

## VPLIV VAKUUMSKEGA MERILNIKA NA TLAK IN SESTAVO PREOSTALE ATMOSFERE

Vincenc Nemanič, Bojan Zajec, Inštitut za tehnologijo površin in optoelektroniko, Teslova 30, 1111 Ljubljana, Slovenija

### The vacuum gauge influence on the total pressure and residual atmosphere composition

#### ABSTRACT

The ultimate pressure in a vacuum vessel is defined as a quotient between the total outgassing rate and pumping speed. In high vacuum and especially in UHV, the method for determination of outgassing rate and pumping speed becomes important since the pressure gauge may influence the result. It is well known that the hot ionization gauge may be a permanent gas source, while the processes on the cathode surface may completely change the composition of the gas. In the paper, we show the influence of the quadrupole mass spectrometer, mounted in a well outgassed UHV vessel, upon the total pressure reading and residual gas composition. It was clearly shown that the hot cathode is the main source of gas.

#### POVZETEK

Končni tlak v posodi je določen s kvocientom hitrosti razplinjevanja stene posode in hitrostjo črpalke. Z nižanjem tlaka postaja merilna metoda, s katero določamo hitrost razplinjevanja posode ali črpalke, vse bolj pomembna. Poznano je, da so merilniki na vročo katodo izdaten vir plinov, procesi na katodi pa lahko povsem spremenijo sestavo plina. Za zgled navajamo meritev tlaka s kvadrupolnim masnim spektrometrom v predhodno dobro razplinjeni UVV-posodi, kjer je vroča katoda glavni vir plina.

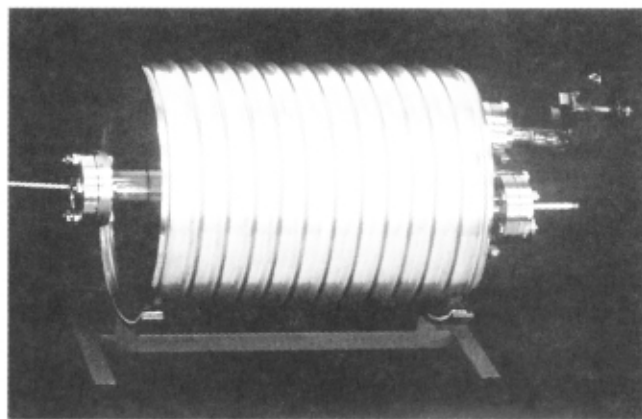
### 1 Uvod

V preostali atmosferi pravilno predobdelane in tesne posode prevladuje vodik, kar lahko dokažemo s selektivnim merilnikom tlaka direktno v UVV ali pa določimo sestavo akumuliranega plina, ki se je nabral v daljšem časovnem obdobju, kasneje in pri višjem tlaku. Bistvo slednje metode sloni na dejstvu, da se po zaprtju UVV-posode tlak zaradi razplinjevanja vodika povečuje linearno s časom od UVV preko več velikostnih razredov. Nagib premice  $dp/dt$  je direktni indikator izjemno nizkih vrednosti hitrosti razplinjevanja vodika  $q_{out}$ , vendar le, če sam merilnik ne vpliva na tlak. Viskoznostni merilnik (SRG) je v tem pogledu skoraj idealen merilnik tlaka, saj je njegov prispevek na rezultat merjenja zanemarljiv /1,2/. To metodo smo uporabili za ugotavljanje prednosti zasnove UVV-posode s tanko steno, kjer smo dosegli izredno nizko hitrost razplinjevanja vodika v enostavnem črpalnem postopku brez predhodne predobdelave in žarjenja /3/. Namen raziskovalnega dela je bil poglobiti razumevanje omejitvenih mehanizmov sproščanja vodika iz kovinske stene posode. Z eksperimentom smo potrdili nekatere prednosti uporabe čim tanjših sten. V primerjavi s klasično zasnovo posode z debelimi stenami bi z novo zasnovo posod lahko UVV in EVV dosegli enostavneje z bistveno manjšimi črpalkami. V tem prispevku opisujemo, v katerem primeru lahko prednost nove zasnove posode izkoristimo in uporabimo.

### 2 Eksperimentalni del

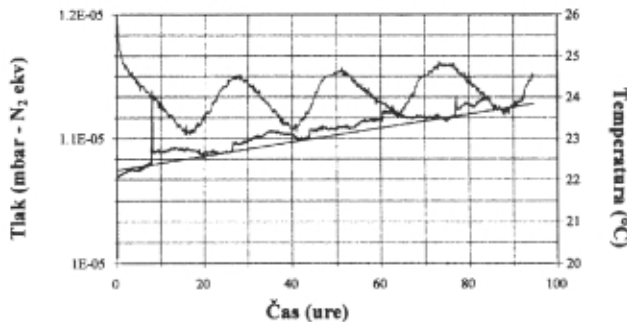
Za preverjanje modela, ki smo ga predstavili v /4/, smo si zadali cilj, da izdelamo posodo UVV-sistema labora-

torijske velikosti (vsaj 10 l) brez debelih delov, ki hranijo velike zaloge vodika in bistveno prispevajo k celotnemu razplinjevanju posode. Če bi bilo takih delov le za 10 % vse površine in bi se razplinjevali 10-krat močneje, bi bila prispevka izenačena. Problema, ki smo ju morali rešiti, sta bila torej dva: zadostna trdnost posode in možnost priključitve standardiziranih CF-priključkov. V dilemi, ali izbrati valjasto ali kroglasto posodo, smo se zaradi lažje izdelave odločili za prvo. Izbrana debelina stene je bila 0,6 mm, premer valja je bil 24 cm in višina 29 cm. Trdnost ravnih ploskev pri izbrani debelini ni bila kritična, ker smo dopustili v evakuiranem stanju znaten upogib. Valjastemu delu so obodno trdnost zagotovila ojačitvena rebra, zato posoda spominja na sodček za nafto, slika 1. Posodo smo opremili s štirimi prirobnicami CF 35, tri smo uporabili za povezavo do črpalke med prvim črpanjem, za priklop SRG-merilnika in ionsko-getrske (IG) črpalke. Vse uporabljene prirobnice smo prilagodili tako, da debeli deli skrbijo za stiskanje Cu-tesnilke, v vakuum pa so izpostavljeni le deli, ki so ob zvarih stanjšani na 0,6 mm oz. debelino stene. Cela posoda je izdelana iz avstenitnega nerjavnega jekla ACRONI 11EX s sestavo po specifikaciji. Sestava ustreza jeklu z oznako AISI304, za katerega je glede razplinjevanja v vakuumski literaturi razmeroma veliko podatkov /5/. Da smo meritve z SRG-merilnikom lahko ponavljali pri enakem totalnem tlaku, smo posodo opremili še z miniaturno IG-črpalčko. Po pregrevanju posode za 72 ur pri 200 °C smo jo ločili od črpalnega sistema s hladno zavaritvijo Cu-cevke z notranjim premerom 5 mm. Njena izračunana prevodnost v molekularnem režimu je bila 0,15 l/s. Nato je bila z SRG izmerjena hitrost  $q_{out}(295K)=1,0 \cdot 10^{-13}$  mbar l  $H_2/(cm^2s)$ . Celotna posoda z notranjo površino  $A \approx 3500$  cm<sup>2</sup> je tako sproščala  $Q=3,5 \cdot 10^{-10}$  mbar l  $H_2/s$  /3/. Tlak v območju  $10^{-7}$  mbar, ki smo ga želeli doseči za določitev residualnega trenja in s tem ničelne točke SRG-merilnika, je tako lahko dosegla in vzdrževala IG-črpalčka z manj kot  $S_{IG}=0,01$  l/s. Mimogrede, prevodnost odprtine prirobnice CF 35 bi omogočala priklop črpalke s hitrostjo  $S=100$  l/s.



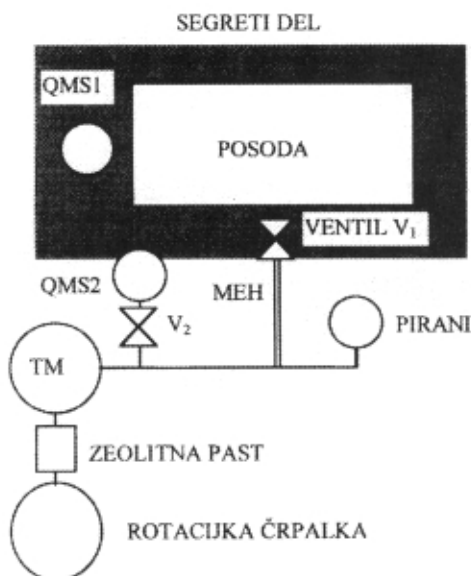
Slika 1: Tankostenska vakuumska posoda

Za študij vpliva kvadrupolnega masnega spektrometra (QMS1) na sestavo plina v taki posodi smo izbrali eno od dveh opisanih posod /3/. Predhodno smo jo dodatno segrevali na zraku 10 ur pri 400 °C in jo nato črpali pri temperaturi 150 °C nekaj ur. Po zavaritvi Cu-čevki smo z SRG izmerili še dosti nižjo vrednost  $q_{out}(295K) = 2,6 \cdot 10^{-14}$  mbar l H<sub>2</sub>/(cm<sup>2</sup>s), pri čemer je bil akumulirani totalni tlak med meritvijo v območju 10<sup>-5</sup> mbar. Rezultat nekajdnevne meritve je prikazan na sliki 2.



Slika 2: Nekajdnevni diagram naraščanja tlaka v posodi, merjen z SRG (naravnano na dušik) in izračunan povprečni prirastek. Dodan je še potek temperature v klimatizirani sobi.

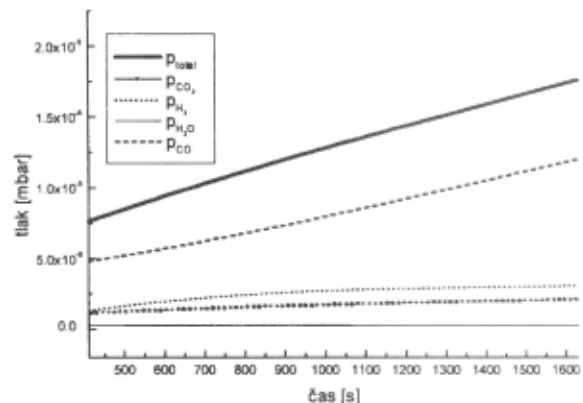
Ob vgradnji novega spektrometra QMS1 (za meritev v UVV ima dodan ojačevalnik ionskega toka, t.i. channeltron) smo na posodo namesto bakrene cevke za črpanje in kasnejšo ločitev od črpalke namestili kovinski ventil. S tem smo dobili možnost, da smo po predhodnem preverjanju tesnosti in segrevanju na povišani temperaturi lahko postopek nabiranja ponavljali. Sestavo akumuliranih plinov pa smo lahko izmerili z drugim kvadrupolnim spektrometrom (QMS2), vgrajenim na osnovnem črpalnem sistemu. Shema vakuumskega sistema s turbomolekularno črpalko (TM) je na sliki 3.



Slika 3: Shema vakuumskega sistema, na katerem smo opravili meritve s QMS1 in QMS2

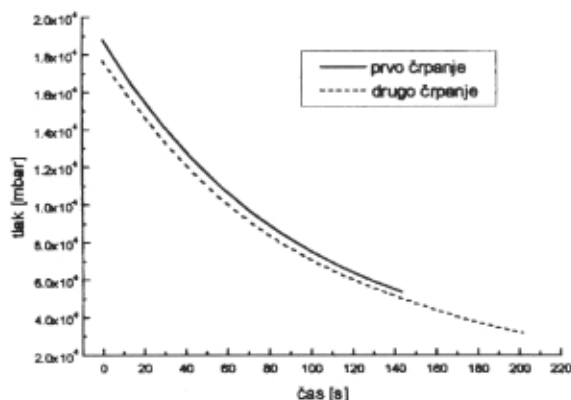
### 3 Rezultati

Po vgradnji QMS1 smo posodo znova priključili na vakuumski črpalni sistem in jo preko noči enakomerno segrevali pri 180 °C. Podobno kot pri prejšnjem črpanju s Cu-čevko, je imela povezava med posodo in črpalno majhno prevodnost, tokrat omejeno predvsem s prevodnostjo kotnega ventila. Pred vklopom spektrometra smo skušali izmeriti prispevek razplinjevanja posode k celotnemu tlaku, izmerjenem s QMS2 nad črpalno. Pri zaprtem ali odprtem ventilu je bil totalni tlak  $p \approx 3 \cdot 10^{-8}$  mbar. To je bila za sistem, ki ni bil v celoti pregret, tudi spodnja meja tlaka. Ob vklopu QMS1 se je tlak v posodi pri odprtem ventilu in po začetnem izbruhu plinov ustalil pri  $p_k \approx 1 \cdot 10^{-6}$  mbar. Ob predpostavki, da je bila hitrost razplinjevanja posode enaka kot pred vgradnjo QMS1 in ventila, puščanje pa tudi nižje od merljivega, sledi, da je "prižgan" masni spektrometer glavni vir plinov. Hitrost razplinjevanja spektrometra QMS1 lahko izmerimo: a) dinamično preko končnega tlaka, če imamo dobro oceno za črpalno hitrost S, ali b) preko hitrosti naraščanja tlaka pri zaprtem ventilu. V našem primeru smo imeli možnost uporabiti obe metodi. V trenutku, ko smo ventil V<sub>1</sub> zaprli, je tlak v sistemu pričel naraščati, slika 4. V dvajsetih minutah je naraščal skoraj linearno s hitrostjo, ki je ustrezala  $Q_{QMS1} = 1 \cdot 10^{-7}$  mbar l/s. Iz končnega tlaka  $p_k$  in  $Q_{QMS1}$  sledi groba ocena za  $S \approx 0,1$  l/s in časovna konstanta  $V/S \approx 120$  s. Po odprtju smo merili še hitrost padanja tlaka, slika 5. Prikazan je potek tlaka po dveh akumulacijah, tik pred nabiranjem (slika 4) in takoj po njem, iz česar smo določili časovno konstanto:  $\tau \approx 86$  s in  $\tau \approx 91$  s, kar je ustrezalo črpalni hitrosti  $S \approx 0,13$  l/s.



Slika 4: Naraščanje tlaka v posodi po zaprtju ventila V1, ki ga je povzročal in hkrati meril QMS1.

Nasprotno od merilnikov totalnega tlaka lahko s QMS spremljamo tudi sestavo plinov. Iz diagrama na sliki 4 je razvidno, da vroča katoda producira predvsem CO in CO<sub>2</sub>. Delež vodika je znaten, vendar ga ne moremo pripisati le prispevku sten, pač pa tudi drugih delov, predvsem indirektno gretih elektrod. Vodik se vede vseeno drugače od drugih plinov. Navidezno zmanjšanje razplinjevanja je lahko posledica nastajanja metana, česar pa žal nismo opazovali. Hitrejše črpanje vodika, ki smo ga opazili po odprtju ventila, pa lahko pripišemo večji prevodnosti povezave in krajši časovni konstanti. Ko smo sestavo akumuliranega plina določili še s QMS2, smo dobili dobro ujemanje z meritvijo s QMS1. V začetku je bil delež vodika večji kot na koncu.



Slika 5: Potek tlaka v posodi po odprtju ventila V1. Merili smo tik pred nabiranjem (slika 4) in takoj po njem.

Vzroka za poudarjeno sproščanje CO sta lahko dva: 1) že med segrevanjem posode smo imeli na razpolago majhno črpalno hitrost, 2) namenoma pa elektrod tudi nismo dodatno razplinili, saj bi bil učinek pri danih razmerah skromen. S slike 4 razberemo, da glavni prispevek k naraščanju totalnega tlaka izvira iz vroče katode. Prispevek vodika od sten posode (slika 2) na istem merilu ne bi bil opazen, saj je več velikostnih razredov manjši od prispevka merilnika. Posredno se je to pokazalo iz končnega tlaka, ki ga je izmeril QMS2 pri zaprtem ali odprtem ventilu. Če bi pred vgradnjo QMS1 na posodo priključili črpalno s hitrostjo  $S=1$  l/s, bi idealni merilnik tlaka v posodi pokazal  $p=1 \cdot 10^{-10}$  mbar. Da bi dosegli enak tlak s priključenim QMS1, bi morali uporabiti črpalno, ki ima  $S=1000$  l/s. Od tod izvira praktičen nasvet, da je za doseganje najnižjega tlaka v sistemu, ki ga narekuje npr. nanos čiste plasti ali preiskava, najbolje merilnik z vročo katodo ugasniti.

Problem doseganja in merjenja UHV in EHV tako ni le v dobri zasnovi posode, temveč tudi v načinu meritve, saj je vpliv merilnika z nižanjem tlaka vse bolj pomemben. V našem primeru je res tudi to, da bi v sistemu s črpalno, ki bi dosegala UVV, lahko vroči del spektrometra razplinili bistveno bolje, vendar bi tudi preostalo razplinjevanje še vedno močno vplivalo na končni tlak v posodi /6/.

#### 4 Sklep

Preizkus prednosti UVV-posode s tanko steno v primerjavi s klasično zasnovano posodo smo nadaljevali s priključitvijo novega kvadrupolnega masnega spektrometra, po zasnovi namenjenega za vgradnjo v UVV. Na predhodno dobro razplinjeno vakuumskem sistemu smo prikazali, da je prispevek vroče katode na totalni tlak in sestavo plinov lahko bistven. V 12 l -posodi s površino  $3500 \text{ cm}^2$  smo ozadje vodika pred vgradnjo spektrometra znižali pod  $Q=1 \cdot 10^{-10}$  mbar l  $\text{H}_2/\text{s}$ , kar je bilo zanemarljivo glede na hitrost razplinjevanja spektrometra s prižgano vročo katodo, ki je bila enaka  $Q_{\text{QMS1}}=1 \cdot 10^{-7}$  mbar l/s. V posodi, ki smo jo črpali z majhno črpalno hitrostjo približno  $0,1$  l/s, je bil v preostali atmosferi ogljikov monoksid blizu 70% totalnega tlaka.

**Zahvala:** Predstavljeni rezultati so nastali pri projektu, ki ga je financiralo MZT.

#### Literatura:

- /1/ J.R.J. Bennett, R.J. Elsey, Vacuum, 43 (1992), 1, 35
- /2/ J.K. Fremerey, J.V.S. Japan, 37 (1994), 118
- /3/ V. Nemanič, J. Šetina, JVST, A18 (2000), 1789
- /4/ V. Nemanič, Vakuumist, 19 (1999) 2, 4
- /5/ M. Bernardini in sodelavci, JVST A16 (1998), 1, 188
- /6/ J.R.J. Bennett, R.J. Elsey, Vacuum, 44 (1993), 5-7, 647

#### Tečaj vakuumske tehnike v tovarni Iskra Kondenzatorji v Semiču 10. in 11. oktobra 2000

Med redne aktivnosti DVTS sodi prirejanje izobraževalnih tečajev s področja vakuumske tehnike. V letu 2000 je bil tak tečaj organiziran namensko za tovarno Iskra Kondenzatorji v Semiču. Dejavnost tovarne je desetletja povezana z vakuumom. Gre za dve ključni tehnologiji: napajanje aluminija na polimerne folije in vakuumsko sušenje, ki ji sledi impregnacija kondenzatorskih zvitkov. Kljub izkušnjam, ki so jih pridobili skozi desetletja dela, je ob zaostrenih zahtevah pri zagotavljanju kakovosti in ob menjavi generacij vodstvo spoznalo potrebo po dodatnem izobraževanju zaposlenih tudi na specialnem tehničnem področju. Šest predavateljev: dr. J. Gasperič, dr. J. Kovač, dr. M. Mozetič, dr. V. Nemanič, mag. A. Pregelj in mag. J. Šetina nas je pripravilo tematska predavanja iz področij, ki se dotikajo problematike ključnih tehnologij tovarne.

Tečaja se je udeležilo okoli 30 zaposlenih, ki so svoj interes pokazali s polnoštevilno prisotnostjo in vprašanji po koncu predavanj. Ta so se vrstila kljub lepemu vremenu na Martinovo soboto, ki je v Beli Krajini, sploh pa ob vinski letini, kakršna je bila leta 2000, velik praznik.