



ЗАОЧНЫЙ
ИНСТИТУТ
ПОВЫШЕНИЯ
КВАЛИФИКАЦИИ
ИТР

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЩЕСТВО
ПРИБОРОСТРОИТЕЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
ИМ. АКАДЕМИКА С. И. ВАВИЛОВА

А. В. ЕРЮХИН

ОСНОВЫ ВАКУУМНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

МАШИНОСТРОЕНИЕ

1977

Редакционно-методический совет: Н. И. Глов, И. М. Меньшиков (председатель), В. Я. Плисковский, Л. Н. Розанов, Л. Г. Садиков (ответственный за выпуск), Г. Л. Саксаганский (зам. председателя), М. Г. Шакиров.

Ответственный за выпуск Л. Г. Садиков
 Рецензент кандидат технических наук Л. П. Хавкин
 Научный редактор кандидат технических наук
 А. М. Григорьев

Ерехин А. В. Основы вакуумных измерений. М., "Машиностроение", 1977, 40 с.

В брошюре рассмотрены наиболее распространенные методы вакуумных измерений и даны общие оценки их метрологических характеристик. Приведены общие сведения о десорбционной масс-спектрометрии и краткое описание государственного специального эталона и общесоюзной поверочной схемы для средств измерений абсолютного давления с пределами от 10^{-8} до 10^3 Па. Сформулированы основные задачи метрологии вакуумных измерений на ближайшее будущее.

Ил. 8., список лит. 5 назв.

Председатель редакционно-методического совета заочных курсов повышения квалификации ИТР по вакуумному аппарату - и приборостроению М. И. Меньшиков.

1. ВВЕДЕНИЕ

Вакуумные измерения – это измерения физических величин, характеризующих вакуум как разреженное состояние газа и определяющих собой ход процессов получения, поддержания и изменения этого состояния.

Наиболее часто применяемой количественной характеристикой вакуума является абсолютное давление разреженного газа. Началом отсчета абсолютного давления служит давление, равное "абсолютному нулю". Последнее понятие является условным, так как при откачке объекта, еще задолго до достижения "абсолютного нуля" само понятие давление теряет смысл из-за нарушения условий статистического равновесия молекул. Практически же за "абсолютный нуль" в каждом конкретном случае принимают такое давление, значением которого можно пренебречь при сравнении с погрешностями применяемых средств измерений.

От абсолютного давления следует отличить так называемое избыточное давление, началом отсчета которого служит атмосферное давление – абсолютное давление атмосферного воздуха. Соотношение между избыточным ($P_{изб}$), абсолютным ($P_{абс}$) и атмосферным ($P_{атм}$) давлениями имеет вид:

$$P_{изб} = P_{абс} - P_{атм} . \quad (1)$$

В технике в качестве количественной характеристики вакуума иногда применяют не величину абсолютного давления, а разность ($P_{вак}$) между атмосферным давлением и абсолютным давлением в объекте, которую называют вакуум или разрежение:

$$P_{вак} = P_{атм} - P_{абс} . \quad (2)$$

Эта величина пригодна только для оценки так называемого грубого вакуума. Методы и средства измерений грубого вакуума в дальнейшем изложении не рассматриваются.

Наиболее часто применяемая в вакуумной технике единица давления – миллиметр ртутного столба (мм рт. ст.) – это давление газа, уравновешиваемое гидростатическим давлением столба ртути высотой 1 мм при 0°C и нормальном ускорении свободного падения $g_n = 9,80665 \text{ м/с}^2$. В зарубежной литературе эту единицу часто называют Торр.

В Международной системе единиц (СИ) используется единица давления, называемая паскаль (Па). 1 паскаль – это давление, которое оказывает сила в 1 ньютон (Н), равномерно распределенная по нормальной к ней поверхности площадью 1 м^2 .

$$1 \text{ Па} = 1 \text{ Н/м}^2 = 0,0075 \text{ мм рт. ст.}$$

Обратное соотношение:

$$1 \text{ мм рт. ст.} = 133,322 \text{ Па.}$$

Таким образом, например, давление 750 мм рт. ст. равно давлению 10^5 Па (или 100 кПа).

В ряде случаев, когда ход процессов в вакууме зависит от рода газов, находящихся в системе, необходимо знать не только полное (суммарное) давление газов в вакуумной системе, но и их состав, тогда измеряют парциальные давления всех газов в системе.

При определении характеристик всевозможных средств откачки, при испытаниях различных вакуумных объектов на герметичность, а также при контроле технологических процессов и проведении ряда научных экспериментов в вакуумных установках большое значение имеют измерения количества газа, откачиваемого из вакуумного объекта (поступающего в объект), или проходящего через поперечное сечение трубопровода в единицу времени. Это количество газа, которое в вакуумной технике принято измерять в особых единицах – в произведении давления газа на занимаемый им объем (pV), называют потоком газа (Q):

$$Q = \frac{d(pV)}{dt}. \quad (3)$$

Единицей потока газа в СИ будет: $1 \text{ Вт} = 1 \frac{\text{Па} \cdot \text{м}^3}{\text{с}}$, при этом $1 \frac{\text{мм рт. ст.} \cdot \text{л}}{\text{с}} = 0,133 \frac{\text{Па} \cdot \text{м}^3}{\text{с}}$.

Поток газа, откачиваемый вакуумным насосом, называют подачей или производительностью насоса; поток, проникающий

в вакуумный объект через неплотности (течи), называют потоком натекания или натеканием. Поток газа, выраженный в единицах массы, называют массовым расходом газа. Для вычисления массового расхода по известному значению потока следует применять уравнение состояния идеального газа, как правило, справедливое в условиях вакуума:

$$pV = \frac{m}{\mu} RT, \quad (4)$$

где p , V , T - давление, объем и температура газа; m - масса газа; μ - относительная молекулярная масса газа; R - удельная* газовая постоянная.

Отсюда массовый расход

$$Q_m = \frac{dm}{dt} = \frac{\mu}{RT} Q, \quad (5)$$

где $\frac{\mu}{RT}$ - постоянный множитель, зависящий только от температуры и рода газа.

Для смеси газов вместо μQ следует написать $\sum \mu_i Q_i$, где μ_i и Q_i - относительная молекулярная масса и поток i -го газа ($i = 1, 2, \dots, n$).

Можно представить поток газа как число молекул, удаляемых из объекта или поступающих в объект в единицу времени. Принимая во внимание, что $R = k N_A$, где k - постоянная Больцмана; N_A - постоянная Авогадро, и подставив R в (4), получим

$$pV = \frac{m}{\mu} N_A k T. \quad (6)$$

Здесь $\frac{m}{\mu} N_A = N$ - полное число молекул в вакуумном объекте. Следовательно, поток, выраженный через число молекул, примет вид:

$$\frac{dN}{dt} = \frac{Q}{kT}. \quad (7)$$

При откачке вакуумного объекта насосом через соединительный трубопровод в простейшем случае имеет место следующее соотношение:

$$Q = p_0 S_0 = (p_0 - p_H) U = p_H S_H. \quad (8)$$

Здесь p_0 , p_H - давления на выходе из объекта и на входе в насос, соответственно; S_0 - быстрота откачки объекта; S_H - быстрота действия насоса; U - про-

* Ранее называлась универсальной газовой постоянной.

водимость трубопровода. Последние три величины, характеризующие процесс откачки, могут быть определены из (8) по измеренным значениям потока Q и давлений P_0 и

$$P_H : S_0 = \frac{Q}{P_0} ; S_H = \frac{Q}{P_H} ; U = \frac{Q}{P_0 - P_H} . \quad (9)$$

Быстроту откачки и быстроту действия насоса измеряют в л/с или м³/с; фактически, это объемные расходы газа на выходе из объекта и на входе в насос, соответственно. Проводимость измеряют в тех же единицах, однако ее физический смысл несколько иной; это пропускная способность трубопровода, то есть величина, обратная сопротивлению трубопровода течению газа. Проводимость зависит от размеров и конфигурации трубопровода, состояния его внутренней поверхности от рода газа, его давления* и температуры. Для ряда частных случаев величина проводимости может быть вычислена теоретическим путем.

Еще одной характеристикой вакуума является концентрация газовых молекул (число молекул в единице объема — 1/см³ или 1/м³). Современные средства откачки позволяют получить пространство, практически свободное от молекул (концентрация порядка 10⁷ молекул в 1 м³). В этом случае понятие давление теряет смысл из-за нарушения условий статистического равновесия молекул. Следовательно, концентрация газовых молекул оказывается основной характеристикой вакуума в таких условиях. В условиях высокого вакуума показания всех приборов, применяемых для измерения давлений ниже 10⁻⁵ ... 10⁻⁶ мм рт. ст. (примерно 10⁻³ ... 10⁻⁴ Па), пропорциональны не давлению, а концентрациям молекул, так как используемое в этих приборах явление ионизации зависит только от числа молекул, а не от скоростей их движения. Кроме того, именно концентрации, а не давления характеризуют процессы и явления, протекающие в вакуумных установках, так как в условиях высокого и сверхвысокого вакуума сила, с которой молекулы воздействуют на стенки сосудов, пренебрежимо мала, например, при давлении 10⁻³ мм рт. ст. сила, воздействующая на 1 см² поверхности, равна 1 мкс. Таким образом, в условиях высокого вакуума переход от измерения давлений к измерению концентраций молекул представляется весьма целесообразным.

* Эта зависимость различна при разных режимах течения газа (вязкостном, молекулярном или др.).

Выше были перечислены основные виды вакуумных измерений, это измерения полных и парциальных давлений, потока (массового расхода) газа, быстроты откачки и быстроты действия насосов (объемных расходов), проводимостей трубопроводов и концентраций газовых молекул. Значение этих измерений велико для всех отраслей промышленности, связанных с применением вакуума в технологических процессах, оно возрастает по мере совершенствования процессов и повышения требований к качеству выпускаемых изделий. Особенно велико значение вакуумных измерений в электронной промышленности, где к ним предъявляются специфические требования, обусловленные широким развитием автоматизации вакуумных технологических установок, внедрением новых технологических процессов, расширением ассортимента выпускаемых приборов и повышением требований к их долговечности, стабильности параметров и т. п.

Измерение полного давления остаточных газов на выходе из откачиваемого прибора, ранее служившее критерием качества обработки приборов на откачных постах и автоматах, в настоящее время оказывается недостаточным, возникла потребность измерять поток газа из прибора в процессе откачки. Большое внимание уделяется составу откачиваемых газов, для определения которого приходится измерять парциальные давления масс-спектрометрическими методами.

Характеристики применяемых средств откачки (насосов, агрегатов) также в значительной степени обуславливают особенно технологию процесса изготовления электровакуумных приборов, и поэтому их определениям приходится уделять большое внимание. Наконец, правильно поставленный контроль герметичности узлов и корпусов электровакуумных приборов позволяет избежать брака, связанного с натеканием в них атмосферного воздуха. При малых натеканиях этот брак обнаруживается только после длительного хранения или в процессе эксплуатации приборов. Существенную роль играют вакуумные измерения в ряде других отраслей промышленности и научных исследований.

Ниже рассмотрены наиболее распространенные методы вакуумных измерений и даны общие оценки их метрологических характеристик. В связи с возникшей проблемой обеспечения единства вакуумных измерений приведены также сведения о государственном специальном эталоне единицы давления для области низких абсолютных давлений, общесоюзной поверочной схеме, возглавляемой этим эталоном, методах поверки и градуировки вакуумметров.

2. ИЗМЕРЕНИЯ ПОЛНЫХ АБСОЛЮТНЫХ ДАВЛЕНИЙ

Для измерения полных абсолютных давлений в вакуумных системах обычно применяют следующие методы:

1. Гидростатические. Измеряемое давление уравнивается гидростатическим давлением столба жидкости (например, ртути), и затем измеряется высота столба жидкости с применением для этого различных способов. Для измерения очень малых давлений применяется предварительное сжатие газа в известное число раз.

2. Механические. Измеряемое давление воздействует на какой-нибудь упругий элемент (мембрану, сильфон, трубку Бурдона), деформация которого служит критерием давления и измеряется оптическим или электрическим методом. При другом способе измерения упругий элемент принудительно возвращается в исходное положение; в последнем случае критерием давления служит компенсирующая сила или какая-нибудь другая величина, связанная с силой функциональной зависимостью, (например, напряжение, сила тока).

3. Тепловые. Используется зависимость теплопроводности разреженного газа от его давления. Для этого нагреваемый электрическим током проводник помещается в трубку, вводимую в объект, в котором необходимо измерить давление, с соблюдением мер, обеспечивающих вакуумную плотность. В этом случае молекулы газа осуществляют перенос тепла от проводника на стенки трубки. При постоянной силе тока накала критерием давления служит температура проводника (точнее, какая-нибудь другая величина, связанная с температурой функциональной зависимостью). При постоянной же температуре проводника значение давления определяется по силе тока накала или падению напряжения на проводнике.

4. Ионизационные. Ускоренными термоэлектронами или радиоактивными частицами производится ионизация газа, давление которого необходимо измерить. Сила тока образующихся положительных ионов на коллектор, находящийся под отрицательным потенциалом относительно всех других электродов, в широких пределах пропорциональна давлению (точнее, концентрации молекул газа).

5. Магниторазрядные. Электродная система, находящаяся в магнитном поле и состоящая из холодного катода и анода, на который подано высокое напряжение, помещается в вакуум-

ный объект, где необходимо измерить давление. Показателем давления (концентрации молекул) служит сила разрядного тока. В некоторых частных случаях удается достичь линейной зависимости силы разрядного тока от давления (концентрации молекул).

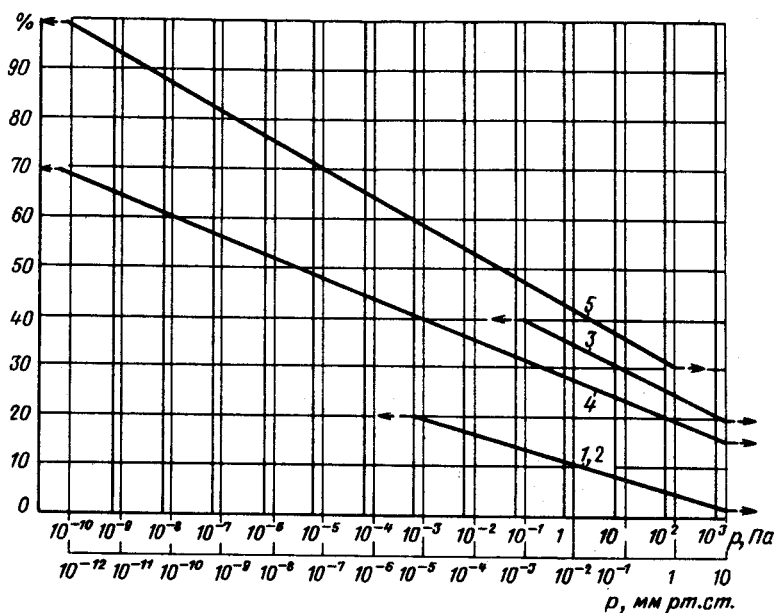


Рис. 1. Пределы измерений давления и допускаемых погрешностей рабочих средств измерений, основанных на различных методах измерений низких абсолютных давлений: 1 — гидростатических; 2 — механических; 3 — тепловых; 4 — ионизационных; 5 — магнитораэрядных

Средства, применяемые для измерения полных абсолютных давлений, называют манометрами или вакуумметрами абсолютного давления. В метрологии принято различать рабочие и образцовые средства измерений. Если первые предназначены для выполнения разнообразных технических или научных измерений, то вторые — только для градуировки и поверки (определения погрешностей) рабочих средств измерений. Ниже рассмотрены в первую очередь рабочие средства измерений.

Ориентировочные пределы измерений давления и допускаемых погрешностей рабочих средств измерений, основанных на перечисленных выше методах, приведены на рис. 1. Естественно,

что пределы измерений конкретных экземпляров вакуумметров абсолютного давления лежат в более узких диапазонах давлений, а погрешности могут существенно отличаться от указанных на графике в сторону как меньших, так и больших значений.

Вакуумметры низкого абсолютного давления, применяемые для управления различными технологическими процессами, должны обеспечивать измерения в достаточно широком диапазоне (при этом часто бывает необходимо измерять значения давления нескольких порядков в пределах одной шкалы прибора), обеспечивать возможности дистанционного управления, подачу определенных команд при заданных значениях давления, иметь выход на ЭВМ (АСУ ТП), обладать высокой надежностью и долговечностью. Требования к погрешностям довольно противоречивы; с одной стороны, технологам часто бывает достаточно знать только порядок значения давления, а с другой стороны, применение АСУ ТП для управления откачкой требует четкой согласованности работы всех элементов системы, следовательно, большое расхождение в показаниях приборов, установленных на последовательных ступенях одного процесса откачки, может привести к существенному нарушению нормальной работы всей системы с вытекающими отсюда последствиями.

Наиболее жесткие требования к точности измерения низких абсолютных давлений предъявляет космическая техника, где, как утверждают специалисты, необходимо знать давления с погрешностями не более десятых долей процента (в диапазоне давлений выше 10^{-3} мм рт. ст. или 10^{-1} Па).

Таким образом, требования к точности измерения низких абсолютных давлений довольно разнообразны. Если в области сверхвысокого вакуума потребители вакуумметрической аппаратуры вполне устраивают пределы допустимых погрешностей порядка 50–100%, то в диапазоне $10^{-3} \dots 10$ мм рт. ст. ($\sim 10^{-1} \dots 10^3$ Па) отдельные потребители предъявляют требования, чтобы погрешности не превосходили 0,1 ... 0,3%. Следует заметить, что большинство из них удовлетворяется в этом диапазоне погрешностями порядка 10–20%.

Наиболее высокую точность измерений абсолютных давлений (см. рис. 1) обеспечивают гидростатические и механические методы. Показания приборов, основанных на использовании этих методов, как правило, не зависят от рода газа, давление которого они измеряют. Исключение составляют только измерения давлений конденсирующихся газов и паров с предвари-

тельным сжатием при помощи жидкостных манометров. Гидростатические методы, применяемые в образцовых средствах измерений, могут обеспечить весьма точные измерения давлений, однако соответствующая аппаратура сложна и громоздка, требует сооружения специальных фундаментов и вспомогательных устройств. Механические методы успешно реализуются в простых по конструкции разнообразных деформационных вакуумметрах для измерения давлений выше 1 мм рт. ст. ($\sim 10^2$ Па). Что касается измерений более низких давлений, то средства измерений, основанные на механических методах, оказываются весьма сложными и дорогими.

Указанные обстоятельства обусловили применение гидростатических и механических методов главным образом в эталонной и образцовой аппаратуре. В рабочих средствах измерения низких абсолютных давлений обычно применяются тепловые, ионизационные и магниторазрядные методы. Ниже рассмотрены уравнения измерения и специфические особенности этих методов.

Тепловые методы. Уравнение измерения тепловыми вакуумметрами может быть получено из условия равновесия между тепловой энергией W , выделяющейся при пропускании по проводнику электрического тока, и потерями тепла, обусловленными: 1) теплопроводностью газа, молекулы которого переносят тепло от нагретого проводника на стенки баллона (W_M); 2) теплопроводностью вводов, к которым присоединен проводник (W_B); 3) излучением тепла в окружающее пространство (W_U):

$$W = W_M + W_B + W_U . \quad (10)$$

Здесь

$$W = I^2 R ; \quad (11)$$

$$W_M = \kappa_M \frac{\psi p}{\psi + p} (T - T_0) ; \quad (12)$$

$$W_B = \kappa_B (T - T_0) ; \quad (13)$$

$$W_U = \kappa_U (T^4 - T_0^4) , \quad (14)$$

где I - сила тока, протекающего по проводнику; R - электрическое сопротивление проводника; p - измеряемое давление; ψ - некоторая постоянная величина, имеющая размерность давления; T - температура проводника; T_0 - температура стенок баллона; κ_M , κ_B , κ_U - коэффициенты теплопроводности газа и вводов и коэффициент излучения, зави-

сящие от рода газа, его температуры, материалов, состояния поверхностей, конструкции и размеров манометрического преобразователя.

При низких давлениях ($p \ll \psi$) уравнение (12) принимает вид:

$$W_m = \kappa_m p (T - T_0), \quad (15)$$

то есть потери тепла через газ прямо пропорциональны давлению. По мере возрастания давления $p \rightarrow \psi$ прямая пропорциональность нарушается, и при $p \gg \psi$

$$W_m = \kappa_m \psi (T - T_0), \quad (16)$$

то есть W_m перестает зависеть от давления.

Возникающая при более высоких давлениях конвекция (перемешивание холодных и нагретых масс газа под действием силы тяжести) зависит от давления, однако из-за сложности явления может быть использована не для измерения, а только для ориентировочной оценки давления.

Подставив (11), (13), (14) и (15) в (10) и выполнив алгебраические преобразования, получим уравнение измерения низких давлений тепловым методом:

$$p = \frac{1}{\kappa_m} \left[\frac{I^2 R}{(T - T_0)} - B - C (T - T_0) - D (T - T_0)^2 - E (T - T_0)^3 \right]. \quad (17)$$

Здесь

$$B = \kappa_B + 4T_0^3 \kappa_C; \quad C = 6T_0^2 \kappa_C; \quad D = 4T_0 \kappa_C; \quad E = \kappa_C.$$

Первый член в квадратных скобках позволяет воспользоваться для измерения давления зависимостью между давлением и силой тока I , протекающего по проводнику, электрическим сопротивлением проводника R и разностью температур $(T - T_0)$. Последние две величины связаны между собой в первом приближении зависимостью

$$R = R_0 [1 + \alpha (T - T_0)], \quad (18)$$

где R_0 - сопротивление при температуре T_0 ; α - температурный коэффициент сопротивления проводника.

Подставив (18) в (17), получим уравнение метода постоянной силы тока накала ($I = const$):

$$p = \frac{1}{\kappa_m} \left[\frac{A}{(T - T_0)} + B' - C (T - T_0) - D (T - T_0)^2 - E (T - T_0)^3 \right], \quad (19)$$

где

$$A = I^2 R_0; \quad B' = I^2 \alpha R_0 - B.$$

Для поддержания постоянной силы тока I включают последовательно с R достаточно большое сопротивление $R_{\delta} > 100 R$, а для измерения разности $(T - T_0)$ можно применить термопару или чувствительный термоэлемент.

Ход кривой, представленной уравнением (19), показан в полулогарифмическом масштабе на рис. 2 (кривая 1). В левой части, соответствующей высоким давлениям, кривая представляет собой гиперболу, описываемую членом уравнения с коэффициентом A ; по мере понижения измеряемого давления

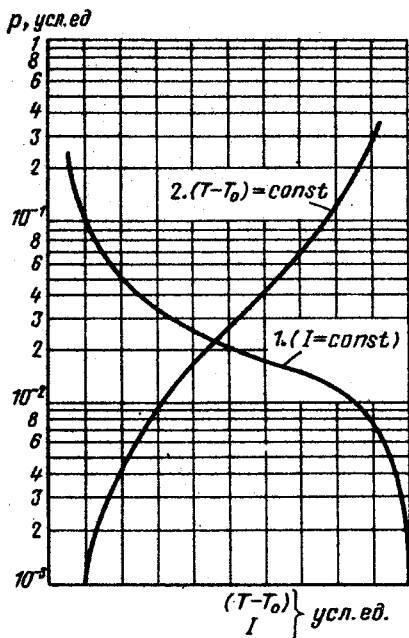


Рис. 2. Градуировочные кривые тепловых методов измерений низких абсолютных давлений:
1 — метод постоянного тока накала; 2 — метод постоянной температуры

уменьшается теплопроводность газа и соответственно возрастает температура проводника T , что приводит к резкому возрастанию членов уравнения с коэффициентами C , D , E в правой части кривой. Возрастание тепловых потерь на излучение нити обуславливает нижний предел давлений, измеряемых тепловыми методами. Применением тонких вводов, увеличением длины проводника, выбором соответствующих материалов, понижением температуры T_0 (например, до температуры жидко-

го азота) добиваются существенного уменьшения коэффициентов B , C , D , E . Отдельным исследователям удавалось измерять тепловыми методами давления до 10^{-6} мм рт. ст. ($\sim 10^{-4}$ Па). Однако нижний предел серийно выпускаемых тепловых вакуумметров обычно лежит в области давлений порядка $10^{-3} \dots 10^{-4}$ мм рт. ст. ($\sim 10^{-1} \dots 10^{-2}$ Па).

Для измерения разности температур ($T - T_0$) может быть также использована зависимость (18). Подстановка разности ($T - T_0$) из зависимости (18) в уравнение (19) дает

$$p = \frac{1}{\kappa m} \left[\frac{A'}{R - R_0} + B' - C'(R - R_0) - D'(R - R_0)^2 - E'(R - R_0)^3 \right]. \quad (20)$$

Здесь

$$A' = I^2 \alpha R_0; C' = C/\alpha R_0; D' = D/\alpha^2 R_0^2; E' = E/\alpha^3 R_0^3.$$

В этом случае о давлении судят по изменению сопротивления проводника, измеряемого мостом Витстона (манометр Пирани). Ход зависимости аналогичен кривой **1** на рис. 2.

Для измерения более высоких давлений обычно применяют метод постоянной температуры проводника. Условие ($T - T_0$) = $const$ соответствует постоянство сопротивления проводника или показания термопары, присоединенной к проводнику. Для выполнения этого условия изменяют силу тока I (или падения напряжения на проводнике), которая и служит показателем давления. Для этого случая уравнение (17) может быть представлено в следующем виде:

$$p = \frac{1}{\kappa m} \left[A'' I^2 - B'' \right], \quad (21)$$

где

$$A'' = \frac{R}{T - T_0}; B'' = B + C(T - T_0) + D(T - T_0)^2 + E(T - T_0)^3.$$

Зависимость (21) представляет собой параболу (левая часть кривой **2** на рис. 2); однако при повышении давления перестает быть справедливой зависимость (15), являющаяся частным случаем зависимости (12). Представляя (11) и (12) в (10) и пренебрегая W_B и W_U , несущественными при высоких давлениях, получим уравнение измерения давления тепловым методом, справедливое до возникновения конвекции,

$$p = \frac{I^2 R}{\kappa m (T - T_0) (1 - \psi'/\psi)}, \quad (22)$$

где

$$\psi' = \frac{I^2 R}{\kappa m (T - T_0)}.$$

Отсюда видно, что $p \rightarrow \infty$ при $\psi' \rightarrow \psi$ (см. правую часть кривой **2** на рис. 2). Практически методом постоянной тем-

пературы удается измерять давления до 10 ... 100 мм рт. ст. ($\sim 10^3 \dots 10^4$ Па).

Погрешность измерения давления тепловыми методами, как видно из уравнений (17) - (22), складывается из погрешностей определения постоянных коэффициентов и погрешностей измерения силы тока I (или падения напряжения на проводнике), сопротивления проводника R и разности температур ($T - T_0$). Аналитическое вычисление коэффициентов в уравнениях (17) - (22) обычно невозможно из-за неопределенности ряда величин, входящих в расчет, поэтому градуировочную кривую теплового вакуумметра получают экспериментально, путем градуировки по образцовому прибору.

Индивидуальная градуировка тепловых манометрических преобразователей позволяет установить ход градуировочной кривой с погрешностями в пределах 10-15% (по давлению данного газа). При серийном выпуске преобразователей применяется типовая градуировочная кривая, построенная по усредненным результатам индивидуальной градуировки большого числа преобразователей. При пользовании типовой градуировочной кривой подбирается такой режим конкретного преобразователя (I , R или T) в одной или двух крайних точках кривой, чтобы индивидуальная кривая в этих точках совпала с типовой. Применение типовой кривой увеличивает погрешности измерений до 20-40%. Погрешность может возрасти, если состав газа при измерениях отличается от состава газа, имевшегося при градуировке преобразователя. Ниже приведены коэффициенты, на которые следует умножить показания теплового вакуумметра, проградуированного по азоту, чтобы получить приблизительно верные значения при измерении давлений некоторых других газов:

Газ	Воздух	H_2	He	Ne	Ar	Kr	CH_4	CO	CO_2
Коэффициент	1,0	0,7	1,1	1,3	1,6	2,3	0,6	1,0	1,0

Отсюда следует, что при неизвестном составе газа возможны ошибки в два и более раз.

Ионизационные методы, Наиболее часто для ионизации газа применяются ускоренные электроны. В баллон манометриче-

ского преобразователя или непосредственно в вакуумную систему помещаются три электрода: катод, анод и ионный коллектор. Электроны, эмиттируемые накалившимся катодом, попадают в ускоряющее электрическое поле анода и, сталкиваясь с молекулами газа, ионизируют их. Для сбора образующихся положительных ионов служит ионный коллектор, находящийся под отрицательным потенциалом относительно катода.

Сила тока положительных ионов I_i на коллектор прямо пропорциональна измеряемому давлению p и силе тока ионизирующих электронов I_e :

$$I_i = K I_e p, \quad (23)$$

откуда

$$p = \frac{1}{K} \cdot \frac{I_i}{I_e}. \quad (24)$$

Здесь K — чувствительность, зависящая от конструкции манометрического преобразователя, распределения потенциалов на электродах и в междуэлектродном пространстве и рода газа, давление которого измеряется. Многие авторы, рассматривая процессы в междуэлектродном пространстве, выводят уравнения для теоретического определения чувствительности. Однако неопределенность величин, входящих в расчет, и неизбежность ряда упрощающих предположений вынуждают определять чувствительность ионизационных вакуумметров экспериментально, путем градуировки их по образцовым приборам.

Кроме явления ионизации в междуэлектродном пространстве манометрического преобразователя происходят и другие явления, важнейшими из которых можно считать:

эмиссию фотоэлектронов с поверхности коллектора под действием рентгеновского излучения с анода, которое вызвано ударами о поверхность анода быстрых электронов (силу тока фотоэлектронов с коллектора на анод обозначим I_ϕ);

десорбцию молекул и ионов с поверхности анода, обусловленную ударами быстрых электронов (силу тока десорбированных ионов с анода на коллектор обозначим I_d , на катод — I_d');

образование положительных ионов, которые идут не только на коллектор (сила тока I_i), но и на катод (I_i'); одновременно при ионизации образуются равные по значению и обратные по знакам токи электронов, идущие на анод (I_e и I_e' соответственно).

Таким образом, силы токов I_u , I_a и I_k , измеряемые в цепях ионного коллектора, анода и катода соответственно, представляют собой следующие суммы:

$$\left. \begin{aligned} I_u &= I_i + I_\phi + I_d; \\ I_a &= I_e + I_i + I_\phi + I_d + I'_d + I'_i; \\ I_K &= I_e + I'_d + I'_i. \end{aligned} \right\} \quad (25)$$

Используя соотношения (25) и уравнение (24) можно выразить давление через отношения сил токов I_u/I_a или I_u/I_K , фактически измеряемых приборами в цепях соответствующих электродов:

$$p = \frac{1}{K} \cdot \frac{I_u}{I_a} \cdot \frac{1 - \frac{I_\phi}{I_u} - \frac{I_d}{I_u}}{1 - \frac{I_i}{I_a} - \frac{I_\phi}{I_a} - \frac{I_d}{I_a} - \frac{I'_d}{I_a} - \frac{I'_i}{I_a}} \quad (26)$$

или

$$p = \frac{1}{K} \cdot \frac{I_u}{I_K} \cdot \frac{1 - \frac{I_\phi}{I_u} - \frac{I_d}{I_u}}{1 - \frac{I'_d}{I_K} - \frac{I'_i}{I_K}} \quad (27)$$

Из уравнений (26) и (27) видно, что удобнее измерять силу тока I_K в цепи катода, но и в этом случае отношения I_ϕ/I_K , I_d/I_u , I'_d/I_K и I'_i/I_K должны быть достаточно малы, чтобы можно было применять простое уравнение измерения:

$$p = \frac{1}{K} \cdot \frac{I_u}{I_K} = C I_u, \quad (28)$$

где $C = 1/K I_K$ — постоянная преобразователя.

Уменьшение упомянутых отношений сил токов достигается соответствующим выбором материалов, конструкции и распределения потенциалов в манометрическом преобразователе.

Для измерения ионизационными методами давлений выше 10^{-3} мм рт. ст. (10^{-1} Па) электродную систему стараются выполнить по возможности компактной; обычно анод и коллектор имеют вид плоских параллельных пластин, расположенных на небольшом расстоянии друг от друга, а нить катода располагается между анодом и коллектором. Длина пробега электронов перед ионизацией в условиях высоких давлений очень мала, и образующиеся ионы должны быть немедленно собраны коллектором, так как возможна их рекомбинация (соединение ионов и электронов в нейтральные молекулы). Чувствительность преобразователя для измерения высоких давлений невелика, наибольшие давления, которые удается измерить ионизационными методами с применением накаливаемого катода, имеют порядок 0,1 ... 1 мм рт. ст. ($\sim 10 \dots 100$ Па). Применение в качестве источника ионизации радиоактивных изотопов позволяет поднять верхний предел применения ионизационных методов до 10 ... 100 мм рт. ст. ($\sim 10^3 \dots 10^4$ Па).

В преобразователях для измерения низких давлений анод изготавливают в виде цилиндрической сетки, благодаря чему электрон, прежде чем попасть на анод, совершает несколько колебаний между витками сетки, ионизируя при этом молекулы газа. Чувствительность метода еще более увеличивается, если анодная сетка закрыта с торцов и, следовательно, исключена утечка ионов в осевом направлении. Для уменьшения силы тока I_{ϕ} , существенно влияющего на нижний предел давлений, измеряемых ионизационными методами, применяют коллектор в виде тонкой проволоки, расположенной по оси анода (манометр Байярда-Альперта). Это позволяет измерять давления до 10^{-10} мм рт. ст. ($\sim 10^{-8}$ Па).

Предложено много вариантов ионизационных методов, предусматривающих исключение или подавление токов I_{ϕ} и I_{α} : применение дополнительного электрода-модулятора; "экстракция" ионов из области ионизации и подача их на коллектор, удаленный из зоны прямой видимости с поверхности анода; применение дополнительных электрического или магнитного полей для удлинения путей ионизирующих электронов и т. п. Достигнутым нижним пределом давлений, измеряемых ионизационными методами, следует считать давления порядка 10^{-12} мм рт. ст. ($\sim 10^{-10}$ Па) при погрешностях 50 - 100%. Следует иметь в виду, что чувствительность ионизационного манометра существенно зависит от рода газа. Ниже приведены коэффициенты, на которые следует умножить показания ионизационного манометра, проградуированного по азоту, чтобы получить приблизительно верные значения при измерении давлений некоторых других газов.

Газ	Воздух	H_2	He	Ne	Ar	Kr	CH_4	CO	CO_2	N
Коэффициент	1	2,2	5	4	0,7	0,5	0,8	0,9	0,7	0,3

Отсюда видно, что при неизвестном составе газа возможны еще более значительные ошибки, чем при измерении давлений тепловыми методами (в 3 - 5 раз).

Другой существенной особенностью ионизационных методов является откачивающее действие ионизационных преобразователей. В вакуумных системах, объем которых сравним с объе-

мом преобразователя, эта особенность преобразователя может быть использована для дополнительной откачки системы. В больших по объему системах откачивающее действие не может существенно изменить давление в системе, однако его необходимо учитывать при измерениях, так как давление в преобразователе может существенно отличаться от давления в остальной системе. Простейший способ учета откачивающего действия преобразователя — это присоединение преобразователя к системе через "сухой" кран (кран без смазки). Перекрытие крана при включенном преобразователе позволяет оценить быстроту откачки преобразователя по изменению давления во времени (см. раздел 4) и внести соответствующую поправку в показания вакуумметра. Из уравнения (8) следует

$$P_0 = P_H \left(1 + \frac{S_H}{U} \right), \quad (29)$$

где P_0 — давление в системе; P_H — давление в манометрическом преобразователе; S_H — быстрота откачивающего действия преобразователя; U — проводимость соединительной трубки.

Иногда при таком измерении быстрота откачивающего действия может оказаться отрицательной. Это свидетельствует о недостаточном предварительном удалении газа из преобразователя (путем прогрева электрическим током или электронной бомбардировкой) или о недостаточной его герметичности. Более надежные результаты дают открытые конструкции преобразователей, вводимые в вакуумную систему на фланцах.

Магниторазрядные методы, как и ионизационные, позволяют измерять давления в очень широких пределах. По сравнению с ионизационными преимущество магниторазрядных методов заключается в отсутствии накаливаемого катода, выделяющего большое количество тепла. Магниторазрядные методы удобны для применения в криогенных установках, где весьма важно, чтобы количество теплоты, выделяемой работающими приборами, было минимальным. Магниторазрядные преобразователи не выходят из строя при резком увеличении давления (вплоть до атмосферного) и обладают большей (по сравнению с ионизационными) чувствительностью.

Наибольшее распространение получили три конструктивных разновидности магниторазрядных преобразователей:

анод выполнен в виде проволочного кольца или прямоугольной рамки с квадратными ячейками, а параллельно плоскости анода с обеих сторон на одинаковых расстояниях от него распо-

ложены две пластины катода; направление силовых линий магнитного поля перпендикулярно плоскостям анода и катодов; анод и катод выполнены в виде коаксиальных цилиндров, причем анод — наружный цилиндр, а катод — внутренний; силовые линии магнитного поля направлены по оси цилиндров; анод и катод выполнены также в виде коаксиальных цилиндров, но анодом является внутренний цилиндр, а катодом — наружный.

Напряжение "анод — катод", необходимое для обеспечения устойчивого разряда, составляет от одного до нескольких киловольт, а магнитная индукция поля равна 0,1 ... 0,3 Т.

Все три перечисленных варианта применимы в довольно широких пределах значений давления — в области среднего, высокого и сверхвысокого вакуума.

Градуировочную кривую магниторазрядного вакуумметра обычно представляют уравнением

$$I_p = \kappa p^n, \quad (30)$$

где I_p — разрядный ток манометрического преобразователя; κ — постоянный коэффициент; p — измеряемое давление; n — показатель степени, который соответствующим выбором элементов конструкции преобразователя, магнитной индукции и анодного напряжения стараются приблизить к единице*, что, однако, не всегда удается. В некоторых случаях (например, у магнетронного манометрического преобразователя) наблюдается резкое изменение показателя n при определенных значениях давлений. У инверсно-магнетронного преобразователя может быть получено $n = 1$ во всем диапазоне измеряемых давлений. Для некоторых магниторазрядных преобразователей характерна возможность резкого изменения режима колебаний пространственного заряда, приводящего к смещению градуировочной кривой. Другие особенности магниторазрядных методов аналогичны отмеченным выше особенностям ионизационных методов.

* Уравнение (30) справедливо только в области малых давлений, когда внутреннее сопротивление преобразователя велико по сравнению с внешним ("балластным") сопротивлением в его электрической цепи.

3. ИЗМЕРЕНИЯ ПАРЦИАЛЬНЫХ ДАВЛЕНИЙ

Измерения суммарных давлений остаточных газов в вакуумных системах оказываются недостаточными как для целей научных исследований, так и для современного производства, поскольку в большинстве процессов, происходящих в вакууме, существенно не только суммарное число молекул остаточных газов, но и состав этих газов. Для анализа состава остаточных газов в вакуумных системах обычно применяют масс-спектрометрические методы. Преобразователь, присоединяемый к вакуумной системе, состоит из ионизационной камеры, в которой используются электроны, испускаемые накалившимся катодом, и устройства для разделения образовавшихся ионов по отношениям массы к заряду (m / e). Для того чтобы преобразователь не вносил существенных искажений в результаты измерений, конструкция его должна быть по возможности простой, легко прогреваемой, с использованием минимального количества металла.

Основные характеристики масс-спектрометрических методов:

1. Диапазон различаемых масс, выражаемый в атомных единицах массы (атомная единица массы равна $1/12$ массы атома изотопа углерода ^{12}C), так называемых "массовых числах" M .
2. Разрешающая способность, выражаемая отношением $M / \Delta M$, где ΔM - эффективная ширина основания пика, соответствующего массовому числу M . Из-за целого ряда конструктивных причин и нестабильности характеристик источников питания ветви пиков не спадают резко, а плавно приближаются к нулевой линии, в связи с чем приходится измерять ΔM не на уровне нулевой линии, а на высоте, равной 0,1, 1, 0, 10 или даже 50% высоты пика. Это приводит к некоторой неопределенности этой характеристики, возникают трудности при сравнении разрешающих способностей приборов, определенных разными авторами. Тем не менее, разрешающая способность измерителя парциальных давлений определяет собой верхний предел его диапазона масс: чем больше $M / \Delta M$, тем большие массовые числа могут быть данным прибором зарегистрированы отдельно.

3. Чувствительность - характеристика, аналогичная соответствующей характеристике ионизационного манометрического преобразователя. Чувствительности по разным газам так же мо-

гут отличаться одна от другой в несколько раз и, следовательно, для правильной расшифровки спектра масс необходимо знать эти чувствительности. Следует иметь в виду, что каждый газ дает, как правило, не один пик, соответствующий основному массовому числу данного газа, а целый спектр пиков, и поэтому точная расшифровка результатов, полученных при анализе смеси газов, представляет собой решение системы уравнений со многими неизвестными. Задача осложняется еще и тем, что некоторые газы, как, например, азот, окись углерода и этилен, дают в спектре масс одинаковый наиболее интенсивный пик, соответствующий $M = 28$.

Число применяемых методов измерения парциальных давлений в настоящее время достаточно велико. Наиболее широкое распространение получили следующие методы: разделение ионов в постоянных магнитном и электрическом полях, разделение ионов в постоянном магнитном и переменном электрическом поле, электрический фильтр масс (электрическое поле с постоянной и переменной составляющими).

Наибольшей разрешающей способностью характеризуется первый из перечисленных методов, однако соответствующие приборы довольно дороги и сложны. Наиболее простые и поэтому широко распространенные приборы — омегатроны основаны на втором методе. Разрешающая способность их невелика (около 30), а диапазон массовых чисел не более 250. Третий метод позволяет создавать как простые, так и довольно сложные приборы с разными характеристиками. Ценным преимуществом этого метода является получение линейного спектра масс в широком диапазоне массовых чисел.

Погрешности измерения парциальных давлений детально еще никем не исследовались; по-видимому, применение соответствующей градуировки приборов позволит измерять парциальные давления с такими же погрешностями, какими характеризуются ионизационные методы измерения низких абсолютных давлений.

4. ИЗМЕРЕНИЯ ПРОИЗВОДИТЕЛЬНОСТИ И БЫСТРОТЫ ОТКАЧКИ. КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА ГЕРМЕТИЧНОСТИ ВАКУУМНЫХ ОБЪЕКТОВ

Из прочих видов вакуумных измерений наибольшее значение имеет измерение газовых потоков, которое позволяет опреде-

лять как основные характеристики средств откачки, так и степень герметичности вакуумных систем и объектов.

Из уравнения (3) следует, что

$$Q = p \frac{dV}{dt} + V \frac{dp}{dt}, \quad (31)$$

и, таким образом, могут быть применены следующие основные методы измерения газового потока:

1. При $V = const$

$$Q = V \cdot \frac{dp}{dt} \approx V \cdot \frac{\Delta p}{\Delta t}. \quad (32)$$

Газ выходит из резервуара, имеющего известный объем V (или поступает в резервуар); измеряя изменения давления Δp за промежутки времени Δt , по уравнению (32) определяют поток Q .

2. При

$$p = const$$
$$Q = p \cdot \frac{dV}{dt} \approx p \frac{\Delta V}{\Delta t}. \quad (33)$$

В этом случае газ, находящийся при постоянном давлении p , выходит из резервуара (или поступает в резервуар), объем которого изменяется во времени. Зная давление газа p и скорость изменения объема резервуара $\Delta V / \Delta t$, можно вычислить значение потока Q по формуле (33). В качестве резервуара переменного объема можно применять газовую бюретку (мерный стеклянный сосуд с делениями, в котором перемещается жидкость, вытесняющая газ, или освобождающая место для газа), цилиндр с поршнем, сиффон и т. п.

Фактически при вытеснении газа жидкостью (или вытеснении жидкости газом) давление последнего изменяется, поэтому при точных измерениях необходимо вводить поправки, принимая во внимание исходное уравнение (3):

$$Q = p \frac{\Delta V}{\Delta t} + V \frac{\Delta p}{\Delta t} + \frac{\Delta p \Delta V}{\Delta t}. \quad (34)$$

Обычно выбирают такой диапазон изменений давления, чтобы второй и третий члены в правой части уравнения (34) были пренебрежимо малы по сравнению с первым. Приведенные уравнения позволяют оценить погрешности измерения потоков газа, которые определяются главным образом погрешностями измерения давления и изменений давления и могут достигать нескольких десятков процентов.

Поток газа, измеренный на входе в насос, называют производительностью (подачей) насоса. Зная подачу Q и давление на входе в насос p_H , можно определить быстроту действия насоса S_H по уравнению (9):

$$S_H = \frac{Q}{p_H}. \quad (35)$$

Таким образом, при измерении S_H к погрешности измерения потока Q добавляется еще и погрешность измерения давления p_H на входе в насос. При измерениях Q и p_H большое значение имеет форма измерительного колпака и место присоединения манометрического преобразователя. Поэтому конструкция измерительного колпака стандартизована Международной организацией по стандартизации (стандарты ИСО 1607 и 1608).

При количественной оценке герметичности вакуумного объекта измеряют поток натекания B - поток газа (обычно воздуха), проникающий внутрь объекта через неплотности (течи). Если известен полный объем вакуумного объекта V , то поток натекания можно определить методом постоянного объема, измеряя изменения давления Δp за промежутки времени Δt , по уравнению, аналогичному уравнению (32):

$$B = V \frac{\Delta p}{\Delta t}. \quad (36)$$

Если объем объекта неизвестен, а также в ряде других сложных случаев поток натекания определяется путем помещения объекта в атмосферу с известным содержанием пробного газа (для масс-спектрометрических течеискателей - обычно гелия) и присоединения к обследуемой системе течеискателя. В случае применения гелиевого масс-спектрометрического течеискателя показания его выходного прибора, настроенного на пик гелия, в широких пределах пропорциональны потоку натекания гелия в обследуемый объект.

Для количественной оценки потока натекания выходной прибор течеискателя в каждом конкретном случае должен быть градуирован в единицах потока гелия. Для градуировки применяют калиброванные гелиевые течи, представляющие собой источники потоков гелия, значения которых заранее известны. Поставив калиброванную течь в те же условия, в которых будет находиться течь изучаемая, определяют постоянную течеискателя K :

$$K = \frac{a_K}{(\alpha_K - \alpha_D)}, \quad (37)$$

где Q_K - поток гелия из калиброванной течи; α_0 и α_K - показания выходного прибора течеискателя, соответствующие фоновому потоку гелия (из атмосферного воздуха) и потоку из калиброванной течи.

Определив K , измеряют α для обследуемого объекта, находящегося в атмосфере гелия. Поток натекания гелия вычисляют по уравнению

$$Q = K(\alpha - \alpha_0). \quad (38)$$

По измеренному таким образом потоку натекания гелия Q можно оценить значение соответствующего потока натекания в систему воздуха в рабочих условиях (B). Уравнения типа (8) могут быть написаны для потоков гелия и воздуха соответственно:

$$Q = \Delta p_{цсп} U_{п.г}; \quad (39)$$

$$B = (p_1 - p_2) U_m. \quad (40)$$

Здесь $\Delta p_{цсп}$ - разность между давлениями пробного газа снаружи и внутри объекта при испытаниях; $U_{п.г}$ - проводимость течи по пробному газу; p_1 и p_2 - давления снаружи и внутри объекта в рабочих условиях; U_m - проводимость течи для воздуха.

Из (39) и (40) следует соотношение между Q и B :

$$\frac{Q}{B} = \frac{\Delta p_{цсп}}{p_1 - p_2} \frac{U_{п.г}}{U_m}. \quad (41)$$

Соотношение (41) позволяет также выбирать требуемый тип течеискателя по минимальному обнаруживаемому потоку гелия

$Q_{п.г}$ в зависимости от допустимого потока натекания B воздуха в объект. Отношение проводимостей $U_{п.г} / U_m$ в (41) для молекулярного режима течения может быть заменено выражением $\sqrt{\frac{T_{п.г}}{T_{азота}} \frac{\mu_{азота}}{\mu_{п.г}}}$ так как известно, что проводимость в молекулярном режиме пропорциональна корню квадратному из отношения температуры газа к его молекулярной массе.

Оценка потока натекания при использовании других течеискателей (например, галоидных) ведется аналогичным способом.

5. ДЕСОРБЦИОННАЯ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ

В последние годы все больше внимания уделяется исследованиям не только состава остаточных газов в объеме вакуумных

установок, но и состава газов, сорбированных на поверхности твердого тела в вакууме. Существенную роль в проведении исследований такого рода призвана сыграть новая область масс-спектрометрии – десорбционная спектрометрия, возникшая в конце 50-х – начале 60-х годов.

Первый десорбционный спектрометр имел электрод в виде проволоки из тугоплавкого металла, которая в течение нескольких секунд нагревалась по определенному закону до температуры выше 2000°C (метод "вспышки"). Во время такого нагрева наблюдались следующие друг за другом максимумы давления, обусловленные десорбцией с поверхности проволоки разных газов или одного газа (при разных типах связи молекул газа с поверхностью). Аналогичная спектрограмма наблюдалась и при медленном оттаивании ловушки, предварительно охлажденной до низкой температуры. Еще более широкие возможности для анализа состава сорбированных газов заложены, как показали исследования, в медленном запрограммированном нагреве молекулярных сит

В процессе десорбции с молекулярных сит непрерывно записывают как полное давление, измеряемое ионизационным вакууметром, так и парциальные давления десорбируемых газов, измеряемые масс-спектрометром, а также давление газа в печи, где происходит десорбция, и изменение температуры печи. При этом изменение давления характеризует изменение скорости десорбции.

Оптимальную продолжительность предварительной сорбции газа устанавливают проведением ряда экспериментов по сорбции азота при максимально возможной температуре (650 K) и разной продолжительности (от 2 до 120 мин). Оптимальная продолжительность оказалась равной 40 мин, при больших продолжительностях сорбции максимальная скорость десорбции практически не увеличивалась. Были также проведены эксперименты по исследованию влияния температуры, при которой происходит сорбция, на положение и высоту максимума десорбционной кривой, однако никакой зависимости установить не удалось, разброс экспериментальных кривых лежал в пределах чисто случайных отклонений. Энергии активации десорбции разных газов экспериментально определяли по температурным максимумам.

Были получены экспериментальные и теоретические оценки энергий активации десорбции для ряда газов: кислорода, аргона, криптона, азота, метана, окиси углерода, ксенона, этана, этилена,

ацетилен и углекислого газа. В пределах погрешностей эксперимента теоретические и экспериментальные оценки совпали, Суммарный спектр перечисленных газов приведен на рис. 3, где по оси абсцисс отложено время, прямая наклонная линия показывает закон изменения температуры печи, а пики давления (пропорциональные величинам пиков скорости десорбции) соответствуют разным энергиям активации десорбции соответствующих газов. Из спектра видно, что каждый из исследованных газов десорбируется при вполне определенной, характерной для него температуре, при этом полученный спектр

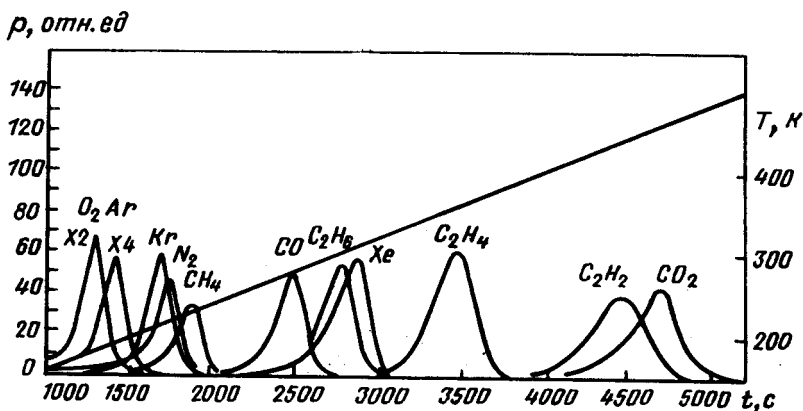


Рис. 3. Спектр масс для ряда газов, полученный методом десорбционной масс-спектрометрии

существенно отличается от традиционных, на которых пики располагаются в последовательности возрастания или убывания массовых чисел. Отдельно и хорошо разрешаются, например, пики N_2 и CO , имеющие одинаковое массовое число 28.

6. ПРОБЛЕМЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ВАКУУМНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

В связи с широким развитием вакуумных измерений и внедрением их в различные отрасли промышленности и научных

исследований в последние годы отечественной промышленностью создано до 20 новых типов вакуумметров для измерения низких абсолютных давлений, рассчитанных на разные пределы измерений, лежащие в диапазоне от 100 до 10^{-12} мм рт. ст. (примерно от 10^4 до 10^{-10} Па). К ним относятся термомпарные, ионизационные, магниторазрядные вакуумметры и вакуумметры сопротивления, пределы допускаемых значений погрешностей которых колеблются от пяти до нескольких десятков процентов от измеряемой величины.

Для измерения парциальных давлений разработаны и выпускаются промышленностью несколько типов масс-спектрометрических приборов (омегатроны, фарвитроны, фильтры масс), эти приборы, позволяющие оценивать значения парциальных давлений газов в газовых смесях, обеспечивают индицирование диапазона парциальных давлений от 10^{-3} до 10^{-12} мм рт. ст. (примерно от 10^{-1} до 10^{-10} Па).

Определение характеристик средств откачки представляет особую проблему, связанную с контролем качества основных видов продукции вакуумной техники: вакуумных насосов и откачных агрегатов. Как было показано выше, эти определения опираются, в первую очередь, на точные измерения давления.

Для контроля герметичности вакуумных объектов разработаны и выпускаются промышленностью гелиевые масс-спектрометрические и галоидные течеискатели. Эти приборы успешно применяются для индицирования места течи в вакуумной системе или объекте, однако для получения количественных характеристик натекания необходима специальная их градуировка с помощью калиброванных течей. Калибровка течей опять-таки требует возможно более точного измерения давлений.

Взаимосвязь результатов вакуумных измерений на производстве и в научных исследованиях, необходимость сравнения результатов, полученных различными методами и в разных условиях, широкое распространение этих измерений в народном хозяйстве привели к необходимости обеспечения единства вакуумных измерений путем централизации воспроизведения единицы давления в области низких абсолютных давлений с помощью государственного эталона. Основанием для такой централизации явились следующие факторы:

а) широкое распространение в ряде отраслей промышленности и научных исследованиях всевозможных вакуумметров, градуируемых в единицах давления, и необходимость их поверки образцовыми средствами измерений, которые нуждаются, в свою очередь, в более точных средствах поверки;

б) техническая возможность прямых сличений наиболее точных образцовых средств измерений с эталоном;

в) сложность косвенных измерений, связанных с созданием исходной образцовой аппаратуры, необходимой для поверки наиболее точных средств измерений, нецелесообразность производить такие измерения в разных органах метрологической службы.

Рассматриваемый эталон должен быть специальным эталоном, так как он предназначен для воспроизведения единицы давления в такой области абсолютных давлений, где первичный эталон, воспроизводящий единицу избыточного давления, неприменим.

7. ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СПЕЦИАЛЬНЫЙ ЭТАЛОН ЕДИНИЦЫ ДАВЛЕНИЯ ДЛЯ ОБЛАСТИ АБСОЛЮТНЫХ ДАВЛЕНИЙ В ДИАПАЗОНЕ ОТ 10^{-3} ДО 10^3 Па

В соответствии с ГОСТ 8.107 - 74 эталон состоит из следующих средств измерений:

1. Набор из четырех компрессионных манометров, обеспечивающий измерения в пределах 10^{-5} - 10 мм рт. ст. (10^{-3} - 10^3 Па).

2. Мембранно-емкостный манометр с электростатической компенсацией с пределами измерений 10^{-3} - 0,5 мм рт. ст. (10^{-1} - 70 Па).

3. Установка с калиброванными объемами, обеспечивающая измерения в пределах 10^{-4} - 10 мм рт. ст. (10^{-2} - 10^3 Па).

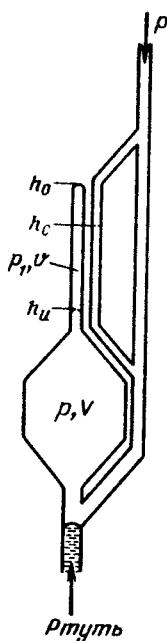
В состав эталона входит также специальная аппаратура для создания и поддержания низких давлений, включающая вакуумные установки, контрольные вакуумметры, электроизмерительные приборы, термометры и пр.

Включение в состав эталона трех видов средств измерений, обеспечивающих независимое воспроизведение единицы давления в перекрывающихся пределах измерений, обусловлено невозможностью в настоящее время точно воспроизводить единицу давления с помощью только одного средства измерений. Компрессионные манометры могут иметь систематические погрешности при измерениях давлений конденсирующихся и химически активных газов при наличии в вакуумной системе

ловушек, охлаждаемых жидким азотом. Мембранно-емкостные манометры, свободные от указанного недостатка, имеют слишком узкие пределы измерений. Последнее обстоятельство обусловило необходимость дополнения специального эталона установкой с калиброванными объемами, позволяющей доказать отсутствие систематических погрешностей в показаниях двух первых типов манометров. Таким образом, только совместное применение всех трех видов средств измерений может гарантировать верное воспроизведение размера единицы давления.

Ниже приведено краткое описание средств измерений, входящих в состав эталона.

Набор компрессионных манометров. Принцип действия компрессионного манометра (рис. 4) основан на законе Бойля - Мариотта: газ, давление P которого необходимо измерить, сжимают, поднимая ртуть в измерительном баллоне объемом V и вытесняя газ в измерительный капилляр, которым заканчивается измерительный баллон. Соотношение между давлениями и объемами газа до и после сжатия



$$pV = p_1 v \quad (при \quad T = const). \quad (42)$$

Давление P_1 , установившееся в измерительном капилляре после сжатия газа, определится разностью уровней ртути в сравнительном и измерительном капиллярах:

$$p_1 = \rho g_n (h_c - h_u), \quad (43)$$

Рис. 4. Схема компрессионного манометра

где ρ - плотность ртути;
 g_n - ускорение свободного падения.

Конечный объем сжатия v - это объем цилиндра высотой $(h_0 - h_u)$ и площадью поперечного сечения измерительного капилляра f

$$v = f (h_0 - h_u). \quad (44)$$

Подставив (43) и (44) в (42) и решив его относительно p , получим простое уравнение измерения компрессионного манометра:

$$p = \rho g_n K (h_c - h_u)(h_0 - h_u), \quad (45)$$

где $K = f/V$ - постоянная манометра.

Учет давления в сравнительном капилляре и ряда других явлений, влияющих на результат измерений, приводит к более сложному уравнению:

$$p = \frac{p_0 K}{1 - K(h_0 - h_u - \Delta_2)} (h_c - h_u - \Delta_1)(h_0 - h_u - \Delta_2), (46)$$

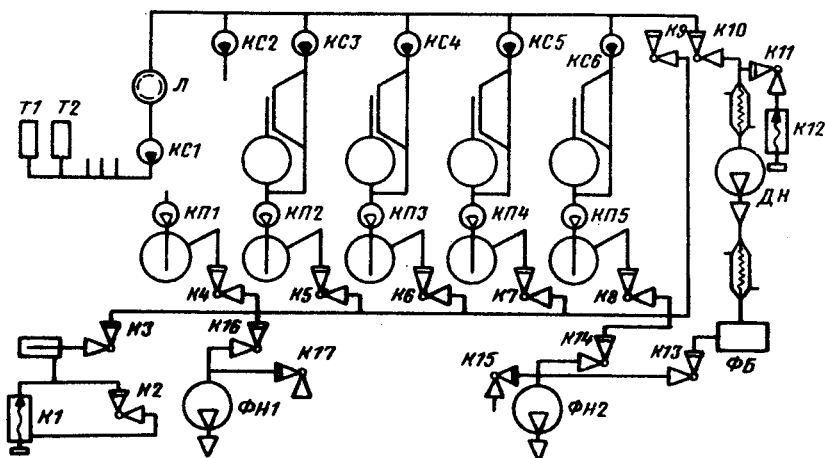


Рис. 5. Принципиальная вакуумная схема набора компрессионных манометров: $KS1 - KS6$ - краны сухие; $KP1 - KP5$ - краны поплавковые; $K1 - K17$ - краны вакуумные; $PH1, PH2$ - насосы форвакуумные; DN - насос диффузионный; FB - форвакуумный баллон; $T1, T2$ - манометрические преобразователи; L - ловушка охлаждаемая

где Δ_1 - поправка на разность депрессий ртути в сравнительном и измерительном капиллярах; Δ_2 - поправка на отличие формы запаянного конца капилляра от формы мениска ртути.

Принципиальная вакуумная схема набора компрессионных манометров приведена на рис. 5.

Мембранно-емкостный манометр, принципиальная схема которого приведена на рис. 6, имеет две камеры, разделенные тонкой перегородкой - мембраной. В одной из камер поддерживается достаточно низкое давление p_0 , значением

которого можно пренебречь по сравнению с измеряемым, в другой — измеряемое давление p . Прогиб мембраны под действием разности давлений $\Delta p = p - p_0$ вызывает изменение электрической емкости между мембраной и индикаторным электродом, которое регистрируется чувствительным емкостным мостом. Для возвращения мембраны в первоначальное положение подают разность потенциалов U между мембраной и компенсационным электродом. Разность потенциалов выбирают такой, чтобы электростатическая сила притяжения мембраны к электроду компенсировала ее прогиб под воздействием разности давлений (критерием служит возвращение электрической емкости между мембраной и электродом к первоначальному значению):

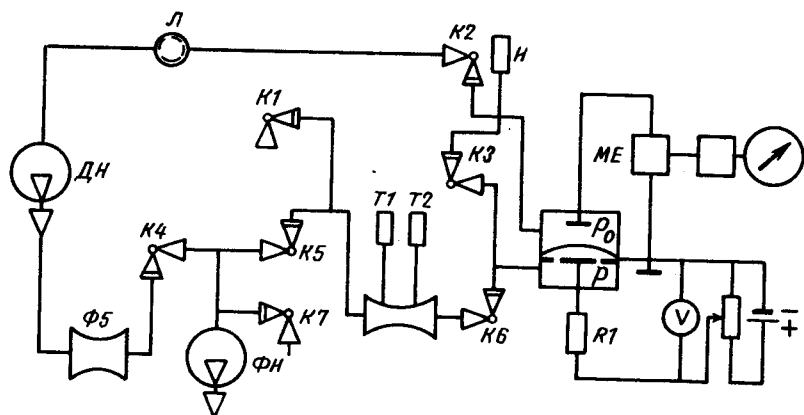


Рис. 6. Принципиальная схема мембранно-емкостного манометра

$$\Delta p = p - p_0 = -F/S. \quad (47)$$

Здесь S — площадь компенсационного электрода.

Электростатическая сила F может быть определена как производная энергии плоского конденсатора по перемещению одного из его электродов:

$$F = \frac{d}{dx} \left(\frac{CU^2}{2} \right) = \frac{U^2}{2} \frac{dC}{dx} = \frac{U^2}{2} \frac{d}{dx} \left(\frac{\epsilon_0 S}{x} \right) = -\frac{\epsilon_0 S}{2x^2} U^2. \quad (48)$$

При полной компенсации $x = l$ (l — расстояние между электродами). Тогда уравнение измерения принимает вид:

$$p = \kappa_0 U^2 + p_0, \text{ где } \kappa_0 = \frac{\varepsilon_0}{2l^2}. \quad (49)$$

При учете прогиба мембраны ω и перекоса электродов α уравнение измерения становится более сложным:

$$p = \kappa_0 \left(1 \pm \frac{\omega}{2l} + \frac{R_3^2}{6l^2} \alpha \right) U^2 + p_0. \quad (50)$$

Здесь R_3 - радиус компенсационного электрода.

Установка с калиброванными объемами. Принцип действия установки основан на законе Бойля - Мариотта и заключается в расширении газа, находящегося в малом объеме V под известным сравнительно высоким давлением p_1 , в большой объем V , где устанавливается давление p :

$$p_1 v = p (v + V) \quad (\text{при } T = \text{const}). \quad (51)$$

Отсюда простейшее уравнение измерения

$$p = \alpha p_1 / (1 + \alpha), \quad (52)$$

где

$$\alpha = v/V.$$

Принципиальная вакуумная схема установки с калиброванными объемами приведена на рис. 7. Установка имеет две последовательные пары малых и больших калиброванных объемов V_1 и V_2 , V_3 и V_4 , соединенных вентилями между собой, с системой предварительной откачки и напуска газа и с высоковакуумным диффузионным насосом. Для измерения исходного высокого давления применены два оптических деформационных манометра типа ОМ. Установка позволяет производить одно-или двухступенное расширение газа в объем V_4 . При одноступенном расширении исходное давление p устанавливают в объеме V_2 , напускают из него газ в объем V_3 , а из объема V_3 - в объем V_4 . Значение установившегося в объеме V_4 давления определится уравнением:

$$p_1 = \gamma (1 - \gamma + \varepsilon_0 / \gamma) p, \quad (53)$$

где $\gamma = V_3/V_4$, $\varepsilon_0 = p_0/p$ - поправка, учитывающая наличие в объеме V_4 остаточного давления p_0 . При выполнении определенных условий остаточным давлением можно пренебречь. Последующие расширения газа из объема V_2

через V_3 в V_4 позволяют получить в объеме V_4 ряд ступенчато возрастающих значений давления. Для этого следует повторить указанные операции несколько раз. Соотношение между предшествующим и установившимся давлением (при пренебрежении членом с ϵ_0) дается уравнением:

$$p_{i+1} = \frac{i+1}{i} \left(1 - \frac{\beta + \gamma}{2}\right) p_i, \quad (54)$$

где $\beta = V_3/V_2$.

Практически целесообразно делать не более 10 последовательных расширений.

При двухступенном расширении газ, находившийся в объеме V_1 под известным давлением p , расширяют сначала в объем V_2 , из V_2 открывают кран в V_3 , а из V_3 - в V_4 . Давление, устанавливающееся в V_4 , определяют в этом случае из уравнения:

$$p_1 = \alpha \gamma \left[1 - (\alpha + \beta + \gamma) + \frac{\epsilon_0}{\alpha \gamma}\right] p, \quad (55)$$

где $\alpha = V_1/V_2$.

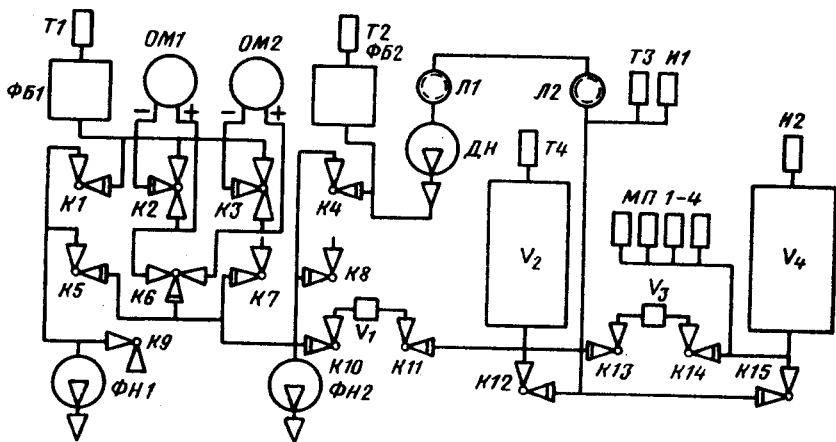


Рис. 7. Принципиальная вакуумная схема установки с калиброванными объемами; $V_1 - V_4$ - калиброванные объемы; $K1 - K15$ - краны вакуумные; $\Phi H1, \Phi H2$ - форвакуумные насосы; ΔH - диффузионный насос; $\Lambda 1, \Lambda 2$ - ловушки охлаждаемые; $OM1, OM2$ - образцовые манометры; $T1 - T4, И1, И2$ - манометрические преобразователи; $MP1 - 4$ - манометрические преобразователи

Последующие расширения газа из объема V_2 через V_3 в V_4 позволяют получить в V_4 ряд ступенчато-возрастающих значений давления. Соотношение между предшествующим и установившимся значениями давления дается уравнением (54).

В результате сличений показаний средств измерений, входящих в состав эталона, было установлено, что систематические расхождения между ними не выходят за пределы 0,5%, что соответствует результатам предварительного анализа неисклученных систематических погрешностей $\theta_0 = 0,5\%$. Характеристики случайных погрешностей не превышают 2%.

При сличении показаний набора компрессионных манометров с показаниями образцового манометра абсолютного давления, проградуированного по первичному эталону единицы давления, систематические расхождения не выходили за пределы 0,5%, что соответствует теоретической оценке. Таким образом, размер единицы давления, воспроизводимой специальным эталоном, практически согласован с размером единицы, воспроизводимым первичным эталоном.

8. ОБЩЕСОЮЗНАЯ ПОВЕРОЧНАЯ СХЕМА ДЛЯ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ АБСОЛЮТНОГО ДАВЛЕНИЯ С ПРЕДЕЛАМИ ОТ 10^{-8} ДО 10^3 Па

Поверочная схема, возглавляемая рассмотренным выше специальным эталоном (рис. 8), установлена ГОСТом 8.107-74. Она построена на основании потребностей поверки существующего в настоящее время парка рабочих средств измерений.

Необходимость применения четырех видов образцовых средств измерений 1-го разряда с взаимно перекрываемыми диапазонами обусловлена спецификой применяемой аппаратуры, наборы компрессионных манометров обеспечивают широкие пределы измерений, однако не позволяют производить поверку при конденсирующихся и химически активных газах в вакуумной системе, кроме того, работа на них весьма трудоемка и связана с применением вредного вещества -

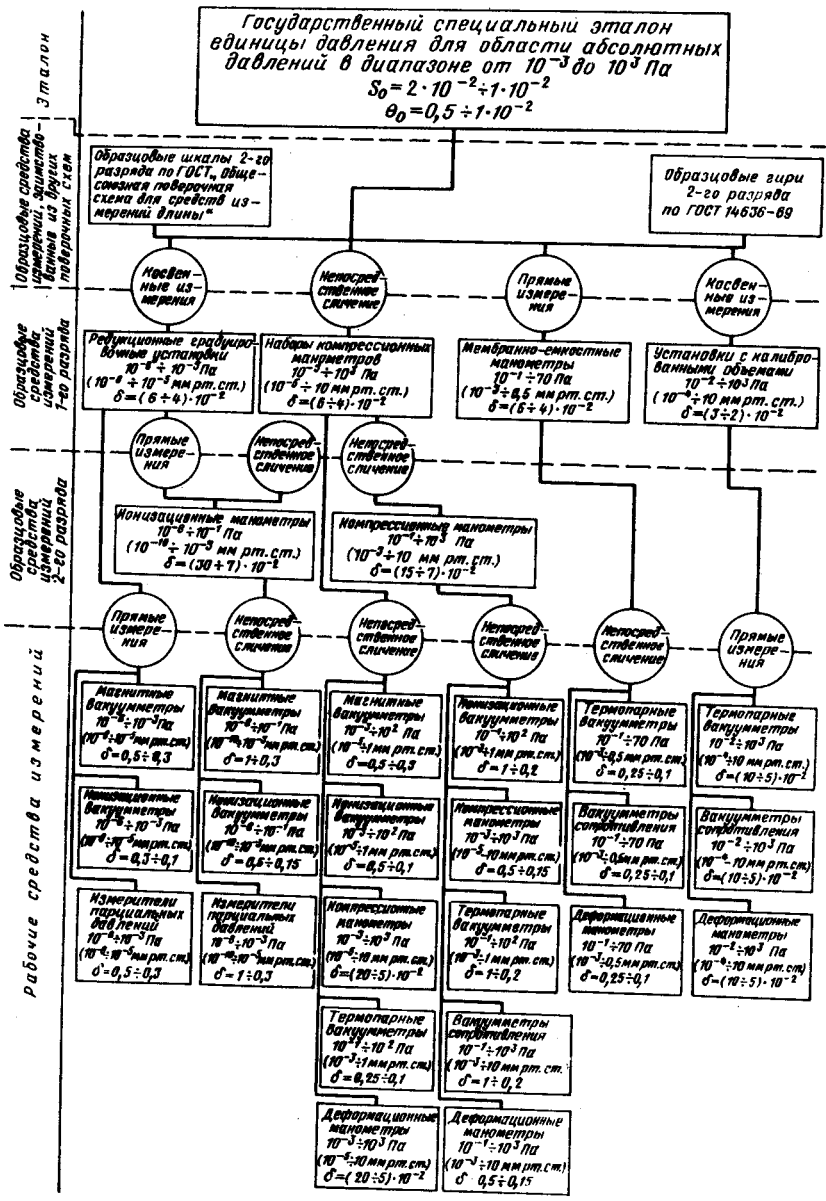


Рис. 8. Общесоюзная поверочная схема для средств измерений абсолютного давления с пределами от 10^{-8} до 10^3 Па

ртути. Мембранно-емкостные манометры имеют более узкие пределы измерений, но лишены упомянутых недостатков и, следовательно, могут быть применены в необходимых случаях вместо компрессионных манометров. Наконец, наименьшей трудоемкостью в работе и наибольшей точностью характеризуются градуировочные установки с калиброванными объемами, пределы измерений которых близки к пределам измерений компрессионных манометров, однако применение указанных установок ограничивается поверкой только таких манометров (вакуумметров), которые не изменяют давление или состав газа в вакуумной системе в процессе поверки, то есть тепловых, радиоизотопных, деформационных.

В качестве образцовых средств измерений в области более низких давлений применяются редуцированные градуировочные установки 1-го разряда и образцовые ионизационные манометры 2-го разряда с линейными градуировочными характеристиками, экстраполируемыми в область низких давлений.

9. ПОВЕРКА И ГРАДУИРОВКА ВАКУУММЕТРОВ

Все рабочие вакуумметры (манометры) и измерители парциальных давлений нуждаются в градуировке и периодической поверке по образцовой аппаратуре, воспроизводящей верное значение единицы давления.

Как правило, вакуумметры абсолютного давления состоят из двух основных частей: манометрических преобразователей и измерительных блоков. Для удобства в эксплуатации должна быть обеспечена взаимозаменяемость как блоков, так и преобразователей, поскольку часто возникает необходимость в их замене или применении одного измерительного блока с несколькими преобразователями и т. п. В связи с указанными обстоятельствами целесообразно иметь возможность проведения двух видов поверки:

- раздельной поверки манометрических преобразователей и измерительных блоков, обеспечивающей их полную взаимозаменяемость;
- комплектной поверки манометрического преобразователя вместе с данным измерительным блоком для тех случаев, когда взаимозаменяемость не нужна или не может быть обеспечена конструкцией преобразователя или блока.

Манометрические преобразователи при выпуске их большими партиями обычно не нуждаются в индивидуальной градуировке или поверке, так как их метрологические параметры обеспечиваются технологическим процессом серийного производства. Поэтому для таких преобразователей после того, как установлена типовая градуировочная кривая или постоянная бывает достаточно выборочных или периодических поверок. В то же время измерительные блоки для электрического питания манометрических преобразователей, представляющие собой сложные устройства, нуждаются в индивидуальной настройке и в индивидуальной поверке с определенной периодичностью. Поверка измерительных блоков не требует каких бы то ни было вакуумных устройств и может быть выполнена при помощи сравнительно несложного электротехнического оборудования и образцовых электроизмерительных приборов силами технического персонала средней квалификации. Градуировка и поверка манометрических преобразователей (как и комплектная поверка вакуумметров или измерителей парциальных давлений) требует специального оборудования для получения высокого или сверхвысокого вакуума, образцовой вакуумметрической аппаратуры, указанной в поверочной схеме (см. рис. 8), высокой квалификации обслуживающего персонала, специальных помещений и т. п.

При поверке манометрических преобразователей применяются такие предварительно проверенные измерительные блоки, чтобы вносимыми ими погрешностями можно было пренебречь. В результате установленные при поверке погрешности относят только к погрешностям манометрических преобразователей. При эксплуатации преобразователя в комплекте с измерительным блоком погрешности собственно преобразователя и погрешности, вносимые блоком, суммируются.

10. ЗАДАЧИ МЕТРОЛОГИИ ВАКУУМНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

Основными задачами метрологии вакуумных измерений, которые необходимо решить в ближайшем будущем, являются следующие:

1. Совершенствование образцовой аппаратуры для метрологического обеспечения вакуумных измерений в стране.
2. Дальнейшее развитие методов испытаний средств откачки, создание и совершенствование аппаратуры и технологических про-

цессов с целью повышения качества и улучшения характеристик выпускаемых вакуумных насосов и агрегатов.

3. Совершенствование методов и аппаратуры для количественного контроля характеристик герметичности вакуумных объектов.

4. Переход от измерения давлений к измерению концентраций газовых молекул для получения характеристик высокого вакуума.

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПРОВЕРКИ

1. Что означает термин "вакуумные измерения"?

2. Перечислите основные виды вакуумных измерений, измеряемые величины и применяемые единицы.

3. Назовите методы, применяемые для измерения полных абсолютных давлений и дайте их сравнительные характеристики.

4. Какие Вы знаете разновидности тепловых методов измерения давления, в чем заключаются их особенности?

5. Какими путями отодвигается нижний предел измерения давлений ионизационными методами?

6. Какие методы применяются для измерения парциальных давлений, в чем заключается основная сложность измерения?

7. Как измеряют газовые потоки? Покажите связь между потоками и характеристиками средств откачки, между потоками и характеристиками герметичности вакуумных объектов.

8. В чем состоит сущность методов десорбционной масс-спектрометрии?

9. Какими мерами обеспечивается единство вакуумных измерений в стране?

10. Зачем нужны специальный эталон и образцовые средства измерений?

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Востров Г. А., Розанов Л. Н. Вакуумметры. М., "Машиностроение", 1967, 236 с.

2. Грошковский Я. Техника высокого вакуума. М., "Мир", 1975, 622 с.

3. Гуляев М. А., Ерюхин А. В. Измерение вакуума. М., Издательство Стандартов, 1967, 148 с.

4. Лекк Дж. Измерение давления в вакуумных системах. М., "Мир", 1966, 208 с.

5. Основы вакуумной техники. М., "Энергия", 1975, 415 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

1. Введение.....	3
2. Измерения полных абсолютных давлений.....	8
3. Измерения парциальных давлений.....	21
4. Измерения производительности и быстроты откачки. Количественная оценка герметичности вакуумных объектов.....	22
5. Десорбционная масс-спектрометрия.....	25
6. Проблемы обеспечения единства вакуумных измерений	27
7. Государственный специальный эталон единицы давления для области абсолютных давлений в диапазоне от 10^{-3} до 10^3 Па.....	29
8. Общесоюзная поверочная схема для средств измерений абсолютного давления с пределами от 10^{-8} до 10^3 Па.....	35
9. Поверка и градуировка вакуумметров	37
10. Задачи метрологии вакуумных измерений.....	38
Вопросы для самопроверки.....	39
Список литературы.....	39

Алексей Викторович ЕРЮХИН

ОСНОВЫ

ВАКУУМНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

Редактор В. И. Козлов

Технический редактор И. В. Пушина

Корректор Л. В. Наделяева

Подписано к печати 16.6.77

T-09830

Формат 60x90/16

Бумага офсетная

Тир. 2000 экз. Уч.-изд. 2,3 Усл. печ. л. 2,5

Изд. зак. 4459 Тип. зак. Р-1849 тип. ЦАГИ Бесплатно

Издательство "Машиностроение" 107885,

Москва, Б-78, 1-й Басманный пер., 3