное условие, изменяют ток I (или величину приложенного к нити напряжения), который и служит мерой измеряемого давления ([2], с. 5–6).

Уравнение измерения для этого случая:

$$P = \frac{1}{\alpha} (A'' I^2 - B''), \quad (2.14)$$

где

$$A'' = \frac{R_n}{T_n - T_\delta}; B'' = B + C(T_n - T_\delta) + D(T_n - T_\delta)^2 + E(T_n - T_\delta)^3.$$

Зависимость (2.14) изображена на рис. 2.4 и представляет собой параболу (левая часть кривой 2). При повышении давления перестает быть справедливой зависимость (2.9) и теплоотвод от нити определяется постоянной величиной, определяемой выражением (2.10). При этом следует отметить, что удельный вес величин Q_n и Q_m в уравнении теплового баланса при высоких давлениях незначителен. Поэтому правая часть кривой 2 (см. рис. 2.4) описывается гиперболической функцией, имеющей асимптотой ось давлений.

В реальных вакуумметрах измерение давлений по методу постоянной температуры также осуществляется по схемам, изображенным на рис. 2.3, однако в этом случае мерой давления служит ток, измеряемый миллиамперметром и регулируемый сопротивлением R_1 для обоих вариантов. При этом в схеме а) устанавливается постоянное показание милливольтметра, а в схеме б) — нулевое показание вольтметра, включенного в диагональ моста.

Тепловые манометры обеспечивают косвенные измерения полных давлений и в вакуумных системах ЭФУ используются для

34

непрерывного контроля процесса получения предварительного разрежения. Тепловые манометры не боятся прорывов атмосферного воздуха в системы и в случае использования в качестве нагревательного элемента платиновой проволоки обладают высокой стабильностью характеристик.

2.3. Приборы, основанные на явлении ионизации

Как было отмечено в подразделе 1.2, при давлениях ниже 10^{-3} Па регистрация силового воздействия молекул на элементы измерительных устройств — исключительно трудоемкое дело*. Поэтому в этой области давление обычно измеряется путем измерения молекулярной концентрации газов. Молекулярная концентрация, в свою очередь, может быть измерена при ионизации остаточного газа, которая обуславливает возникновение электрической проводимости газового промежутка в случае наложения поля и, следовательно, возникновение ионного и электронного токов. Величина ионного тока зависит от молекулярной концентрации остаточного газа и эффективности ионизации.

Наиболее часто для ионизации газа применяется бомбардировка ускоренными электронами, которые выбивают электрон из атома или молекулы газа в результате упругих соударений. Таким образом, в подавляющем большинстве случаев в вакуумной технике измеряется ток положительных, однократно заряженных ионов.

При электронной бомбардировке эффективность ионизации может быть записана следующим образом:

$$S_i = f_i / \lambda_e, \quad (2.15)$$

где f_i — функция ионизации; λ_e — средняя длина свободного пробега электрона в газе.

Подставляя в уравнение (2.15) значение $\lambda_e = 4 / \pi \sigma^2 n$, где σ — сумма эффективных радиусов молекулы и электрона; n — молекулярная концентрация, получим:

$$S_i = \frac{1}{4} f_i \pi \sigma^2 n. \quad (2.16)$$

* Видимо, рекордными являются измерения давления света, проведенные П.Н. Лебедевым в 1900 г.; измеренная величина составила $7 \cdot 10^{-6}$ Па у границы атмосферы Земли.

Функция ионизации по существу определяет вероятность ионизации.

Зависимость эффективности ионизации или числа ионизируемых молекул, создаваемых одним электроном на пути 1 см при давлении 10^2 Па и температуре 273 К, от энергии ионизирующих электронов представлена на рис. 2.5. Видно, что для всех газов S_i увеличивается при увеличении энергии электронов, проходит максимум при 10^2 эВ и затем плавно уменьшается.

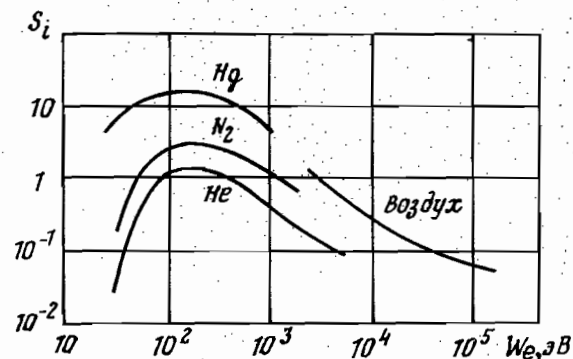


Рис. 2.5. Зависимость эффективности ионизации различных газов электронной бомбардировкой от энергии бомбардирующих электронов

Эффективность ионизации для тяжелых заряженных частиц значительно меньше, чем для электронов, и поэтому они используются лишь в ряде специальных случаев.

Прохождение электрического тока через газовый промежуток при подходящих условиях сопровождается зажиганием самостоятельного разряда, который после возникновения поддерживает сам себя, используя в качестве материала разряда молекулы остаточного газа. В этом случае мерой давления является ток разряда, определяемый концентрацией ионов и электронов в разряде. В случае использования магниторазрядных насосов величина их разрядного тока может служить для индикации давления с ненормированной погрешностью в вакуумной системе ([3], с. 92).

Таким образом, для манометров, в которых используется явление ионизации (или просто ионизационных манометров), наиболее важными являются вопросы эффективности ионизации и полноты сбора образовавшихся ионов.

Эффективность ионизации, как видно из уравнений (2.15) и (2.16) и семейства кривых, изображенных на рис. 2.5, зависит от рода газа, энергии и длины траектории бомбардирующих электронов. Эти параметры определяют эффективность ионизации или вероятность акта ионизации. Энергию электронов во всех типах ионизационных манометров выбирают в пределах от 100 до 300 эВ; длина траектории зависит от конструктивных особенностей манометра.

При измерениях высоких и низких давлений требования к конструкциям манометров противоречивы. Например, при измерениях высоких давлений эффективность ионизации следует снижать, так как в противном случае возникает явление газового усиления ([7], с. 80) с увеличением ионно-электронной проводимости газового промежутка, что может привести к возникновению дугового разряда. Помимо этого, следует уменьшать длину пробега ионов до коллектора, так как существует вероятность рекомбинации ионов.

Исходя из этих соображений, размеры ионизационных манометров для измерения высоких давлений уменьшают, при этом уменьшаются длины траекторий и ионов, и электронов.

При измерении низких давлений, напротив, повышают эффективность ионизации за счет увеличения длины траектории электронов и увеличения общего объема области ионизации.

Кроме того, стараются улучшить отношение "сигнал/шум", что делают двумя способами. Во-первых, уменьшают амплитуды шумовых сигналов, которые по природе неотличимы от полезного сигнала, т.е. сигнала, создаваемого ионами, и, во-вторых, увеличивают амплитуду полезного сигнала не только за счет повышения эффективности ионизации, но и за счет улучшения качества сбора ионов.

По способу ионизации остаточного газа ионизационные манометры делятся на две группы: манометры с ионизацией электронным ударом (или манометры с горячим (термо) катодом) и манометры с ионизацией тлеющим разрядом (или манометры с холодным катодом).

Конкретные конструкции манометров обеих групп зависят в основном от диапазона измеряемых давлений.

Манометры с горячим катодом. В этих манометрах в стеклянный баллон или непосредственно в вакуумную систему помещаются три основных электрода: термокатод, анод и ионный коллектор. Электроны, эмиттируемые с катода, попадают в ускоряющее электрическое поле анода и, сталкиваясь с молекулами газа,

ионизируют их. Ионный коллектор, находящийся под небольшим отрицательным потенциалом относительно катода, собирает образовавшиеся ионы.

Ток ионов I_i на коллектор прямо пропорционален измеряемому давлению p (точнее молекулярной концентрации) и току бомбардирующих электронов I_e . Уравнение измерения выглядит так:

$$I_i = \kappa I_e p \quad \text{или} \quad p = \frac{1}{\kappa} \frac{I_i}{I_e}, \quad (2.17)$$

где κ — удельная чувствительность манометра, зависящая от значения функции ионизации и от конструктивных особенностей данного манометра, обычно определяется экспериментально проведением градуировки; $[\kappa] = \text{Па}^{-1}$.

На практике часто используют величину $\frac{1}{C} = \kappa I_e, \text{А} \cdot \text{Па}^{-1}$, называемую чувствительностью манометра при стабилизированном токе электронной эмиссии. В этом случае уравнение измерения принимает вид:

$$p = C I_i. \quad (2.18)$$

Кроме явления ионизации в межэлектродном пространстве манометра происходят и другие явления, важнейшими из которых можно считать следующие [8], с. 16):

— эмиссия фотоэлектронов с поверхности ионного коллектора под действием рентгеновского излучения с анода, вызванного ударами о поверхность анода ускоренных электронов, при этом возникает ток фотоэлектронов I_ϕ , не отличающийся от тока ионов;

— десорбция молекул с поверхности анода, вызываемая электронной бомбардировкой, при этом часть молекул превращается в ионы, и эти ионы поступают на коллектор, образуя ток I_q , и на катод, образуя ток I'_q ;

— образование положительных ионов, идущих не только на коллектор, но и на катод и составляющих токи I_i и I'_i соответственно; при этом образуются равные по значению и обратные по знакам токи электронов, идущие на анод.

Таким образом, силы токов $I_{кл}$, I_A и I_K , измеряемые в цепях коллектора, анода и катода соответственно, представляют собой следующие суммы:

$$\begin{cases} I_{кл} = I_i + I_\phi + I_q, \\ I_A = I_e + I_i + I_\phi + I_q + I'_i + I'_q, \\ I_K = I_e + I'_i + I'_q. \end{cases} \quad (2.19)$$

Объединяя уравнение (2.18) и систему (2.19) и выражая давление через отношение токов коллектора и катода, фактически измеряемых в вакуумметрах, получим:

$$p = \frac{1}{\kappa} \frac{I_{кл}}{I_K} \cdot \frac{1 - \frac{I_\phi}{I_{кл}} - \frac{I_q}{I_{кл}}}{1 - \frac{I'_q}{I_K} - \frac{I'_i}{I_K}}. \quad (2.20)$$

Из уравнения (2.20) видно, что для использования на практике простого выражения (2.18) отношения $\frac{I_\phi}{I_{кл}}$, $\frac{I_q}{I_{кл}}$, $\frac{I'_q}{I_K}$ и $\frac{I'_i}{I_K}$ должны быть достаточно малы. В этом случае

$$p = \frac{1}{\kappa} \frac{I_{кл}}{I_K} = C' I_{кл}, \quad (2.21)$$

где $C' = C \left(1 - \frac{I'_q}{I_K} - \frac{I'_i}{I_K}\right)$.

Уменьшение упомянутых соотношений достигается соответствующими конструктивными решениями, подготовкой манометра к работе, например обезгаживанием, и соответствующим перераспределением потенциалов в манометре в процессе измерений.

Известно много вариантов ионизационных манометров с горячим катодом или электронных ионизационных манометров, в каждом из которых решается своя специфическая задача. Схемы основных вариантов представлены на рис. 2.6. Аноды вариантов 1 — 5 изготавливаются в виде сетки или проволоочной спирали, благодаря чему электроны прежде чем попасть на анод совершают несколько колебаний между ячейками или витками анода, ионизируя газ. Если анодная сетка закрыта с торцов, то чувствительность манометра растет вследствие отсутствия утечки ионов в осевом направлении. Вариант 1 реализован в манометрах типов ПМИ-2 и ПМИ-3-2 [2], с. 18 — 24. Для измерения давлений выше 10^{-3} Па служит вариант 2 (манометр типа ПМИ-10-2) [2], с. 18 — 24. Возможность измерений давлений выше 10^2 Па ограничивается в первую очередь сроком службы накаливаемого катода.

Линейность характеристик манометра $I_{кл}(p)$ сохраняется во всем диапазоне измеряемых давлений. Нарушение линейности наблюдается только на краях диапазона: при больших давлениях за счет резкого роста тока $I_{кл}$ вследствие возникновения явления газового усиления; при малых давлениях — вследствие относительного роста фоновых токов (см. (2.20)). При этом ток коллектора перестает зависеть от давления и фиксируется на постоянном уровне, определяемом суммой $(I_\phi + I_q) \gg I_i$. 39

Номер варианта	Схема манометра	Диапазон давлений, Па
1		$10^{-5}-10$
2		$10^{-3}-10^2$
3		$10^{-8}-10$
4		$7 \cdot 10^{-9}-10^{-1}$
5		$10^{-11}-10^{-2}$
6		$10^{-10}-10^{-2}$
7		$10^{-13}-10^{-3}$

Рис. 2.6. Схемы и рабочие диапазоны давлений основных вариантов электронных ионизационных манометров:

1 — с цилиндрическим коллектором; 2 — для измерения высоких давлений; 3 — манометр Байярда-Альперта; 4 — с модулирующим электродом; 5 — экстракторный; 6 — орбитронный; 7 — магнетронный; К — термокатод, А — анод, Кл — коллектор, М — моделирующий электрод, О — отражатель, Р — рефлекс, Э — экран

Для уменьшения тока I_{φ} вместо цилиндрического коллектора применяют штыревой, расположенный по оси манометра (вариант 3 — манометр Байярда-Альперта). Это приводит к существенному уменьшению телесного угла, в котором коллектор улавливает кванты рентгеновского излучения с анода, что снижает I_{φ} и расширяет нижний предел измеряемых давлений. Вариант 3 реализован в манометре типа ПМИ-27 ([2], с. 25 — 33).

Модулируя ионный ток в манометре Байярда-Альперта (вариант 3) с помощью модулирующего электрода М, подобного коллектору и расположенному между коллектором и анодом (вариант 4), можно компенсировать фон. Для этого получают два измеренных значения тока $I_{кл}$ при потенциалах на модуляторе, равных потенциалу коллектора и анода; $I_{кл}$ меняется при этом на 20 — 30%. Считая, что значение суммы токов ($I_{\varphi} + I_g$) неизменно (что, строго говоря, неверно), запишем:

$$\begin{cases} I_{кл_1} = \frac{\rho}{C'_1} + (I_{\varphi} + I_g), \\ I_{кл_2} = \frac{\rho}{C'_2} + (I_{\varphi} + I_g). \end{cases}$$

После вычитания:

$$\rho = (I_{кл_2} - I_{кл_1}) \frac{C'_1 C'_2}{C'_1 - C'_2},$$

где C'_1 и C'_2 — паспортные значения чувствительности манометра при различных потенциалах на модуляторе. Вариант 4 реализован в манометре типа ПМИ-39-2 ([2], с. 34 — 46).

Вариант 5 позволяет не только снизить величину I_{φ} за счет того, что коллектор убран из зоны прямой видимости для рентгеновского излучения с анода и защищен экраном Э, но и улучшить сбор образовавшихся ионов за счет создания с помощью рефлексора Р вытягивающей и фокусирующей системы для ионов. Это приводит к значительному увеличению чувствительности манометра ([9], с. 401 — 402).

В орбитронном манометре (вариант 6) использован путь резкого увеличения длины траектории ионизирующих электронов в логарифмическом электрическом поле, аналогично тому, как это делается в орбитронном насосе ([3], с. 82), что также повышает чувствительность и, следовательно, расширяет нижний предел измерений.

Рекордно низкое давление измеряет магнетронный электронный ионизационный манометр (вариант 7). Высокая чувстви-

тельность такого манометра обеспечивается, во-первых, увеличением длины траектории электронов, вращающихся в скрещенных электрическом и магнитном полях вокруг катода и смещающихся в направлении к аноду только в результате столкновения с молекулами газа и, во-вторых, за счет резкого снижения в режиме "магнетронной отсеки" тока электронов, попадающих на анод и, следовательно, снижения суммарного фоновых тока, поступающего на коллектор ([11], с. 40 — 41). Таким образом в магнетронном манометре достигается рекордно малая величина отношения "сигнал/шум" ([9], с. 406 — 408).

Манометры с холодным катодом. Ионизация газа в них производится в зоне горения тлеющего разряда. Такие манометры в вакуумной технике принято называть магниторазрядными. Их принцип действия основан на использовании процессов, происходящих в так называемой ячейке Пеннинга ([3], с. 83 — 84). Система электродов ячейки и наложенное магнитное поле способствуют возникновению колебательного движения электронов между двумя пластинчатыми катодами во внутренней полости цилиндрического анода. Длина винтовых траекторий значительна, что обеспечивает горение тлеющего разряда даже при очень низких давлениях. Считается, что инициатором разряда становится любой из свободных электронов, всегда имеющих в рабочей полости. Разряд локализуется по оси системы и является эффективным ионизатором молекул газа. Ионы, образующиеся в разряде, под действием электрического поля двигаются на катоды, и измерение катодного тока (или тока разряда) позволяет проводить измерение давления газа.

По сравнению с электронными ионизационными манометрами преимущество магниторазрядных заключается в отсутствии накаливаемого катода, что определяет их повышенную надежность даже в случае аварийного увеличения давления вплоть до атмосферного. Помимо этого, отпадает необходимость обеспечивать стабилизацию тока эмиссии (см. уравнение (2.17)), что сильно упрощает измерительную систему вакуумметров.

В настоящее время наибольшее распространение получили магниторазрядные манометры магнетронного и инверсно-магнетронного типов. Их схемы представлены на рис. 2.7. Физика возникновения разряда и принцип действия манометров не отличаются от описанных выше для ячейки Пеннинга. Под действием скрещенных электрического и магнитного полей свободные электроны начинают двигаться по замкнутым траекториям вокруг центрального электрода. Приблизиться к аноду электроны могут только после акта ионизации молекул газа.

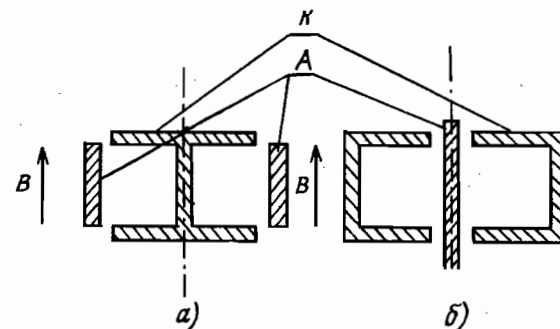


Рис. 2.7. Схемы магниторазрядных манометров: а — магнетронного, б — инверсно-магнетронного; А — анод, К — катод-коллектор

Траектория движения электрона в инверсно-магнетронном манометре (рис. 2.8) представляет собой замкнутую циклоиду ([11], с. 42). Одновременно электроны совершают колебания в осевом направлении, попадая в тормозящее поле торцевых дисков. Образовавшиеся ионы, траектории которых слабо искривляются магнитным полем, двигаются к катоду, который находится под нулевым потенциалом и соединен со входом усилителя постоянного тока вакуумметра; электроны ионизации в свою очередь начинают вращаться в рабочем пространстве манометра, вызывая ионизацию.

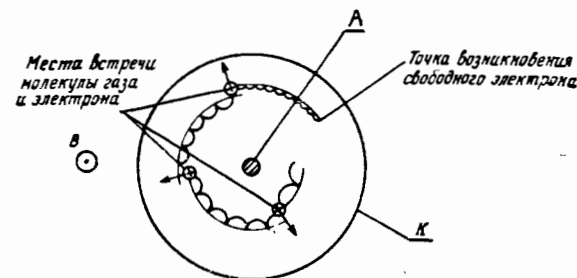


Рис. 2.8. Траектория движения электрона в инверсно-магнетронном манометре

При этом в промежутке анод — катод возникает тлеющий разряд, вращающийся относительно центрального электрода.

Зависимость разрядного тока от давления с достаточной степенью точности описывается уравнением:

$$I_p = \kappa p^\pi, \quad (2.22)$$

где I_p — разрядный ток, κ и π — постоянные. Для разных манометров и измеряемых давлений $\pi = 1, 0; \dots; 1, 4$. Для инверсно-магнетронных преобразователей π близка к единице во всем диапазоне измеряемых давлений.

Примером инверсно-магнетронного магниторазрядного манометра является манометр типа ПММ-32-1 [2], с. 11 — 17. Диапазон измеряемых давлений от $1,3 \cdot 10^{-7}$ до 1,3 Па. Его градуировочная характеристика существенно нелинейна, особенно на краях рабочего диапазона.

Верхний предел измеряемых давлений ограничен тем, что в цепь высоковольтного питания всегда включено балластное сопротивление для предотвращения перехода тлеющего разряда в дуговой. Следовательно, максимальное значение измеряемого разрядного тока равно отношению приложенного высокого напряжения к величине балластного сопротивления. Пути расширения верхнего предела измерений аналогичны путям для электронных ионизационных манометров.

Нижний предел измерений ограничивается возможностью зажигания и поддержания тлеющего разряда, а также фоновым током, создаваемым автоэлектронной эмиссией с катода под действием больших электрических полей. Рекордная величина составляет 10^{-11} Па для манометра, в котором используются специальные экранизирующие втулки, защищающие анод от автоэлектронов [1], с. 46).

3. ИЗМЕРЕНИЕ ПАРЦИАЛЬНЫХ ДАВЛЕНИЙ

Измерения полного давления остаточных газов в вакуумных системах оказываются недостаточными для целей, поставленных перед вакуумными информационно-измерительными системами ЭФУ. Для подавляющего большинства ЭФУ необходимо не только знать состав газовой среды, в которой происходит исследуемый физический процесс, но и контролировать этот состав.

Состав остаточных газов определяется характеристиками средств откачки, степенью обезгаженности оболочки вакуумной камеры и введенных в нее конструкций, составом продуктов газовой выделения или стационарной газовой нагрузки, герметичностью оболочки и другими факторами.

Анализируя состав остаточных газов, можно выделить основную причину отклонения состава газовой среды от требуемого, в том числе нарушение герметичности вакуумной системы.

Как уже отмечалось в п. 1.4, для измерения парциальных давлений в вакуумной технике используются масс-спектрометрические газоанализаторы (или масс-спектрометры). Герметичность вакуумных систем ЭФУ чаще контролируют с помощью специальных масс-спектрометров, включенных в комплекс аппаратуры, называемой течеискателем. Течеискатели по существу являются измерителями парциального давления пробного газа.

3.1. Масс-спектрометрические измерения

Газоанализаторами остаточных газов служат небольшие динамические или упрощенные статические масс-спектрометры, не имеющие собственной откачной системы и состоящие из масс-спектрометрического преобразователя и измерительной системы (см. рис. 1.2). Масс-спектрометрический преобразователь устанавливается непосредственно на испытуемой вакуумной системе.

Практически во всех масс-спектрометрических преобразователях молекулы анализируемых газов ионизируются в ионизаторе бомбардировкой ускоренным электронным пучком. Образовавшиеся положительные ионы вытягиваются из ионизатора, фокусируются в пучок и направляются в область анализа, где под действием электрических или магнитных полей (часто совмещенных) разделяются в пространстве (или во времени) по характерному для них отношению массы иона M к его заряду q . Отношение M/q называется массовым числом и выражается в атомных единицах массы (а.е.м.). Одна а.е.м. равна $1/12$ массы изотопа углерода $^{12}_6\text{C}$. Таким образом, для однозарядных ионов массовое число совпадает с молекулярной массой иона. Например, для иона H_2^+ $M/e = 2$ а.е.м., для иона CO_2^+ $M/e = 44$ а.е.м. и т.д. ([14], с. 4).

При разделении по массовым числам масс-спектрометр настраивается так, что на коллектор приходят ионы только одного сорта (массы). Во внешней цепи коллектора при этом возникает

ет ток, величина которого пропорциональна парциальному давлению данного газа. Изменяя последовательно во времени настройку масс-спектрометра на определенные массовые числа, можно добиться, чтобы на коллектор последовательно приходили ионы разных газов, образуя во внешней цепи коллектора ряд пиков, разнесенных во времени, или масс-спектр остаточных газов, пример которого приведен на рис. 3.1.

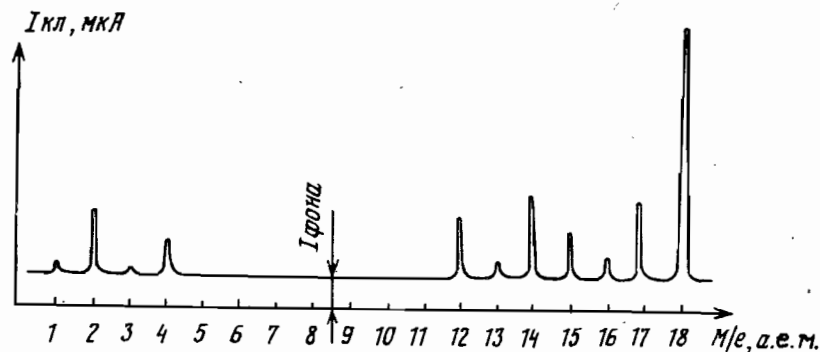


Рис. 3.1. Пример масс-спектра остаточных газов (легкие массы)

Основными характеристиками масс-спектрометров являются:

- диапазон различаемых масс, выраженных в а.е.м.;
- разрешающая способность, выражаемая отношением $M/\Delta M$,

где ΔM — наименьшее различаемое изменение массового числа:

$$\rho = M/\Delta M. \quad (3.1)$$

Разрешающая способность масс-спектрометра определяет собой верхний предел измеряемых массовых чисел: чем больше ρ , тем большие массовые числа могут быть данным прибором зарегистрированы. Величина $M/\Delta M$ для большинства масс-спектрометров определяется аналитически, но в ряде случаев может быть определена и экспериментально. На рис. 3.2 приведены примеры трех масс-спектров, полученных на приборах с различной разрешающей способностью [15, с. 26]. В этом случае

$$\rho = \frac{M}{\Delta M} = \frac{b\bar{M}}{a\Delta M},$$

где b — расстояние между соседними пиками; a — ширина пика у основания (или на высоте 0,1 или 0,5); $\bar{M}$ — среднее массовое число для двух соседних пиков; ΔM — разность массовых чисел двух соседних пиков.

Масс-спектр, изображенный на рис. 3.2, в, получен на приборе с явно недостаточной разрешающей способностью.

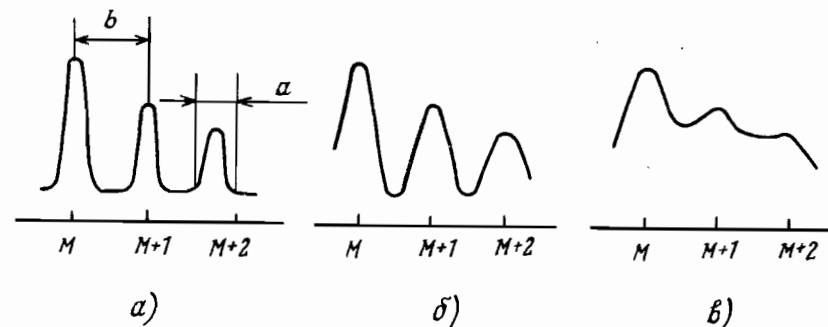


Рис. 3.2. Примеры масс-спектров при различной разрешающей способности масс-спектрометров

В зависимости от типа масс-спектрометра для всего диапазона измеряемых массовых чисел могут быть постоянными величины: ΔM , $M/\Delta M$ или $M^2/\Delta M$. Постоянство той или другой из приведенных величин определяет внешний вид получаемых масс-спектров.

Чувствительность — характеристика, аналогичная характеристике ионизационного манометра, определяется как отношение изменения ионного тока в цепи коллектора к вызывающему его изменению парциального давления газа и выражается в $A/\Pi a$. В зависимости от рода газа чувствительность меняется, что важно учитывать для правильной расшифровки масс-спектра.

Порог чувствительности — минимальное измеряемое парциальное давление газа, которое может быть определено при данном отношении "сигнал/шум". Обычно за начало регистрации принимают сигнал, амплитуда которого вдвое превышает уровень фонового сигнала.

Максимальное рабочее давление — давление, при котором отклонение от линейной зависимости между ионным током и соответствующим ему парциальным давлением превышает 10%. Обычно масс-спектрометры работают при давлениях $(10^{-3} -$

10^{-2}) Па. Падение чувствительности масс-спектрометра с ростом давления происходит вследствие рассеяния ионов в анализаторе, когда средняя длина их свободного пробега λ становится сравнима с длиной траектории ионов L . Потери ионного пучка в области анализа при этом могут быть оценены по формуле:

$$\frac{I_{кл}}{I_{ион}} = e^{-\frac{L}{\lambda}}, \quad (3.2)$$

где $I_{кл}$ — ток, достигающий коллектора; $I_{ион}$ — ток, вышедший из ионизатора и вошедший в анализатор.

Чтобы получить максимальную разрешающую способность, в масс-спектрометрах выгодно иметь большую величину L , но при этом желание повысить рабочее давление для снижения требований ко всем системам масс-спектрометра приводит к падению чувствительности прибора.

Число известных конструкций масс-спектрометров достаточно велико. Обычно их классифицируют на основе эффектов, используемых в анализаторах масс-спектрометрических преобразователей для разделения пучка ионов по массам ([14], с. 6 — 25).

Условно масс-спектрометры делят на две группы: статические, в которых разделение ионов происходит в постоянных электрических и магнитных полях или в их комбинациях; динамические, в которых разделение ионов происходит в переменных полях.

Расшифровка масс-спектров остаточных газов. Число пиков в масс-спектрах обычно значительно превышает число компонентов исследуемой газовой смеси. Это связано с тем, что каждый "чистый" газ обладает своим индивидуальным масс-спектром, их аддитивное наложение и определяет общий масс-спектр. Причины, приводящие к образованию индивидуального масс-спектра: образование ложных пиков, появление осколочных и многозарядных ионов, ионов изотопов и т.п. Вследствие этого отсутствует четкая корреляция между определенными пиками и определенными газами, между их амплитудой и парциальным давлением.

Таким образом, задача расшифровки масс-спектра состоит из двух частей: 1) определение компонентного состава смеси газов; 2) расчет парциальных давлений.

Определить компонентный состав можно по табл. 3.1 ([9], с. 442), в которой приведены относительные амплитуды сопутствующих пиков в индивидуальных масс-спектрах β , $\beta = \frac{U_c}{U_o}$, где U_o — амплитуды основных пиков, U_c — амплитуды сопутствующих пиков.

Таблица 3.1

Относительные амплитуды сопутствующих пиков в индивидуальных масс-спектрах газов

M/e	Ионы	Газ									
		H ₂	He	CH ₄	H ₂ O	Ne	N ₂	CO	O ₂	Ar	CO ₂
		метан									
1	H ⁺	*		*	0,06						
2	H ₂ ⁺ , He ⁺⁺	1	*	*	0,02						
4	He ⁺		1								
12	C ⁺			0,02				0,03			0,03
13	CH ⁺			0,06							
14	N ₂ ⁺⁺ , CH ₂ ⁺			0,14			0,06				0,03
15	CH ₃ ⁺			0,8							
16	O ⁺ , CH ₄ ⁺			1	0,03			0,04	0,07		0,08
17	OH ⁺ , NH ₃ ⁺			0,07	0,3						
18	HOH ⁺			0,03	1						
20	Ar ⁺⁺ , Ne ⁺					1				0,1	0,13
22	осколочный					0,1					
28	N ₂ ⁺ , CO ⁺ , C ₂ H ₄ ⁺						1	1			
29	осколочный						0,01	0,02			
32	O ⁺							0,01	1		
40	Ar ⁺									1	
44	CO ₂ ⁺										1

Примечание: * — редко появляющиеся пики; 1 — основной пик газа.

Таблица 3.2

Коэффициенты относительной чувствительности масс-спектрометров, C_i

Тип прибора	Газ									
	H ₂	He	CH ₄	H ₂ O	Ne	N ₂	CO	O ₂	Ar	CO ₂
Статический с магнитным отклонением	0,46	0,17	0,84	1,05	0,25	1	1,08	0,83	1,3	1,1
Динамический резонансный	0,45	0,21	0,67	0,65	0,3	1	1,1	0,7	1,2	1,37

Обычно для высоковакуумных систем ЭФУ приблизительный вид спектра и его компоненты известны. Например, в системах, откачиваемых сорбционными насосами, обычно присутствуют H_2 , He , Ne , N_2 , CO , Ar , для непрогретых систем характерно наличие паров воды.

В этом случае по полученному масс-спектру легко определить качественный состав смеси остаточных газов, сравнивая присутствующие в спектре пики с табл. 3.1. Отсутствие каких-либо пиков в спектре указывает на отсутствие в системе определенных газов (или на недостаточную чувствительность масс-спектрометра).

Общий прием в расшифровке масс-спектров состоит в решении системы линейных уравнений вида:

$$U_x = \sum_{i=1}^n U_{cx_i} = \sum_{i=1}^n \kappa_{x_i} \rho_i, \quad (3.3)$$

где U_x — амплитуда пика в масс-спектре газовой смеси, соответствующего массовому числу $M/e = x$; U_{cx_i} — амплитуда сопутствующего пика i -го газа с массовым числом x_i ; κ_{x_i} — коэффициент чувствительности масс-спектрометра по i -му газу для массового числа x ; $\kappa_{x_i} = \beta_i \kappa_i = \frac{U_{cx_i} \kappa_i}{U_{o_i}}$ (κ_i — коэффициент чувствительности масс-спектрометра по основному пику i -го газа); ρ_i — парциальное давление i -го газа; n — число компонентов в смеси газов.

В расчетах удобно пользоваться коэффициентом относительной чувствительности масс-спектрометра по разным газам C_i , значения которых для двух типов масс-спектрометров приведены в табл. 3.2:

$$C_i = \frac{\kappa_i}{\kappa_o}, \quad (3.4)$$

где κ_o — коэффициент чувствительности по основному пику опорного газа (обычно азота или аргона).

Подставляя в уравнение (3.3) выражение для κ_{x_i} , получим:

$$U_x = \kappa_o \sum_{i=1}^n \frac{U_{cx_i}}{U_{o_i}} C_i \rho_i = \kappa_o \sum_{i=1}^n \beta_i C_i \rho_i. \quad (3.5)$$

Система уравнений (3.5) не имеет решений для случая $i > x$, т.е. когда число газов в смеси превышает число пиков в

спектре; имеет единственное решение при $i = x$ и имеет несколько решений при $i < x$. Последний случай наиболее часто встречается на практике, что приводит к некоторой неопределенности в получаемых результатах.

Задача усложняется, если в системе присутствуют пары углеводородов или других органических соединений. Даже простейшие из них имеют большое количество пиков в индивидуальном масс-спектре, например метан — 9 пиков, этан — 10 пиков, диффузионное масло — 19 пиков и т.д. В общем случае расшифровка такого масс-спектра невозможна [14, с. 26].

Для решения системы уравнений (3.5) необходимо знать значение коэффициента чувствительности масс-спектрометра по опорному газу κ_o или коэффициенты чувствительности по всем газам смеси κ_i . Для этого перед измерениями проводится градуировка масс-спектра по эталонным смесям газов. Этот метод определения парциальных давлений наиболее точен. Он позволяет выполнять прямые измерения, не используя манометры для измерения полных давлений, которые в свою очередь вносят неопределенность в измерения. Однако определение коэффициентов чувствительности по опорным газам существенно увеличивает общее время измерений. Поэтому обычно проводят несколько упрощенную процедуру, заключающуюся в одновременном измерении полного давления и снятии масс-спектра.

В этом случае измеренное неабсолютным манометром полное давление p_o на основании закона Дальтона определяется следующим выражением:

$$p_o = \sum_{i=1}^n \varphi_i \rho_i, \quad (3.6)$$

где ρ_i — парциальное давление i -го газа; n — число газов в смеси; φ_i — коэффициент относительной чувствительности манометра по i -му газу.

Парциальное давление i -го газа находится из уравнения:

$$\rho_i = p_o \frac{U_i}{C_i \sum_{i=1}^n \frac{U_i \varphi_i}{C_i}}, \quad (3.7)$$

где U_i — амплитуды основных пиков i -х газов.

Для "чистых" вакуумных систем ЭФУ существуют эмпирические уравнения, позволяющие рассчитать величины U_i ([5], с. 23 — 24).

Таблица 3.3

Основные типы масс-спектрометров

Группа	Тип	Принцип действия анализатора	Марка прибора
Статические	Магнитный	Движение ионов разных масс по разным радиусам в поперечном магнитном поле	МСД-1 МСМР
	Панорамный	Резонансная группировка ионов в колеблющиеся пакеты с увеличением заряда при условии $\omega_{mod} = \omega_{колеб.}$	АПДП-2
Динамические	Омегатронный	Резонансное ускорение ионов в ВЧ-электрическом поле при движении в постоянном поперечном магнитном поле по спирали	ИПДО-2
	Квадрупольный	Движение резонансных ионов по устойчивым траекториям в комбинации ВЧ и постоянного электрических полей в специальной системе электродов	КМ-1 КМ-2
	Монопольный	Упрощенный вариант квадрупольного	МХ-7301 или МХ-7304
	Времяпролетный	Разделение ионов в пространстве в зависимости от времени пролета или дрейфового промежутка	МСХ-4, масс-рефлектор
	Радиочастотный	Резонансное ускорение ионов в ВЧ-электрическом поле до максимальной энергии, превышающей потенциал торможения	МХ-6408 РМС-2

Техника масс-спектрометрических измерений. В табл. 3.3 приведены основные типы масс-спектрометров, используемые для анализа остаточных газов в вакуумных системах ЭФУ. В таблице масс-спектрометры разделены на две группы. В колонке "принцип действия" указаны основные отличительные особенности движения ионов в области анализа для каждого типа масс-спектрометра. Общим является то обстоятельство, что до коллектора доходят только резонансные ионы или ионы, массовые числа которых удовлетворяют условиям прохождения ионов от области ионизации до коллектора. Остальные ионы или ионы других массовых чисел не попадают на коллектор, обычно уходя на стенки преобразователя. Исключением в этом случае является лишь панорамный масс-спектрометр, в котором образующиеся ионные пакеты не поступают на коллектор, а наводят на нем сигнал, пропорциональный колеблющемуся заряду. Ионы, не захваченные в режим колебаний, создают фоновый сигнал, так как не группируются в пакеты.

Подробно принцип действия и устройство масс-спектрометров рассмотрены в большом числе источников, см. например [6], с. 142 — 150; [7], с. 149 — 158, [9], с. 423 — 441; [14], с. 6 — 25, поэтому в данном пособии ограничимся лишь кратким рассмотрением схем, поясняющих принцип действия масс-спектрометров (рис. 3.3). Здесь приняты следующие обозначения: И — ионизатор (источник газов); е — источник электронов; В — магнитное поле; Кл — коллектор; U_0 — напряжение, ускоряющее ионы в направлении области анализа; $(M/e)_i$ — массовое число ионов i -го газа; другие параметры с индексом " i " означают, что именно их изменение приводит к развертке спектра по массовым числам; К — во всех случаях постоянная именно этого типа масс-спектрометра, в которую входят все геометрические и энергетические характеристики преобразователя.

Для некоторых схем на рис. 3.3 приведены основные соотношения и графики распределения полей, поясняющие физический принцип действия. В правой колонке представлены зависимости массовых чисел ионов, достигающих коллекторов, от одного из параметров масс-спектрометра, изменение которого позволяет получить спектр масс.

В настоящее время известны масс-спектрометры, представляющие собой комбинации рассмотренных типов, например магнитные резонансные с дополнительным ускорением ионов в ВЧ-резонаторе при их движении в поперечном магнитном поле (МСМР).

N п/п	Схема анализатора	Уравнение измерения
1		$(M/e)_i = \frac{R^2 B^2}{2 U_{0i}} = \frac{K}{U_{0i}}$
2		$(M/e)_i = \frac{K}{(\omega_{mod i})^2}$ $\omega_{mod} = \omega_{колеб}$
3		$(M/e)_i = \frac{K}{\omega_i}$
4		$(M/e)_i = \frac{2 U_0 (\Delta t)_i^2}{L^2} = K (\Delta t)_i^2$ $\Delta t = t_2 - t_1$
5		$(M/e)_i = k E_{\sim i}$ $\sigma = \frac{E_{\sim}}{E_0} = const$
6		$(M/e)_i = k U_{0i}$ $\Delta W_{max} > e U_{трм}$

Рис. 3.3 Схемы анализаторов основных типов масс-спектрометров и их уравнения измерений:
1 — магнитный; 2 — панорамный; 3 — омегатронный; 4 — времяпролетный; 5 — квадрупольный (а) и монополюсный (б); 6 — радиочастотный

Вопросы применения масс-спектрометров различных типов.

Основные требования, которым должны удовлетворять измерители парциального давления, — малое газоотделение преобразователя и высокая чувствительность. Разрешающая способность таких приборов обычно невысока (до 100), так как в состав остаточных газов в вакуумных системах ЭФУ входят в основном легкие газы. Преобразователи всех масс-спектрометров, установленных на испытываемой вакуумной системе, для обезгаживания должны быть прогреты при температуре 600 — 700 К.

Для магнитных масс-спектрометров характерны широкие пики в получаемых масс-спектрах, что связано, в первую очередь, с разбросом начальных энергий анализируемых ионов. Они просты, легко автоматизируются и используются на линии с управляющими ЭВМ. Минимальная величина измеряемого парциального давления 10^{-8} Па.

Панорамный масс-спектрометр удобен для индикации качественного состава смеси остаточных газов при анализе быстропротекающих процессов. Чувствительность его недостаточна для измерения парциальных давлений, так как величина измеряемого парциального давления должна составлять не менее 3% от величины полного давления. Для качественной оценки индуцируемый на экране осциллографа масс-спектр нуждается в начальном сравнении с масс-спектром, полученным каким-либо другим способом.

Омегатронный масс-спектрометр исторически является первым промышленным прибором для измерения парциальных давлений. Физика его работы и способы расшифровки получаемых спектров масс рассмотрены во многих публикациях. Он широко применяется для измерения парциальных давлений легких газов вплоть до 10^{-10} Па. При работе в системах, где возможно попадание углеводородов в область анализа, нуждается в периодическом прогреве преобразователя до температуры 670 К.

Квадрупольные и монополюсные масс-спектрометры наиболее широко применяются в вакуумных системах ЭФУ. Это обусловлено их надежностью, высоким быстродействием и независимостью результата анализа ионов по массовым числам от их начальной энергии. Анализируемые ионы могут иметь даже разброс по энергиям. Это позволяет применять ионизаторы с "холодным" катодом и повышать рабочее давление. Предельное измеряемое парциальное давление составляет 10^{-12} Па.

Времяпролетные масс-спектрометры характеризуются широким диапазоном регистрируемых масс и высоким быстродей-

ствием. Полный спектр может быть получен за время 10^{-7} с, что позволяет использовать их для регистрации быстрых изменений парциальных давлений в динамических системах, например при исследовании газовыделения.

Основное преимущество радиочастотных масс-спектрометров — отсутствие ограничений на величину поперечного сечения анализируемого ионного пучка; они нашли основное применение в космических исследованиях.

3.2. Течеискание в вакуумной технике

Масс-спектрометрический метод поиска течей. В настоящее время основной целью, ради которой проводится измерение парциального состава газа, является измерение герметичности и нахождение мест течи вакуумных систем. Понятие герметичности возникает тогда, когда ведется откачка системы до заданного давления. Очевидно, что при этом должно выполняться следующее неравенство:

$$p_{\infty} = \frac{Q_{г.в} + \sum Q_{течь}}{S_{эфф}} \leq p_z, \quad (3.8)$$

где p_{∞} — предельное остаточное давление в системе; $S_{эфф}$ — эффективная скорость откачки системы; $Q_{г.в}$ — суммарный поток газовыделений; $\sum Q_{течь}$ — суммарный поток течей; p_z — заданное давление в системе.

В реальных случаях поток газовыделения не намного меньше суммарного потока через течи. Метод, позволяющий оценивать вклад каждого из этих двух потоков, описан в работе [5], с. 27 — 28. Вообще говоря, требования по величинам потоков течей и газовыделений должны быть едиными, но удовлетворять им можно в определенной последовательности. Наличие течей и величина потока натекания определяют пригодность системы для дальнейшего использования, и поэтому они должны контролироваться непосредственно при сборке системы или после каждой ее разгерметизации. В то же время уменьшение потока газовыделения можно проводить и позднее путем вакуумной температурной тренировки системы.

Абсолютно герметичных вакуумных систем не бывает; таким образом, задача состоит в том, чтобы добиться минимального суммарного потока натекания. Для динамических вакуумных систем ЭФУ предельно допустимый поток натекания определяется

из уравнения (3.8). Природа течей может быть самой разной: трещины и поры в стенках камер, неплотности во фланцевых соединениях и в сварных швах и т.п. В сверхвысоковакуумных системах поиск течей затруднен вследствие малых величин потоков натекания. Существует эмпирическое правило: если течи отсутствуют при высоком вакууме, они отсутствуют и при сверхвысоком. Видимо, малые течи могут самозакрывать из-за нарастания в них сорбированных молекулярных слоев.

Любой из рассмотренных в п. 3.1 масс-спектрометров может быть использован при течеискании в том случае, если натекающий через течи газ (или смесь газов) заменить на пробный. В этом случае можно настроить масс-спектрометр на регистрацию только пробного газа, массовое число которого известно. Однако возможности такого способа течеискания ограничены. В первую очередь, ограничения связаны с необходимостью получения в системе вакуума, достаточного для нормальной работы масс-спектрометра ($< 10^{-2}$ Па), что не всегда возможно при начальной сборке системы. Кроме того, этот способ не позволяет осуществлять проверку форвакуумной части системы. Требования высокой разрешающей способности и высокой чувствительности для всех масс-спектрометров противоречат друг другу. Для измерения малых потоков натекания необходимо иметь высокую чувствительность масс-спектрометра и, следовательно, пониженную разрешающую способность [14], с. 32 — 36).

Масс-спектрометрический метод поиска течей успешно применяется в случае использования специальных приборов-течеискателей, в систему регистрации пробного газа которых (см. рис. 1.2) включены специальные магнитные масс-спектрометры.

Гелиевые течеискатели. Основным пробным газом, применяемым при работе с масс-спектрометрическими течеискателями, является гелий, малая молекулярная масса которого и низкая сорбционная способность обеспечивают хорошее проникновение через малые течи, а инертность делает безопасным в применении. Гелий в весьма малых количествах содержится в атмосферном воздухе и продуктах газовыделения, так что фоновый сигнал небольшой. Массовое число иона гелия равно 4 а.е.м. и относительно сильно отличается от ближайших к нему соседних массовых чисел (пиков) в спектре (водород $^3H^+$ и углерод $^{12}C^{++}$). Это позволяет снизить разрешающую способность масс-спектрометра до $\rho = 1$.

Магнитный масс-спектрометр для регистрации ионов гелия с $\rho = 1$ прост, малогабаритен и может быть сделан с очень большой чувствительностью (до $7,5 \cdot 10^{-6}$ А/Па).

Все серийные отечественные масс-спектрометрические детекторы настроены на индикацию гелия и носят название гелиевых [16], с. 134–143; [7], с. 234).

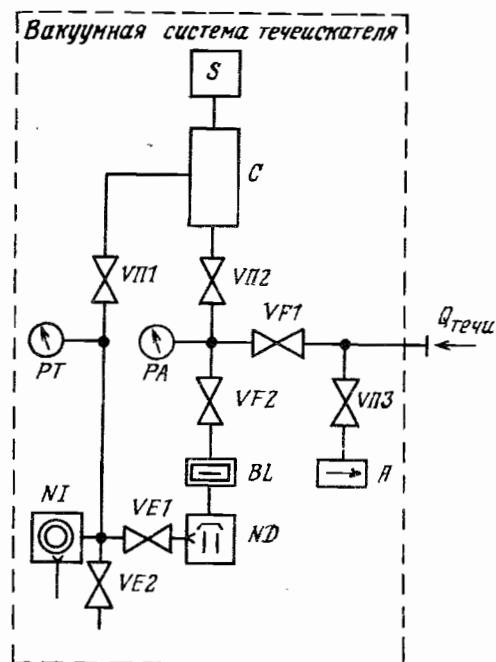


Рис. 3.4. Принципиальная схема гелиевого масс-спектрометрического течеискателя типа ПТИ-10

Подробно устройство гелиевого течеискателя типа ПТИ-10 рассмотрено в работе [2], с. 61 — 78. Схема его вакуумной системы приведена на рис. 3.4 (схема выполнена в соответствии с ГОСТ 2.797-81). В течеискателе ПТИ-10 снижен уровень фонового сигнала. Для этого применены металлические уплотнения вместо резиновых и использован диффузионный насос (ND) с повышенной плотностью струи, что исключает противодиффузию гелия и увеличивает скорость его откачки (см. [3], с. 47, рис. 3.4). Минимальная измеряемая масс-спектрометром S величина парциального давления гелия составляет 10^{-10} Па. Предварительная откачка камеры масс-спектрометра C осуществляется ме-

ханическим насосом *М* через линию байпасной откачки, отсекаемую клапаном с ручным приводом *VII*. Если минимальное регистрируемое давление гелия известно, то минимальный регистрируемый поток натекания в первую очередь определяется эффективной скоростью откачки гелия. Для уменьшения скорости откачки и, следовательно, увеличения чувствительности в течеискателе предусмотрен дроселирующий (дозировующий) клапан *VF2*. Калиброванная гелиевая течь "ГЕЛИТ", обозначенная на схеме буквой А, используется для калибровки течеискателя в соответствии с выражением:

$$Q_{He_{мин}} = \frac{Q_{калиб}}{\alpha_T - \alpha_{\varphi}} \Delta \alpha_{\varphi}, \quad (3.9)$$

где $Q_{\text{He мин}}$ — минимальный регистрируемый поток гелия; $Q_{\text{калиб}}$ — поток "ГЕЛИТ"; α_r — установившийся сигнал при измерении потока калиброванной течи; α_{φ} — фоновый сигнал; $\Delta \alpha_{\varphi}$ — флуктуации фонового сигнала.

При дросселировании откачки помимо снижения эффективной скорости откачки гелия происходит снижение уровня флуктуаций фонового сигнала, что приводит к дополнительному повышению чувствительности течеискателя за счет уменьшения минимального регистрируемого давления гелия на уровне фона (удвоенная амплитуда сигнала по сравнению с фоном):

$$p'_{He_{мин}} = \frac{2\Delta\alpha_{\Phi}}{k_{He}},$$

где $\rho'_{He_{мин}}$ — минимальное приращение давления гелия; k_{He} — чувствительность течеискателя по гелию.

Магниторазрядный манометр РА контролирует повышение давления в камере масс-спектрометра С при дросселировании и аварийно отключает масс-спектрометр при превышении предельно допустимого давления.

Методика течеискания. Важнейшей характеристикой любого течеискателя является его чувствительность, или способность различать минимальные количества пробного вещества (или газа). Однако при измерении потоков натекания в реальных системах, когда оно проводится в условиях газовыделения, наличия многих течей и динамической откачки, величина минимально определяемого потока течи $Q_{T\min}$ не определяется только параметрами течеискателя, а зависит от методики проведения испытаний. Таким образом, следует говорить о чувствительности течеискания.

Рассмотрим некую вакуумную систему, к которой подключен течеискатель. Система имеет газовыделение — поток $Q_{гв}$, течь — поток натекания $Q_{т}$ и минимальную течь — поток $Q_{тмин}$. Для эффективного течеискания необходимо обнаруживать малые течи на фоне больших.

При реальном поиске течей и обдуве "подозрительного" места на внешней стороне вакуумной камеры струей гелия в какой-то момент времени поток воздуха $Q_{т}$ заменяется на поток гелия, попадающий в течеискатель. Однако гелий не может полностью вытеснить в течи воздух, следовательно, в течеискатель попадает воздушно-гелиевая смесь. И по существу течеискатель должен измерять изменение концентрации гелия. Способность течеискателя реагировать на изменение концентрации гелия в системе определяется газоаналитической чувствительностью

$$\beta = \frac{1}{C_k} \left(\frac{Q_{тмин}}{Q_{гв} + Q_{т}} \right) = \frac{1}{C_k} \frac{Q_{тмин}}{\rho_{\infty} S_{эфф}} , \quad (3.10)$$

где C_k — поправочный коэффициент, отражающий неполное замещение воздуха в течи гелием; $Q_{т}$ — суммарный поток натекания; ρ_{∞} — предельное давление, получаемое в системе; $S_{эфф}$ — эффективная скорость откачки системы.

Газоаналитическая чувствительность определяется стабильностью течеискателя, его избирательной способностью (чувствительностью) по гелию и конкретными условиями в данной вакуумной системе.

Современные течеискатели способны показывать наличие гелия в атмосферном воздухе; значит, значение β может достигать величины 10^{-7} . Исходя из уравнения (3.10), можно записать, что минимальный поток натекания, измеряемый течеискателем в рассмотренном случае, составляет

$$Q_{тмин} = C_k \beta \rho_{\infty} S_{эфф} . \quad (3.11)$$

Помимо этого на чувствительность течеискания существенным образом влияют динамические процессы установления парциального давления гелия в системе, то есть временные характеристики течеискания ([16], с. 139 — 140). Пусть в момент времени $t = 0$ в систему с объемом V , не содержащую гелия, начинает поступать через течь поток гелия Q_{He} . Рост парциального давления гелия в системе описывается уравнениями:

$$V \frac{d\rho_{He}}{dt} = Q_{He} - \rho_{He} S_{эффHe} , \quad (3.12)$$

$$\rho_{He}(t) = \frac{Q_{He}}{S_{эффHe}} \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}} \right) ,$$

где $S_{эффHe}$ — эффективная скорость откачки системы по гелию;
 $\tau = \frac{V}{S_{эффHe}}$ — постоянная времени течеискания.

Отсюда видно, что предельное равновесное давление гелия в системе, равное $\frac{Q_{He}}{S_{эффHe}}$, тем больше, чем меньше $S_{эффHe}$, т.е. для увеличения чувствительности выгодно снижать скорость откачки гелия. Однако при этом снизится скорость нарастания давления гелия в объеме, так как возрастает τ , следовательно, увеличивается инерционность системы и время измерения. Видно, что факторы скорости измерения и чувствительности противостоят друг другу. В каждом конкретном случае необходимо определять приоритет этих факторов и принимать меры по его обеспечению.

Уравнения (3.12) записаны для случая, когда гелий подается на течь неограниченно долго. На практике при обдуве "подозрительных" мест это условие обеспечить нельзя (без применения метода "колпака", см. [16], с. 141 — 143) и тогда, считая, что в момент t_1 прекращается подача гелия ($Q_{He} = 0$), можно записать зависимость давления гелия в системе от времени:

$$\rho_{He}(t) = \frac{Q_{He}}{S_{эффHe}} \left(1 - e^{-\frac{t_1}{\tau}} \right) e^{-\frac{\Delta t}{\tau}} , \quad (3.13)$$

где Δt — время обдува течи гелием.

Обычно на практике время обдува выбирается из условия $\tau \leq \Delta t \leq 3\tau$, что обеспечивает достижение в объеме от 63% до 95% максимально возможного значения давления гелия. Временные характеристики течеискания аналогичны переходным процессам в электротехнике (см., например, [5], с. 40).

Учет динамического процесса установления или изменения давления гелия в системе позволяет записать выражение (3.11) в виде

$$Q_{тмин} = C_{\tau} C_k \beta \rho_{\infty} S_{эфф} , \quad (3.14)$$

где C_{τ} — уменьшение концентрации гелия в системе вследствие реальных временных соотношений.

Уравнение (3.14) определяет чувствительность течеискания в случае реального поиска течей в вакуумных системах.

4. ПРИМЕНЕНИЕ ВАКУУММЕТРИЧЕСКОЙ АППАРАТУРЫ НА ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ УСТАНОВКАХ

4.1. Информативность вакуумных измерений

Для правильно спроектированной вакуумной системы ЭФУ вакуумные измерения носят прежде всего информационный характер и в системах автоматического управления ЭФУ на базе ЭВМ позволяют проводить автоматическую проверку исправности вакуумного оборудования и возможности проведения физического эксперимента. Эти возможности закладываются в вакуумную систему ЭФУ на стадии проектирования, при этом требование на параметры среды в вакуумной камере зависят в первую очередь от вида и назначения ЭФУ и достаточно жестко определены ([1], с. 14—54). В этом случае можно рассматривать вакуумные измерения как процесс передачи непрерывных сообщений о вакуумных параметрах или, иными словами, как процесс передачи информации по каналу связи. Для анализа этого процесса может быть применен весь аппарат теории информации, но в настоящем пособии остановимся лишь на некоторых его специфических особенностях.

Все вакуумные системы ЭФУ являются динамическими, следовательно, характеризуются нестационарными процессами, происходящими в вакуумных камерах. При измерении быстро меняющегося давления существенное влияние оказывают газокINETические и сорбционные процессы в манометре, существенно ограничивающие его быстродействие.

Переходной процесс в тепловых манометрах, с которым связана потеря части информации, характеризуется постоянной времени τ , которая складывается из следующих компонентов ([11], с. 29—30):

$$\tau = \tau_{гк} + \tau_n + \tau_{и},$$

где $\tau_{гк}$ — газокINETическая постоянная времени манометра, характеризующая быстроту выравнивания давления в объеме преобразователя с давлением в вакуумной камере; τ_n — постоянная времени манометра, характеризующая инерционность его нагревательного элемента; $\tau_{и}$ — инерционность обработки сигнала измерительной системой вакуумметра.

ГазокINETическая постоянная для манометра закрытого типа ПМТ-6-3 при давлении 1 Па составляет 10 мс и уменьшается при повышении давления. Постоянная времени τ_n зависит от

теплоемкости нити, режима работы и рабочего давления. Для манометра ПМТ-6-3, работающего в режиме постоянной температуры нити, τ_n составляет 5 мс при давлении 1 Па и уменьшается с ростом давления. Инерционность измерительных систем современных вакуумметров составляет 5—15 мс.

Таким образом, переходный процесс для тепловых манометров продолжается 30—40 мс при давлении 1 Па и 15—20 мс — при давлении 10^3 Па. Это означает, что для измерения квазиравновесной величины изменяющегося давления на уровне 95% необходимое время измерения составляет 3τ или 100—200 мс, что слишком много в случае использования тепловых манометров в канале связи с ЭВМ в режиме реального времени.

Для ионизационных манометров время измерения существенно меньше и для манометров открытого типа определяется практически постоянной времени измерительных систем вакуумметров. Время измерения масс-спектрометрами зависит от времени развертки спектра и минимально — для времяпролетных масс-спектрометров (без учета времени расшифровки спектра).

На количество передаваемой по каналу связи "вакуумная камера — манометр — система регистрации" информации существенное влияние оказывают помехи и погрешности, возникающие в каждом передаточном звене. В вакуумной технике принято анализировать лишь те помехи и погрешности, которые присущи манометрам или масс-спектрометрам.

Как отмечалось, одним из основных источников погрешностей является неопределенность в составе остаточного газа в вакуумной системе. Чувствительность манометров всех типов (кроме абсолютных), а также масс-спектрометров зависят от рода газа. Одинаковые показания преобразователей по различным газам соответствуют неодинаковым давлениям. Если преобразователь имеет градуировку по воздуху (азоту), а измеряется давление некоего газа, то пересчет показаний производится по формуле:

$$\alpha(p)_r = q_r \alpha(p)_{возд},$$

где q_r — пересчетный коэффициент для газа; $\alpha(p)$ — показания преобразователя при давлении p .

Таблицы пересчетных коэффициентов для тепловых и ионизационных манометров приведены в работе [16], с. 101, табл. 17; с. 109, табл. 18. Для тепловых манометров возможны ошибки при измерении давления в два и более раз, а для ионизационных в три — пять раз. Все, сказанное об ионизационных манометрах, справедливо и для масс-спектрометров и учитывается при расшифровке масс-спектров.

Другая существенная особенность ионизационных методов измерения — откачивающее действие ионизационных преобразователей. Давление в преобразователе может отличаться от давления в системе, что особенно сильно выражено для преобразователей закрытого типа. Скорость откачки магниторазрядных преобразователей может достигать $1 \text{ л} \cdot \text{с}^{-1}$. При этом скорость откачки практически не зависит от давления ([11], с. 51 — 53).

В результате сильного откачивающего действия, нелинейности характеристики и нестабильности разрядных процессов магниторазрядные манометры характеризуются самой большой погрешностью измерения давления.

Следует отметить, что погрешности измерений манометрами всех типов возрастают при уменьшении давления ([8], с. 9).

Для нестационарных процессов, происходящих в вакуумных системах ЭФУ, характерно нарушение изотропности поля скоростей молекул и установление некоторых преимущественных направлений их движения. Нарушение изотропности приводит к дополнительной потере части информации о газовой среде в вакуумной камере, обычно характеризующейся некоторыми средними параметрами.

4.2. Измерение давления в нестационарных системах

В работе [10], с. 158 дан конкретный пример анизотропии поля давления в электрофизической установке за счет переотражений молекул в системе: вакуумная камера — сорбирующая поверхность (или насос) — исследуемый объект. В такой системе при условии, что вакуумная камера сферическая и с ее стенок нет газовой выделения, давление на объект всегда меньше давления на стенку, причем разница между ними тем существеннее, чем больше площадь сорбирующей поверхности относительно площади внутренней поверхности вакуумной камеры. Из этого следует, что установленный в камере манометр дает сигнал, зависящий от его ориентации. Этот пример, с одной стороны, показывает, что давление не является единственной и однозначной характеристикой остаточной среды. С другой стороны, возникает сомнение в адекватности понятий: давление и молекулярная концентрация ([17], с. 3 — 5). Следует тщательно подходить к интерпретации результатов измерений в каждом конкретном случае.

Если анизотропия приводит к возникновению потоков газа, следует использовать манометры, измеряющие концентрацию

молекул независимо от направления их движения. Однако это не позволяет измерить пространственное распределение потоков. Для решения такой задачи существует специальная методика измерения, использующая манометры закрытого типа ([10], с. 160). При анализе параметров потока частиц, имеющих скорости, существенно превышающие тепловые, также могут быть использованы манометры закрытого типа. В этом случае быстрые частицы претерпевают многократные столкновения со стенками соединительного патрубка манометра и в результате их энергия становится соответствующей равновесной температуре преобразователя.

Таким образом, полную картину состояния вакуума в системах с сорбирующими поверхностями и термодинамически неравновесных системах можно составить только с помощью комбинации манометров открытого и закрытого типа. При размещении преобразователей закрытого типа непосредственно в камере их соединительные патрубки необходимо ориентировать на те зоны "теплых" стенок камеры, которые обладают наибольшим газовыделением или в которых имеется большая вероятность негерметичности. При этом следует помнить, что использование манометра закрытого типа всегда приводит, во-первых, к возникновению возможности увеличения погрешностей измерений и, во-вторых, к возрастанию газокинетической постоянной времени измерения.

В электрофизических установках вакуумная система часто является многокамерной, с комбинацией вакуумных насосов, многочисленными трубопроводами и т.д. Естественно, что измерения в подобных системах также имеют определенные особенности. Одна из них — влияние на точность измерений селективности используемых средств откачки ([3], с. 47, 87). В общем случае относительные парциальные давления в многокамерных системах меняются и не совпадают с относительным потоком, что и усложняет измерения ([10], с. 172 — 173).

Многокамерные системы можно применять для измерения постоянных или меняющихся вакуумных параметров в таких режимах, когда прямое использование манометров затруднено. Например, манометры с накалимым катодом не могут длительно эксплуатироваться в среде химически активных газов даже при давлениях порядка 10^{-2} Па. В некоторых системах скорость изменения давления превышает предельно фиксируемую измерительной аппаратурой. В этих случаях к основной камере подсоединяется одна или несколько вспомогательных, соединенных с основной элементами с малой проводимостью и снабженных

собственными манометрами и средствами откачки (метод отвлечения). В стационарном режиме в такой системе снижается непосредственно измеряемое давление, а в нестационарном, кроме того, и скорость его изменения.

Измерения основных параметров вакуумных систем ЭФУ осложняются существованием сильных помех со стороны электромагнитных полей установок и излучений различного вида.

Процессы, изучаемые в ЭФУ, носят, как правило, импульсный характер. Следовательно, применяемые манометры должны обладать минимальной постоянной времени. Давления, требуемые в современной физике, относятся к области высокого и сверхвысокого вакуума. Из этого следует, что основными манометрами, используемыми в вакуумных системах ЭФУ, являются ионизационные.

Для ионизационного манометра наиболее существенными видами помех являются индуктивные наводки от цепей питания импульсных установок, наводки от пучков заряженных частиц, проникновение заряженных частиц в манометр, воздействие потоков квантов видимого и ультрафиолетового диапазонов и быстрых нейтральных частиц ([10], с. 199). Первые два вида таких помех имеют чисто электрическое происхождение и могут воздействовать непосредственно на измерительную систему. Действие заряженных частиц, проникающих в манометр, сложнее. Они могут непосредственно регистрироваться в коллекторной цепи или вызывать дополнительную ионизацию газа. Кроме того, потоки электромагнитного и корпускулярного излучений могут вызывать эмиссию вторичных заряженных частиц и интенсивное стимулированное газовыделение. Последний эффект особенно неприятен, поскольку пропорциональный ему фоновый сигнал неотличим от полезного. Снижение интенсивности потоков заряженных частиц, проникающих в манометр извне и образующихся внутри под влиянием воздействий, путем экранировки манометра — один из главных способов увеличения помехоустойчивости. Другой путь повышения помехоустойчивости манометра — увеличение величины полезного сигнала — реализуется повышением чувствительности манометра.

Экранирование и повышение чувствительности манометров приводят к дополнительным сложностям при измерениях; при экранировании — это увеличение постоянной времени измерения, а при повышенной чувствительности, например за счет увеличения длины траектории ионизирующего электронного пучка, — необходимость создания системы электромагнитных полей в ма-

нометре, которая, в свою очередь, является совершенной ловушкой и для посторонних заряженных частиц.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Глазков А.А., Малышев И.Ф., Саксаганский Г.Л. Вакуумные системы электрофизических установок. — М.: Атомиздат, 1975.
2. Методические указания по работе с оборудованием лаборатории вакуумной техники. /Под ред. Шестака В.П. — М.: Изд. МИФИ, 1979.
3. Шестак В.П. Средства откачки. Уч. пособие. — М.: Изд. МИФИ, 1980.
4. Шестак В.П. Лабораторный практикум по курсу "Вакуумная техника". — М.: Изд. МИФИ, 1981.
5. Шестак В.П. Лабораторный практикум "Средства контроля и измерения параметров вакуумных систем". — М.: Изд. МИФИ, 1981.
6. Розанов Л.Н. Вакуумная техника: Учебник для вузов. — М.: Высшая школа, 1982.
7. Кучеренко Е.Т. Справочник по физическим основам вакуумной техники. — Киев. Изд-во КГУ "Вища школа", 1981.
8. Ерюхин А.В. Основы вакуумных измерений. — М.: Машиностроение, 1977.
9. Грошковский Я. Техника высокого вакуума. — М.: Мир, 1975.
10. Сверхвысокий вакуум в радиационно-физическом аппаратостроении. /Под ред. Г.Л. Саксаганского. — М.: Атомиздат, 1976.
11. Ничипорович Г.А. Вакуумметры. — М.: Машиностроение, 1977.
12. Основы вакуумной техники: Учебник для техникумов. — М.: Энергоиздат, 1981. Авт.: Пипко А.И., Плисковский В.Я., Королев Б.И., Кузнецов В.И.
13. Ch.F. Morrison, Vacuum Gauge Calibration Techniques, Granville. — Phillips Comp., Technical Rep., No. 272-5.
14. Аверина А.П., Левина Л.Е. Масс-спектрометрия разреженных газов. Методы и аппаратура течеискания. — М.: Машиностроение, 1977.
15. Шеховцев Н.А. Магнитные масс-спектрометры. — М.: Атомиздат, 1971.
16. Глазков А.А., Милованова Р.А. Учебная лаборатория вакуумной техники. — М.: Атомиздат, 1971.
17. Саксаганский Г.Л. Молекулярные потоки в сложных вакуумных структурах. — М.: Атомиздат, 1980.

Валерий Петрович ШЕСТАК

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ФИЗИКИ ВАКУУМА

Редактор Н.Н. Антонова
Техн. редактор Э.И. Хазова
Корректор И.Н. Сергеева

Л — 100253 Подписано в печать 27/хл - 83 г. Формат 60х84 1/16
Объем 4,25 п.л. Уч.-изд.л. 3,5 Цена 25 коп. Тираж 250 экз.
Изд. № 092—1 Заказ 2503

Типография МИФИ, Каширское шоссе, 31