

Состояние и перспективы развития вакуумной техники для аналитического приборостроения. И в а н о в А. П., Л е д н е в В. А., М о с к а л е н к о К. М., Р а ф а л ь с о н А. Э., С о к о л о в Б. Н., Х о л о д о в А. И. — В кн.: Научное приборостроение. Теоретические и экспериментальные исследования. Л.: Наука, 1984, с. 55—61.

Рассмотрено состояние вакуумной техники и технологии, обоснованы требования к системам откачки различных типов масс-спектрометров и электронных спектрометров. Представлены основные характеристики и некоторые особенности устройств вакуумной техники, разработанных для нужд аналитического приборостроения, в частности паромасляных насосов, геттерно-ионных насосов, прогреваемых высоковакуумных клапанов и др. Даны рекомендации по применению и эксплуатации различных средств откачки аналитических приборов. Приведены результаты исследования газовыделения некоторых конструкционных материалов, применяемых в вакуумных системах. Выявлены особенности и определена эффективность применения различных методов обработки, имеющих целью уменьшение газовыделения. Намечены перспективные разработки устройств вакуумной техники, уровень которых должен соответствовать возрастающим требованиям аналитического приборостроения. Табл. — 2.

*А. П. Иванов, В. А. Леднев, К. М. Москаленко,  
А. Э. Рафальсон, Б. Н. Соколов, А. И. Холодов*

## **СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКИ ДЛЯ АНАЛИТИЧЕСКОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ**

Современные научные исследования предполагают широкое применение приборов различного назначения, в том числе аналитических приборов — масс-спектрометров, электронных спектрометров, хроматографов, спектрометров ядерного резонанса и т. д. В приборах для исследования структуры и свойств веществ обязательным является наличие высокого вакуума, в условиях которого протекают физические процессы, обуславливающие принцип действия данного прибора.

В вакуумных системах аналитических приборов для получения и поддержания вакуума используются насосы различного принципа действия, коммутационная арматура и разъемные соединения, допускающие длительный и многократный циклический нагрев. К средствам поддержания высокого вакуума относятся также технологические процессы, применяемые при изготовлении вакуумных систем и обеспечивающие минимальное газовыделение поверхностей при эксплуатации приборов.

В масс-спектрометрах, предназначенных для изотопного анализа веществ, наличие остаточных газов ограничивает порог изотопической чувствительности. Ионный пучок, проходя через прибор, претерпевает рассеяние при соударениях с молекулами остаточных газов, образуя фон рассеянных ионов. Для устранения этого недостатка давление в области анализатора масс-спектрометра должно быть не более  $10^{-6}$ — $10^{-7}$  Па.

В приборах, предназначенных для исследования поверхностей твердых тел и физико-химических явлений на границе раздела твердое тело—газ, основным требованием является получение сверхчистых поверхностей, свободных от ранее поглощенных газов. Для реализации современных методов исследования поверхности необходимо достижение давления в камере с образцом  $10^{-8}$ — $10^{-10}$  Па. В Оже-электронных спектрометрах при анализе атомно-чистых поверхностей требования к вакууму являются еще более жесткими, поскольку продолжительность эксперимента может достигать нескольких часов.

Создание приборов для комплексного исследования поверхности, в которых одновременно реализуется несколько методов исследования (масс-спектрометрия вторичных ионов, рентгеновская фотоэмиссионная спектроскопия, Оже-электронная спектроскопия), возможно при условии получения в объеме с образцом вакуума до  $10^{-10}$  Па, свободного от каких-либо органических загрязнений.

Т а б л и ц а 1  
Основные требования к вакуумным системам аналитических приборов

Тип прибора	Диапазон рабочих давлений, Па	Скорость откачки вакуумного объема, м <sup>3</sup> /с · 10 <sup>-3</sup>	Скорость газовыделения с вакуумных поверхностей, м <sup>3</sup> Па/с · м <sup>2</sup>
Масс-спектрометры для химических исследований	$10^{-3}$ — $10^{-6}$	100—2500	$10^{-6}$ — $10^{-8}$
Масс-спектрометры для изотопного анализа	$10^{-6}$ — $10^{-9}$	50—250	$10^{-8}$ — $10^{-9}$
Приборы для исследования поверхности	$10^{-6}$ — $10^{-9}$	1000—5000	$10^{-9}$ — $10^{-10}$

Обеспечение оптимальных рабочих характеристик аналитических приборов различного назначения может быть достигнуто при применении обоснованных для каждого прибора систем откачки. Необходимым условием получения и сохранения высокого вакуума является также удаление газов, сорбированных вакуумными поверхностями, что позволяет обеспечить минимальное газовыделение в процессе работы прибора. Кроме основных требований к вакуумным системам (табл. 1), в аналитических приборах к элементам и узлам вакуумных систем предъявляется ряд специальных требований:

- стабильность быстроты действия высоковакуумных насосов в условиях напуска больших потоков исследуемых веществ, в том числе инертных газов;
- постоянство парциального состава остаточных газов при длительной работе и в условиях больших газовых нагрузок;
- отсутствие влияния одного из откачиваемых веществ на механизм откачки других;
- отсутствие загрязнений, обусловленных механизмом откачки применяемых насосов;
- простота спектра газа, десорбирующегося с вакуумных поверхностей и отсутствие в его составе компонент анализируемой пробы.

С целью выяснения пригодности различных типов высоковакуумных насосов для откачки аналитических приборов был проведен анализ современных средств получения высокого и сверхвысокого вакуума. Сопоставление результатов проведенного анализа и технических требований, которые предъявляются к средствам получения вакуума со стороны аналитических приборов, позволило выбрать базовую систему откачки.

Для химических масс-спектрометров, работающих в широком интервале массовых чисел в диапазоне давлений  $10^{-5}$ — $10^{-6}$  Па, при напуске больших газовых потоков различных химических веществ, необходимо применять только проточные, т. е. диффузионные или турбомолекулярные насосы.

Все типы титановых насосов для откачки химических масс-спектрометров непригодны, поскольку при такой откачке приборы не поддаются калибровке по чистым газам, ни по газовым смесям. Относительная ошибка анализа при

откачке ТРИОМом достигает  $\pm 30\%$ , в то время как при применении штатного парорутного насоса с азотной ловушкой она не превышает  $\pm(3-5)\%$ .

Выпускавшиеся до настоящего времени отечественной промышленностью паромасляные диффузионные насосы непригодны для аналитических приборов из-за своих низких рабочих характеристик — большого разброса параметров за счет несовершенства конструкции и низкой точности изготовления и сборки элементов насоса. Выпуск современных турбомолекулярных насосов в стране еще не обеспечивает все потребности в них, в связи с чем в аналитических приборах они не применяются.

Для откачки изотопных масс-спектрометров требуется получение более низких давлений (до  $10^{-8}$  Па), но при этом интервал массовых чисел много меньше и нет напуска больших газовых потоков, поэтому применимы как проточные, так и поглощающие насосы. Перспективными для таких систем наряду с применяемыми парорутными насосами являются паромасляные диффузионные насосы с азотными ловушками и криогенные насосы. Для изотопных приборов, работающих в статическом или квазистатическом режимах, как дополнительные к перечисленным выше могут применяться поглощающие насосы различных типов — геттерные, ионно-геттерные, криогенные.

Для откачки различных типов электронных спектрометров применяемые в настоящее время парорутные насосы с азотными ловушками обладают малой скоростью действия. Перспективным является применение различных типов криогенных насосов, обладающих самой высокой скоростью действия в диапазоне рабочих давлений ниже  $10^{-7}$  Па и отличающихся абсолютно чистым вакуумом.

Перспективными являются также паромасляные диффузионные насосы с высокой скоростью действия, которые при применении азотных вымораживающих ловушек могут быть первой ступенью в получении сверхвысокого вакуума при последующем включении поглощающих насосов. Такая комбинация насосов обеспечит достижение высоких скоростей откачки в диапазоне давлений ниже  $10^{-6}$  Па.

Исходя из отсутствия в настоящее время промышленных образцов высоковакуумных и сверхвысоковакуумных насосов, удовлетворяющих требованиям аналитического приборостроения, СКБ разработало ряд насосов, а также коммутационную арматуру и разъёмные соединения, предназначенные для использования в вакуумных системах аналитических приборов (табл. 2).

Отметим некоторые особенности конструкции и эксплуатации разработанных изделий.

При использовании диффузионных паромасляных насосов существует возможность проникновения в вакуумный объем паров рабочей жидкости даже при совершенной конструкции и идеальном изготовлении насоса. Значительное возрастание обратного потока паромасляного насоса имеет место в следующих случаях:

- 1) в период разогрева и остывания насоса, когда паровая струя находится в несформированном состоянии;
- 2) при внезапном большом увеличении газовой нагрузки на входе в насос;
- 3) при повышении давления в форвакуумной магистрали выше значения наибольшего выпускного давления для данного насоса;
- 4) при длительной откачке больших газовых потоков, если система форвакуумной откачки не обладает необходимой производительностью и поддерживает на выходе паромасляного насоса давление, близкое к максимально допустимому, без значительного запаса;
- 5) при появлении течи в низковакуумной области диффузионного насоса, в то время как такая же по величине течь в высоковакуумной области может только повысить предельное остаточное давление за счет возрастания парциального давления воздушных компонент;
- 6) при уменьшении количества охлаждающей воды или повышении ее температуры;
- 7) при отсутствии в системе откачки защиты от ошибок оператора, при отключении питающего напряжения или прекращении подачи воды.

Таблица 2

## Основные технические характеристики элементов вакуумных систем

Наименование	Техническая характеристика						
	Быстрота действия, м <sup>3</sup> /с	Предельное остаточное давление, Па	Диаметр условного прохода D <sub>y</sub> , мм	Проводимость (по воздуху), м <sup>3</sup> /с	Охлаждение	Натекание (не более), м <sup>3</sup> Па/с	Температура прогрева, °С
Насос паромасляный:							
НПМ-0.1	0.1	6·10 <sup>-6</sup>	80		Водяное		
НПМ-0.7	0.7	6·10 <sup>-6</sup>	160		Водяное		
Насос бустерный	0.01	6·10 <sup>-3</sup>	25		Водяное		
Высоковакуумный затвор:							
к насосу НПМ-0.1			80	0.4			
к насосу НПМ-0.7			160	1.1			
Агрегат насосный орбитронный АНО-0.2—1	0.2	2·10 <sup>-7</sup>	80		Водяное		300
Насос орбитрон-триодного типа	0.3	10 <sup>-8</sup>	200		Жидким азотом		300
Насос парортутный Н-50Р с азотной ловушкой	0.08	3·10 <sup>-6</sup>	50		Водяное и жидким азотом		
Форвакуумный сорбционный агрегат ФАС		6·10 <sup>-2</sup>	16		Жидким азотом		
Фланцевые соединения:							
с медным уплотнителем			10, 16, 25, 32, 50, 80, 100, 160, 200			8·10 <sup>-14</sup>	450
с резиновым уплотнителем			10, 16, 25, 32, 50, 80, 100, 160, 200, 250			8·10 <sup>-13</sup>	
Клапаны:							
высоковакуумные с медным уплотнителем			10, 25, 32, 50			5.2·10 <sup>-12</sup>	350
электромагнитные с резиновым уплотнителем			16, 25, 40			5.2·10 <sup>-11</sup>	

Ситуации, описанные в п. 5—7, являются аварийными и должны быть исключены в режиме нормальной эксплуатации насоса.

Обратный поток резко возрастает во всех случаях, когда паровая струя находится в несформированном состоянии. Это имеет место каждый раз при разогреве и остывании насоса, поэтому запуск и остановка диффузионного насоса должны происходить при закрытом высоковакуумном затворе, который расположен вблизи входного отверстия насоса.

Нарушение формы струи имеет место при превышении производительности насоса, особенно при недостаточно эффективной скорости действия форвакуумного насоса. Эксплуатация паромасляных насосов совместно с форвакуумными насосами, имеющими недостаточную быстроту действия в диапазоне давлений ниже 10 Па, не обеспечивает получения малого остаточного фона и обязательно приводит к появлению загрязнений при откачке больших газовых потоков.

Особенно сильно возрастает обратный поток при быстром открывании высоко-

ковакуумного затвора при малой производительности форвакуумной системы, когда значение выпускного давления возрастает выше допустимого. В этом случае нарушается не только режим истечения струй во всех ступенях насоса, но имеет место резкое расщепление струй и вынос большого количества молекул масла в сторону откачиваемого объема.

При длительной откачке больших газовых потоков даже инертных газов, не вступающих в химические реакции с маслом, в условиях недостаточно низкого давления в форвакуумной магистрали происходит ухудшение условий очистки и обезгаживания конденсата, вследствие чего изменяются условия парообразования. Это приводит к взрывному кипению и проскоку капель масла вверх. Применение бустерного насоса значительно сокращает обратный поток паров рабочей жидкости и другие загрязнения в откачиваемом объеме.

В разработанных диффузионных насосах в качестве рабочей жидкости применен полифениловый эфир 5Ф4Э, малое давление паров которого позволяет получать достаточно низкое предельное остаточное давление без использования дополнительных вымораживающих ловушек. При введении азотной ловушки остаточное давление насоса может быть уменьшено до  $6 \cdot 10^{-8}$  Па. Для герметичного перекрытия диффузионных насосов используются затворы поворотного типа диаметром условного прохода 80 и 160 мм. Имея высокую проводимость в открытом положении, эти затворы позволяют сохранить высокую быстроту действия насосов без существенного увеличения габаритных размеров. В качестве запирающего элемента в затворе используется круглая тарель, в канавку которой помещена резиновая прокладка. В закрытом положении прокладка прижимается к конической поверхности корпуса затвора. Максимальная температура прогрева затвора в открытом положении  $100^\circ\text{C}$ .

Разработанные насосы орбитронного типа имеют ряд конструктивных особенностей, выгодно отличающих их от существующих аналогов. Во-первых, в насосах использованы спиральные катоды, имеющие более высокую по сравнению с прямыми катодами долговечность и позволяющие производить запуск насосов при давлениях порядка  $10^{-1}$  Па. Во-вторых, для создания более равномерного слоя геттерного материала на поверхности корпуса насоса испаритель выполнен в форме тела вращения, имеющего в профиле параболу. Использование такого испарителя позволило в шесть раз по сравнению с цилиндрическим испарителем улучшить равномерность слоя геттера. Для увеличения скорости откачки инертных газов разработан орбитронный насос триодного типа, в котором за счет введения дополнительной сетки откачка аргона увеличена в 2,5 раза.

Откачные агрегаты на базе парортутных насосов Н-50Р и Н-180Р снабжены азотными вымораживающими ловушками, в которых установлен азотный бачок и улавливающая система конической формы. Для уменьшения теплопритока от наружной стенки к азотному бачку ловушка имеет промежуточный экран. Для уменьшения теплопритока к улавливающей системе за счет конденсации большого потока паров ртути применен водоохлаждаемый отражатель.

Форвакуумный сорбционный агрегат, предназначенный для работы в системах откачки с высоковакуумными геттерно-ионными насосами, например орбитронного типа, может быть также использован для создания предварительного разряжения с высоковакуумными насосами любого типа. Насос отличается возможностью длительной работы без термической регенерации, улучшенной теплопередачей слоя сорбента и малой теплопроводностью входного патрубка.

Разработанный ряд высоковакуумных фланцевых соединений с металлическим уплотнителем, обладает высокой степенью герметизации, которая обеспечивается вдавливанием с двух сторон в медную прокладку трапециевидных выступов металлических фланцев. Основные достоинства этого типа фланцевого соединения следующие: симметричность фланцев, относительно малое усилие герметизации, возможность точного сочленения фланцев, надежность, технологичность и простота конструкции. Этими же достоинствами обладает ряд фланцевых соединений с резиновым уплотнением. Герметизация обеспечивается деформацией резинового кольца, помещенного в канавку соответствующей формы. Для фиксации резинового уплотнительного кольца используется

установочное кольцо из нержавеющей стали. На оба типа фланцевых соединений выпущен отраслевой стандарт.

Малогабаритные высоковакуумные клапаны успешно работают во многих приборах, созданных за последние годы в СКБ аналитического приборостроения. Клапаны обладают высокой надежностью, сохраняют свою работоспособность в условиях циклических прогревов как в открытом, так и в закрытом положениях. В качестве запорного элемента используется медный сменный диск. Корпус клапана изготовлен из нержавеющей стали, что в сочетании со сваркой внутренними швами позволило создать клапаны, работоспособные при давлениях вплоть до  $10^{-9}$  Па.

Вакуумные электромагнитные клапаны предназначены для работы в форвакуумных системах и могут использоваться для автоматического управления работой прибора. Клапаны обеспечивают не менее 10 000 срабатываний и могут работать в любом положении — как в вертикальном, так и в горизонтальном. Клапаны допускают прогрев до  $120^{\circ}\text{C}$  в открытом положении.

Неотъемлемым условием повышения технических характеристик аналитических приборов является также реализация ряда специальных требований к поверхностям вакуумных узлов и деталей. К этим требованиям в первую очередь относятся: возможность быстрой и эффективной очистки деталей после механической обработки; достаточно быстрое обезгаживание при помещении в вакуум; малое газовыделение во время работы; малая сорбционная «память» и др. Для определения эффективности различных способов обработки, направленных на уменьшение газовыделения, были проведены комплекс исследовательских работ, включающий разработку новых совершенных технологических процессов обработки вакуумных изделий, и серия экспериментальных исследований газовыделения на специально для этих целей разработанной установке.

Численные значения эффективности различных способов обработки одного из основных конструкционных материалов вакуумных систем — нержавеющей стали аустенитного класса 12X18H10T, — приведенные ниже, соответствуют отношению скорости газовыделения необработанной нержавеющей стали на десятом часу откачки при комнатной температуре ( $\sim 10^{-5}$  м<sup>3</sup>Па/с·м<sup>2</sup>) к скорости газовыделения обработанной нержавеющей стали при тех же вакуумных условиях (данные, помеченные звездочкой, заимствованы из литературы):

Механическая обработка:		
точение, фрезерование . . . . .		1
шлифование, полирование . . . . .		4—5
поверхностно-пластическое деформирование . . . . .		8—10
Точение плюс очистка спиртом, бензином . . . . .		20
» » химическое полирование . . . . .		50
» » электролитическое полирование . . . . .		100
» » обезжиривание трихлорэтиленом . . . . .		200*
» » хонингование стеклянными шариками . . . . .		200*
» » окисление поверхности. . . . .		200
Поверхностно-пластическое деформирование плюс очистка спиртом. . . . .		200
То же плюс электролитическое полирование . . . . .		400
» » » окисление поверхности . . . . .		400
» » » предварительный прогрев . . . . .		500
Вакуумное высокотемпературное обезгаживание . . . . .		20 000
Окисление плюс вакуумное высокотемпературное обезгаживание . . . . .		40 000
Покрывание металлами плюс вакуумное высокотемпературное обезгаживание . . . . .		40 000*

На основе анализа результатов экспериментальных исследований рассмотренных способов обработки можно сделать следующее заключение.

Электрохимические способы позволяют быстро и качественно проводить очистку и обезжиривание вакуумных поверхностей. После обработки наблюдается повышение коррозионной стойкости металлов. Однако при электрохимической очистке необходимо обратить особое внимание на выбор очищающего агента и режимов обработки, так как при неблагоприятных условиях обработки в спектре остаточного газа прибора может наблюдаться повышенное содержание углеводородных соединений.

Хонингование стеклянными микрошариками также является высокоэффективным способом обработки, при котором одновременно с очисткой происходит выравнивание неровностей микрорельефа и образование пассивного слоя хемисорбированного кислорода на поверхности.

Окисление поверхности как способ обработки отличается простотой исполнения. Окисленная поверхность обладает пониженной сорбционной активностью и оказывает подавляющее действие на выделение газов, растворенных в глубине металла. Недостатком этого способа является образование на поверхности неэлектропроводных слоев, что в основном и ограничивает его широкое применение в системах аналитических приборов, работающих с заряженными частицами.

Вакуумное высокотемпературное обезгаживание является наиболее распространенным способом обработки вакуумных изделий, при котором удаляются как поверхностные газы, так и газы, растворенные в глубине металла. Обработанные детали отличаются высокой степенью чистоты поверхности и значительно быстрее освобождаются от адсорбированных газов, чем необработанные поверхности.

При применении способов поверхностно-пластического деформирования для обработки вакуумных поверхностей газовыделение за счет сокращения площади реальной поверхности может быть уменьшено на порядок. Однако в настоящее время применимость этого способа ограничена технологическими трудностями обработки изделий сложной геометрией поверхности.

Полученные в процессе исследований данные по скоростям газовыделения могут быть использованы разработчиками аналитических приборов для выбора способов обработки вакуумных изделий, а также для проведения оценочных расчетов величин давления, времени достижения требуемой степени вакуума и других параметров вакуумных систем приборов.

Неуклонное повышение требований к рабочим характеристикам аналитических приборов — чувствительности, разрешению, надежности и т. п. — неизменно влечет за собой разработку новых устройств вакуумной техники, технический уровень которых должен быть достаточно высоким. К числу этих устройств в первую очередь следует отнести: сверхвысоковакуумные малогабаритные турбомолекулярные насосы, криогенные насосы, приборы с цифровым отсчетом для измерения и контроля давления, высоковакуумные автоматические клапаны и натекатели, прецизионные вводы движения. Успешная разработка вакуумных элементов и организация их серийного выпуска позволит в значительной степени поднять уровень аналитического приборостроения.