

Merilni sistem za ugotavljanje sposobnosti ionskogetrske črpalke

Measuring System for Determination of Ion Getter Pump Performances

A. Pregelj¹, M. Drab, J. Novak, M. Mozetič, IEVT Ljubljana
A. Paulin, Univerza v Mariboru, Fakulteta ERI, Maribor

Prejem rokopisa - received: 1995-10-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 1995-12-22

Pri razvoju domače ionskogetrske (IG) črpalke je bilo potrebno pripraviti preizkusni črpalni sistem za ugotavljanje njenih sposobnosti. Sistem mora poleg menjavanja črpalk zagotavljati še osnovno izčrpavanje, meritve tlakov ter vpuščanje in merjenje pretoka preskusnega plina. Vse sestavne dele smo izdelali v ultravisokovakuumski (UVV) tehniki, osrednji delovni recipient pa tudi skladno z mednarodnimi standardi. Prispevek podaja merilne metode, normative za izvajanje meritev in izvedbo za ta namen potrebnega vakuumskoga sistema.

Ključne besede: meritve tlaka, visoki vakuum, ionskogetrska črpalka, črpalna hitrost, metoda za zaslonko

Developing a new ion getter (IG) pump we had to prepare an arrangement for testing the pump performances. Besides pumps changing possibility the system had to enable pressure measurements, metering the inlet test gas and determination of its flow. All components were made in ultra high vacuum technique and the central vessel also in agreement with international standards. The contribution represents the measuring principles, the norms for test operations and the system realization.

Key words: pressure measurement, high vacuum, iongetter pump, pumping speed, orifice method

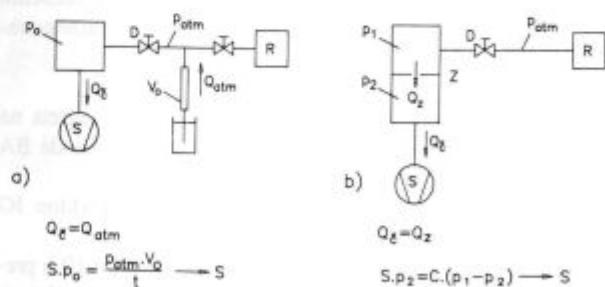
1 Uvod

Sposobnost vakuumskih črpalk je podana s končnim tlakom, ki ga dosegajo, in s črpalno hitrostjo. Končni tlak izmerimo po določenem postopku s preverjenim instrumentom, za določevanje črpalne hitrosti visoko in ultra visokovakuumskih črpalk pa sta v praksi uveljavljena dva načina. To sta: metoda s pretokom in metoda z zaslonko (slika 1). V obeh primerih priključimo črpalko na merilno komoro in vanjo vpuščamo zrak ali kak drug merilni plin.

Z nadzorovanim vpušcanjem plina, pri atmosferskem tlaku skozi volumski merilnik pretoka ali v molekularnem režimu skozi zaslonko, ustvarjamo različne konstantne pretoke (Q) med rezervoarjem plina in med črpalko. Pri tem se v merilni komori vzpostavljajo ustrezni stacionarni tlaki (p). Vsakič, ko se stanje stabilizira, ugotovimo oba podatka in izračunamo črpalno hitrost po enačbi: $S = Q/p$. Dobljene rezultate lahko z diagramom $S = S(p)$ nazorno predstavimo.

Praksa in poizkusi nam povedo⁷, da omenjeni metodi dajeta za nekaj odstotkov različne rezultate, in da je pri visokih vakuumih primernejše meriti z zaslonko, pri višjih tlakih pa z volumskim merilnikom pretoka. Skladno z omenjenimi dejstvi tudi standardi za merjenje UVV črpalk predpisujejo različne metode:

- za ionsko getrske črpalke metodo z zaslonko⁶
 - za difuzijske črpalke metodo z volumskim pretokom⁸
 - za turbomolekularne črpalke pa obe metodi⁹.
- Za naše potrebe smo si za meritev črpalne hitrosti IG črpalke v skladu z normativi izdelali sistem z zaslonko.



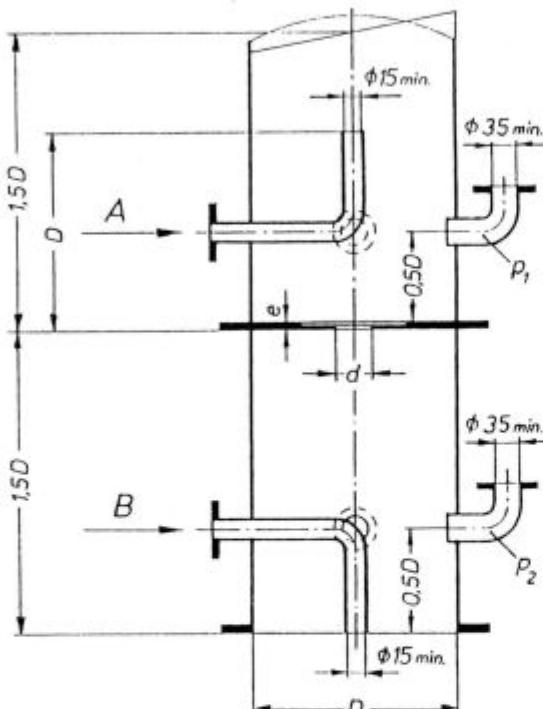
Slika 1: Metodi merjenja črpalne hitrosti: a) s pretokom in b) z zaslonko. Oznake pomenijo: S-merjena črpalna hitrost črpalke, D-dozirni ventil, Z-zaslonka, Q_{atm} -gas flow from the atmosphere pressure, Q_x -gas flow through orifice, Q_e -gas flow in the pump, p_1 -pressure above orifice, p_0 and p_2 -pressure above pump, R-reservoir of dry gas

Figure 1: Pumping speed measuring methods: a) by volumetric flow and b) by orifice. Legend: S-detected pumping speed, D-dosing valve, Z-orifice, Q_{atm} -gas flow from the atmosphere pressure, Q_x -gas flow through orifice, Q_e -gas flow in the pump, p_1 -pressure above orifice, p_0 and p_2 -pressure above pump, R-reservoir of dry gas

¹ Mag. Andrej PREGELJ
Inštitut za elektroniku in vakuumsko tehniko
1111 Ljubljana, Teslova 30

2 Metoda meritve črpalne hitrosti z zaslonko

Osnovni del celotne naprave za preizkušanje IG črpalk je merilni recipient. Njegova oblika in dimenzijs so predpisane s standardom⁶ in so prikazane na sliki 2. Uporabljamo ga za meritve končnega tlaka črpalke in za ugotavljanje črpalne hitrosti. Sestavljajo ga valjasta posoda s premerom enakim ustju črpalke, zaslonka in priključki: dva za Bayard-Alpertova (BA) merilnika tlaka, dva s kljukastim notranjim podaljškom za vpušcanje plina (A-zgornji delovni in B-spodnji pomožni) ter po eden za predčrpanje oz. za masni spektrometer preostalih plinov. Njegova izvedba dopušča pregrevanje na 300 do 400°C, kar se zahteva tudi za vse priklopljene elemente.



Slika 2: Merilni recipient za preizkušanje sposobnosti IG črpalk
Figure 2: Measuring vessel for IG pump testing

S ciljem pridobiti primerljive podatke o izdelkih različnih proizvajalcev predpisuje standard poleg dimenzijs črpalnega recipienta tudi postopek. Le-ta je na kratko naslednji:

- čiščenje in zapiranje sistema
- črpjanje s predčrpalko 4 h (recipient in črpalka segreta na vsaj 300°C) in občasno vzporedno razplinjanje anode BA triode
- po ohladitvi zaprtje predčrpalnega ventila in vklop IG črpalke
- črpjanje najmanj 2,5 dni in v tem času večkrat po 10 h pregrevanja na 300°C. Na vsakih 24 h vsaj enkrat (vselej ob koncu gretja) in najmanj 5 ur pred meritvijo je potrebno tudi razplinjanje BA triode
- 48 ur po izklopu pregrevanja (temperatura merilnega recipienta mora biti tedaj 15-16°C) se pri vklopljeni IG črpalki odčita tlak p_2 ter napetost in tok. Če so vrednosti konstantne dalj časa, smatramo, da je to končni tlak črpalke
- vpust suhega zraka količine $4 \cdot 10^{-2} \text{ S}$ (mbarl), pri čemer je S nazivna črpalna hitrost v (l/s). Ta zrak je potreben, da se črpalka zasiti

- izčrpjanje vpuščenega plina in čakanje, da se doseže (brez pregrevanja!) končni tlak, ki mora biti nižji od 10^{-9} mbar
- z vpuščanjem suhega zraka postopno povečujemo (v treh urah za eno dekado) tlak p v zgornjem delu merilnega recipienta in sicer največ do $p_{\max} = 5 \cdot 10^{-3}/d$ (mbar), pri čemer je d izrazen v (mm), tako da nastavljamo p v območju $1 \cdot 10^{-9}$ do $1 \cdot 10^{-5}$ mbar. Iz istočasno merjenih p_1 in p_2 sproti izračunavamo S po naslednjih formulah^{1,2,6,7}:

$$S = \frac{Q_z}{p_2} = \frac{C(p_1 - p_2)}{p_2} = C \left(\frac{p_1}{p_2} - 1 \right)$$

pri tem je: $C = \sqrt{\frac{RT\pi}{32M}} \cdot \frac{d^2}{1 + \%_d}$ = prevodnost odprtine ($\text{m}^3 \text{s}^{-1}$)

$$R = 8,314 \text{ kg m}^2 \text{ s}^{-2} \text{ mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

$$M = 28,8 \cdot 10^{-3} \text{ kg mol}^{-1} \text{ (za zrak)}$$

$$d, d = \text{debelina in premer zaslonke v (m)}$$

- tlak nato spet korakoma znižujemo ter ponovimo meritve S pri vsaj eni tretjini števila prej izmerjenih točk. Pri nižjih tlakih izvajamo to zelo počasi (tudi več ur), da dosežemo ravnotežje in umiritev nihanja tlaka. Rezultate S podamo v obliki krivulje. Nato po naknadnem še enem pregrevanju ponovimo meritve končnega tlaka; rezultat se od prvega ne sme razlikovati za več kot trikrat.

3 Izdelava in preizkus merilnega sistema

Merilna aparatura za ugotavljanje lastnosti IG črpalk mora poleg osrednje posode s priključki vsebovati še: črpalke za osnovno izčrpjanje senzorja za tlak, zaporne ventile in ventile za vpušcanje preizkusnega plina ter potrebne povezavne sestavne dele. Tesnost sistema mora biti čim boljša (puščanje manjše od 10^{-9} mbar l s^{-1}). Vgrajene sestavine osrednjega dela pa morajo dopuščati pregrevanje na 300 do 400°C. Poleg vakuumskega dela z IG črpalko vred spadajo k opisani celotni napravi še merilni instrumenti, visokonapetostni izvor, grelniki za zunanje ogrevanje, elementi za merjenje pretoka, za sušenje testnega plina itd.

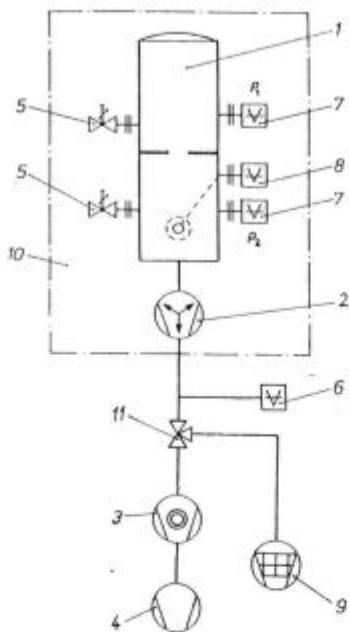
Po opisanih principih smo konstruirali in izdelali preizkusni sistem, ki je prikazan na sliki 3.

Z ozirom na velikost prototipa IG črpalke, ki ima sesalno odprtino premera 100 mm (ISO CF-100), smo glede na standard - opisan v predhodnem poglavju - izbrali naslednje dimenzijs merilne posode: premer 100 mm in višina 300 mm. Vgrajena je zaslonka debeline 0,5 mm in premera 8 mm. Vakuumski sistem za predčrpavanje sestavljajo tri sorcijske črpalke premera 70 mm z zeolitom 13x; zraven spadajo Dewarjeve posode za LN2 in grelniki za regeneracijo.

Ventili in spojne cevi imajo presek 30-40 mm. Za zunanje ogrevanje merilnega recipienta in priključenih elementov uporabljamo grelne trakove, infra grelnike in kot dopolnilo sevalne ščite.

Osnovni gradbeni material je nerjavno jeklo, varjeno po TiG (tungsten inert gas) postopku, razstavljeni spoji so tipa CF z bakreno tesnilko, električne prevodnice iz zlitine FeNiCo (kovar) so vtljene z ustreznim steklom v zunano prirobnico na usklajen oz. kompresijski način. Vsi vakuumski sestavn deli so domače izdelave. Poleg njih daje sistemu zunanji videz še okvir z vloženimi instrumenti in pomožnimi priključki.

Sistem smo preizkusili večkrat; najprej brez pregrevanja, z vitonskimi tesnilkami namesto kovinskih, kasneje pa po vseh predpisih, in dosegli dobre rezultate. Nekaj dopolnitve bo potrebno le glede pregrevnosti vgrajenih ventilov in kalibracije merilnikov. Izkazalo se je tudi, da za začetne poskuse s pro-



Slika 3: Vakuumski sistem za preskusna merjenja IG črpalk;
1-merilni recipient, 2-preizkušana IG črpalka, 3-TM črpalka,
4-rotacijska predčrpalka, 5-dozirni ventil, 6-merilnik tlaka (Pirani),
7-merilnik tlaka (Bayard-Alpert), 8-masni spektrometer, 9-sistem
sorpcijskih črpalk, 10-zunanje ogrevanje recipienta in črpalke
Figure 3: Vacuum system for experimental testing of IG pumps;
1-measuring vessel (dome), 2-tested IG pump, 3-TM pump, 4-rotary
forepump, 5-dosing valve, 6-pressure gauge (Pirani), 7-Bayard-Alpert
gauge, 8-mass spectrometer, 9-sorption pump system, 10-outside
heating

totipi črpalk, ko je potrebno še pogosto odpiranje, ne zadostuje sorpcijski predčrpalni sistem, ampak je ugodnejši turbo-molekularni.

4 Sklep

Pomemben del področja meritev v vakuumski tehniki je določevanje kvalitete in sposobnosti elementov, kot so npr: prevodnost ventilov, tesnost spojev in sten, končni tlak črpalk in njihove črpalne hitrosti. Z dograditvijo opisanega sistema, v prvi fazi sicer le za premere sesalne odprtine 100 mm, se obseg naše dejavnosti od obravnavanja rotacijskih in difuzijskih črpalk razširja na novo področje IG črpalk, kar pomeni tudi povečanje kapacitet porajajočega se nacionalnega vakuumskega merilnega laboratorija. Sistem je bil narejen v zvezi z razvojem domače IG črpalke razreda 100-150 l/s, kakršne bodo vgrajevali v slovensko in češko linijo tržaškega sinhrontra. Skoraj vsi sestavni deli sistema in tudi prototipne črpalke so bili izdelani in preizkušani v naših laboratorijih. Pri tem so zavzeto sodelovali in se izpopolnjevali tudi nekateri mladi raziskovalci in tehniki, kar je v sedanjih razmerah zapostavljanja tehnike zelo razveseljivo.

5 Literatura

- ¹C. Edelmann: *Wissenspeicher Vakuumtechnik*, VEB Verlag, Leipzig, 1985
- ²M. Wutz, H. Adam, W. Walcher: *Theorie und Praxis der Vakuum-technik*, F. Vieweg&Sohn Verlag GmbH, Braunschweig, 1982
- ³F. Daclon, J. Miertusova, F. Pradal: Pumping speed of different types of Sputter-Ion Pumps (SIP) and SIP modified with NEG modules; *Vuoto*, 22, 1994, 2
- ⁴G. Grosse, W. Jitschin, D. Wandrey: Procedures for measuring pumping speeds, *Vacuum*, 41, 1991, 7-9, 2120-2122
- ⁵M. Kurepa, B. Čobić: *Fizika i tehnika vakuuma*, Naučna knjiga, Beograd, 1988
- ⁶Standard DIN 28429: Abnahme regeln fur Ionengetterpumpen, 1985
- ⁷M. H. Hablanian: Recommended procedure for measuring pumping speeds, *JVST-A*, 5, 1987, 4
- ⁸Standard DIN 28427: Abnahmeregeln für Diffusionspumpen und Dampfstrahlvak. pumpen für Triebmitteldampfdrucke kleiner als 1 mbar, 1983
- ⁹Standard DIN 28428: Abnahmeregeln für Turbomolekularpumpen, 1978
- ¹⁰Y. Suetsugu: Numerical calculation of an ion pump's pumping, *Vacuum*, 46, 1995, 2, 105-111