



МИР радиоэлектроники

Справочник по вакуумной технике и технологиям

Под редакцией Д.Хоффман,
Б.Сингха, Дж.Томаса III

Перевод с английского
Ю.Л. Цвирко
под редакцией
В.А. Романько,
С.Б. Нестерова

ТЕХНОСФЕРА

Москва

2011



Издание осуществлено при поддержке
ФГУП «Научно-исследовательский институт
вакуумной техники им. С.А. Векшинского»

УДК 621.38

ББК 32.85

С74

С74 Справочник по вакуумной технике и технологиям

Под ред. Д.Хоффман, Б.Сингха, Дж.Томаса III

Москва: Техносфера, 2011. –736 с., ISBN 978-5-94836-294-6

Предлагаемый справочник по вакуумной технике и технологиям является переводом книги, созданной американскими специалистами.

В справочнике приведены фундаментальные положения технологии вакуума и физики поверхности, рассмотрены конструкции различных типов насосов и средств измерения вакуума и течеискания. Подробно описаны различные вакуумные системы и технологии. Приведены примеры применения вакуумной техники.

Большое внимание в справочнике уделено описанию технологии получения и поддержания безмасляного вакуума. Справочник содержит значительный объем экспериментальных данных, необходимых при проектировании и эксплуатации специального вакуумного технологического оборудования.

Справочник является прекрасным дополнением к отечественным изданиям и будет полезен для инженерно-технических работников и специалистов, занимающихся конструированием, изготовлением и эксплуатацией вакуумных систем, а также для студентов и аспирантов технических вузов.

УДК 621.38

ББК 32.85

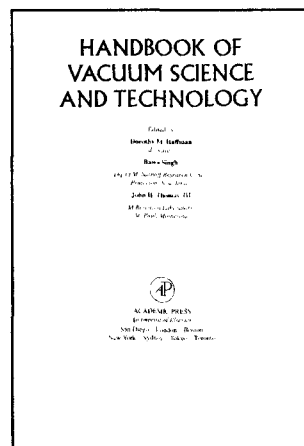
© 1998 by Academic Press.

This edition of Handbook of Vacuum Science and Technology by Dorothy Hoffman, Bawa Singh, John Thomas is published by arrangement with Elsevier INC of 200 Wheeler Road, 6th Floor, Burlington, MA 01803, USA

© 2011, ЗАО «РИЦ «Техносфера», перевод на русский язык, оригинал-макет, оформление

ISBN 978-5-94836-294-6

ISBN 978-0-12-352065-4(англ.)



Содержание

Предисловие редактора перевода	12
Краткое предисловие	13
Памяти Дороти М. Хоффман.....	14
Предисловие	16
Список авторов	19
ГЛАВА 1. ОСНОВЫ ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКИ И ФИЗИКИ ПОВЕРХНОСТИ	21
1.1. Основные термины и определения вакуумной техники	21
1.1.1. Определение понятия «вакуум»	21
1.1.2. Степени вакуума	21
1.2. Свойства газов.....	24
1.2.1. Понятие вакуума как газа низкого давления	24
1.2.2. Параметры состояния газа	24
1.2.3. Газовые законы	25
1.2.4. Неидеальные газы	26
1.3. Молекулярные процессы и кинетическая теория газов.....	26
1.3.1. Основные принципы кинетической теории.....	26
1.3.2. Молекулярное движение	27
1.3.3. Место газовых законов в кинетической теории	28
1.3.4. Давление.....	30
1.3.5. Средняя длина свободного пути молекул	31
1.3.6. Частота столкновений молекул со стенками вакуумной камеры	32
1.3.7. Время формирования мономолекулярного слоя.....	32
1.3.8. Температурная транспирация	32
1.3.9. Коэффициент теплопроводности	34
1.3.10. Коэффициент диффузии	34
1.4. Поток газа, быстрота действия насоса и быстрота откачки сосуда, скорости газовыделения и натекания	35
1.5. Режимы течения газа.....	37
1.5.1. Поток газа	37
1.5.2. Турбулентное течение.....	38
1.5.3. Вязкостное, или ламинарное течение.....	39
1.5.4. Молекулярное течение	40
1.5.5. Основные зависимости	40
1.6. Проводимость	41
1.6.1. Определение проводимости	41
1.6.2. Проводимость элементов вакуумной системы с параллельным соединением ...	42
1.6.3. Проводимость элементов вакуумной системы с последовательным соединением.....	42
1.7. Расчет параметров потока газа	43
1.7.1. Уравнения для расчета параметров вязкостного потока.....	43

1.7.2. Уравнения для расчета параметров молекулярного потока.....	45
1.7.3. Формула Кнудсена.....	45
1.7.4. Коэффициент Клаузинга	45
1.8. Приложение законов физики поверхности в вакуумной технике	46
1.8.1. Физическая адсорбция	46
1.8.2. Хемосорбция	48
1.8.3. Коэффициент прилипания	48
1.8.4. Площадь поверхности	49
1.8.5. Изотермы адсорбции	50
1.8.6. Капиллярные силы	52
1.8.7. Конденсация	53
1.8.8. Десорбция	54
1.8.9. Тепловая десорбция.....	54
1.8.10. Фотоактивация	56
1.8.11. Ультразвуковая десорбция	56
1.8.12. Десорбция с электронной и ионной стимуляцией.....	57
1.8.13. Газовыделение из поверхностей	58

ГЛАВА 2. ПОЛУЧЕНИЕ ВАКУУМА 59

2.1. Общие сведения о вакуумных насосах	59
2.1.1. Классификация вакуумных насосов	59
2.1.2. Перемещение потока газа.....	60
2.1.3. Технические характеристики вакуумных насосов	62
2.1.4. Быстрота откачки.....	63
2.1.5. Время откачки.....	64
2.1.6. Предельное остаточное давление вакуумного насоса	67
2.1.7. Откачка форвакуумными и высоковакуумными насосами	69
2.1.8. Вакуумные насосы и вакуумная система.....	70
2.1.9. Переход от насоса предварительного разрежения к высоковакуумному насосу	74
2.1.10. Конструкция вакуумной системы.....	75
2.2. Диафрагменные насосы	79
2.2.1. Введение.....	79
2.2.2. Конструкции современных диафрагменных насосов	81
2.2.3. Эксплуатационные и технические характеристики.....	85
2.2.4. Модульная конструкция автономных диафрагменных насосов	85
2.2.5. Применение диафрагменных насосов в качестве насосов предварительного разрежения и форвакуумных насосов.....	86
2.3. Двухроторные вакуумные насосы (насосы Рутса)	89
2.3.1. Введение.....	89
2.3.2. Конструкция двухроторных вакуумных насосов.....	90
2.3.3. Принцип работы двухроторных вакуумных насосов	92
2.3.4. КПД откачки двухроторных вакуумных насосов	93
2.3.5. Расчеты быстроты действия двухроторных вакуумных насосов	94

2.3.6. Требования к подводимой мощности	96
2.3.7. Влияние температуры	97
2.3.8. Контроль потока газа и степени сжатия	98
2.3.9. Двухроторные вакуумные насосы с жидкостным уплотнением	101
2.3.10. Некоторые конструкции насосных систем	101
2.4. Пароструйные (диффузионные) насосы	105
2.4.1. Базовая конструкция насоса	105
2.4.2. Быстрота откачки	109
2.4.3. Производительность пароструйного насоса	112
2.4.4. Допустимое выпускное давление	114
2.4.5. Предельное остаточное давление	117
2.4.6. Обратный поток газа	121
2.4.7. Другие аспекты работы насосов	126
2.5. Крионасосы	129
2.5.1. Введение	129
2.5.2. Основные характеристики крионасосов	136
2.5.3. Современные системы контроля	146
2.5.4. Применение крионасосов	151
2.5.5. Специальные крионасосы для откачки водяного пара	156
2.5.6. Сравнительная характеристика криогенных и других вакуумных насосов	157
2.5.7. Перспективные разработки	158
2.6. Турбомолекулярные насосы	159
2.6.1. Турбомолекулярный насос	159
2.6.2. Высоковакуумный молекулярный насос	169
2.6.3. Комбинация турбомолекулярного и высоковакуумного молекулярного насосов	171
2.6.4. Оценка комбинированных насосных систем	173
2.6.5. Эксплуатация турбомолекулярных насосов в различных условиях	180
2.6.6. Правила эксплуатации	181
2.7. Насосы для создания сверхвысокого вакуума	183
2.7.1. Конструкция систем сверхвысокого вакуума	183
2.7.2. Выбор насосов для получения сверхвысокого вакуума	185
2.7.3. Магнитные электроразрядные насосы	188
2.7.4. Геттерные насосы	209
ГЛАВА 3. ВАКУУМНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ	220
3.1. Измерение низких давлений	220
3.1.1. Общие сведения	221
3.1.2. Вакуумметры с прямым измерением давления	221
3.1.3. Вакуумметры с косвенным измерением давления	226
3.1.4. Калибровка вакуумметров	240
3.2. Масс-анализ и измерение парциального давления	247
3.2.1. Общие сведения	247
3.2.2. Системы ввода проб (впуска)	257

3.2.3. Генерация ионов и ионные источники.....	259
3.2.4. Разделение ионов в масс-анализаторах	264
3.2.5. Регистрация ионов.....	278
3.3. Применение масс-спектрометров в вакуумных системах.....	291
3.3.1. История создания масс-спектрометров.....	291
3.3.2. Остаточные газы в вакуумной системе	292
3.3.3. Процесс генерации ионов	297
3.3.4. Методы анализа	304
3.3.5. Калибровка масс-спектрометров.....	315
3.3.6. Некоторые виды применения масс-спектрометров.....	320
3.4. Измерение и управление массовым потоком газа	325
3.4.1. Общие принципы измерения массового потока газа.....	325
3.4.2. Тепловой контроллер массового потока.....	326
3.4.3. Эксплуатационные характеристики контроллера массового потока	330
3.4.4. Устранение неисправностей	333

ГЛАВА 4. КОНСТРУКЦИЯ И ЭЛЕМЕНТЫ ВАКУУМНОЙ СИСТЕМЫ 336

4.1. Вакуумные клапаны.....	336
4.1.1. Введение.....	336
4.1.2. Вакуумные тарельчатые клапаны и затворы.....	336
4.1.3. Контрольные клапаны.....	341
4.1.4. Конструкция вакуумных клапанов.....	342
4.1.5. Специальные клапаны.....	347
4.1.6. Правила установки клапанов	350
4.2. Фланцы и вакуумная арматура	351
4.2.1. Введение.....	351
4.2.2. Выбор системы фланцев.....	352
4.2.3. Распространенные системы фланцев	352
4.2.4. Элементы вакуумных систем с присоединенными фланцами	365
4.3. Вакуумный ввод вращения с магнитно-жидкостным уплотнением.....	370
4.3.1. Основной принцип герметизации	370
4.3.2. Применение вакуумного ввода вращения	370
4.3.3. Влияние вакуумного ввода вращения на процесс откачки.....	373
4.3.4. Влияние процесса откачки на работу вакуумного ввода вращения	374
4.3.5. Критерии выбора материалов	374
4.3.6. Примеры эксплуатации.....	376
4.3.7. Сравнение вакуумных вводов вращения с другими типами вакуумных вводов.....	376
4.4. Вакуумные смотровые окна.....	379
4.4.1. Материалы	379
4.4.2. Системы монтажа и меры предосторожности.....	380
4.5. Конструкционные материалы вакуумных систем	380
4.5.1. Свойства материалов для вакуумных систем.....	380
4.5.2. Материалы вакуумной камеры.....	385
4.5.3. Специальные материалы для вакуумных камер	389

4.6. Демонтируемые уплотнения для вакуумных фланцев и клапанов	396
4.6.1. Общие сведения о полимерных и металлических уплотнениях	396
4.6.2. Эластомерные и неэластомерные полимеры, используемые в вакуумных уплотнениях	397
4.6.3. Металлические уплотнения	406
4.7. Газовыделение материалов	413
4.7.1. Зависимости между давлением системы, быстротой откачки и газовыделением	413
4.7.2. Предварительное разрежение от атмосферного давления	422
4.7.3. Зависимость давления от времени при газовыделении	423
4.7.4. Скорость газовыделения эластомеров и пластмасс	425
4.7.5. Скорость газовыделения металлов и керамики	429
4.7.6. Скорость газовыделения предварительно подготовленной вакуумной системы после кратковременного воздействия атмосферы	432
4.7.7. Методы снижения скорости газовыделения	434
4.7.8. Измерения скорости газовыделения материалов	434
4.8. Конструкции вакуумных систем на основе алюминия	436
4.8.1. Газовыделение алюминия	436
4.8.2. Демонтируемые уплотнения	439
4.8.3. Очистка и чистовая обработка поверхности	442
4.8.4. Физико-механические свойства алюминия и его сплавов	445
4.8.5. Тепловые характеристики алюминия	475
4.8.6. Коррозионные свойства алюминия	477
4.8.7. Сварка алюминия при изготовлении вакуумных камер	479
4.9. Подготовка и очистка вакуумных поверхностей	490
4.9.1. Обработка поверхностей	491
4.9.2. Внешняя очистка	503
4.9.3. Сборка, транспортировка и хранение	521
4.9.4. Очистка <i>in situ</i>	525
4.9.5. Документация процессов очистки и подготовки	532
4.9.6. Заключение	534
ГЛАВА 5. ВИДЫ ПРИМЕНЕНИЯ ВАКУУМА	541
5.1. Технологические процессы в условиях высокого вакуума. Осаждение распылением	541
5.1.1. Осаждение (металлизация) распылением	542
5.1.2. Технологии осаждения распылением	544
5.1.3. Применение магнетрона для осаждения распылением	554
5.1.4. Перспективные направления в нанесении покрытий распылением	556
5.2. Плазменное травление	557
5.2.1. Введение	557
5.2.2. Рассмотрение концепций плазмы применительно к реакторам плазменного травления	557

5.2.3. Основные требования к плазменному травлению	562
5.2.4. Диагностика плазмы.....	569
5.2.5. Основные виды реакторов плазменного травления.....	570
5.2.6. Усовершенствованные реакторы плазменного травления	576
5.2.7. Новые тенденции в разработках реакторов плазменного травления	589
5.3. Ионно-лучевая технология.....	596
5.3.1. Введение.....	596
5.3.2. Ионно-лучевое травление	602
5.3.3. Осаждение с ионно-лучевым распылением	606
5.3.4. Осаждение с ассистированием ионным лучом.....	609
5.3.5. Прямое ионно-лучевое осаждение	612
5.3.6. Заключение	613
5.4. Импульсное лазерное осаждение	616
5.4.1. Введение.....	616
5.4.2. Импульсная лазерная система осаждения.....	617
5.4.3. Механизм абляции.....	619
5.4.4. Преимущества и ограничения импульсного лазерного распыления	621
5.4.5. Используемые материалы	626
5.4.6. Будущие перспективы	628
5.5. Усиленное плазмой химическое осаждение из паровой фазы.....	630
5.5.1. Введение.....	630
5.5.2. Оборудование и практические рекомендации	635
5.5.3. Промышленное применение.....	641
5.5.4. Заключение	645
5.6. Аналитические методы оценки поверхностей и тонких пленок.....	648
5.6.1. Введение.....	648
5.6.2. Методы электронной спектроскопии.....	649
5.6.3. Методы, основанные на бомбардировке ионами.....	660
5.6.4. Получение сверхвысокого вакуума и системные критерии анализа поверхности	668
ГЛАВА 6. ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ПРОЦЕССЫ В УСЛОВИЯХ ВАКУУМА.....	672
6.1. Рулонная технология нанесения вакуумных покрытий.....	672
6.1.1. Общие сведения о рулонной технологии нанесения вакуумных покрытий	672
6.1.2. Типичные виды продукции.....	674
6.1.3. Материалы и технологические процессы, используемые для нанесения вакуумных покрытий	675
6.1.4. Вакуумные системы для нанесения покрытий на рулонные материалы	685
6.1.5. Подложки (рулоны).....	688
6.1.6. Управление процессом.....	693
6.2. Разработка технологии сверхвысокого вакуума для ускорителей частиц и устройств ядерного синтеза с магнитным удержанием плазмы.....	697
6.2.1. Введение.....	697

6.2.2. Накопители и потребность в технологии сверхвысокого вакуума	698
6.2.3. Создание сверхвысокого вакуума для первых накопителей	700
6.2.4. Разработка вакуумного резервуара накопителя и системы откачки.....	703
6.2.5. Холодные вакуумные камеры.....	705
6.2.6. Сверхпроводящие высокочастотные ускорители	707
6.2.7. Большой ускоритель следующего поколения?	708
6.2.8. «Дорожная карта» ядерного синтеза с магнитным удержанием плазмы.....	708
6.2.9. История ядерного синтеза с магнитным удержанием плазмы	709
6.2.10. Модель С: первое устройство ядерного синтеза в условиях сверхвысокого вакуума	710
6.2.11. Русская революция в ядерном синтезе: токамаки.....	711
6.2.12. Примеси плазмы и вакуумная технология	712
6.2.13. На пути к безубыточным экспериментам.....	713
6.2.14. Следующий шаг в ядерном синтезе	716
Предметный указатель	722

Предисловие редактора перевода

Современная вакуумная техника применяется во многих областях науки и промышленного производства.

Создание имитаторов космоса, электрофизической аппаратуры, реализацию различных нанотехнологических процессов невозможно представить без элементов вакуумной техники.

Сегодня в России издается значительное количество специализированной литературы по вакуумной науке, технике и технологии. Сотрудниками ФГУП «Научно-исследовательский институт вакуумной техники им. С.А. Векшинского» С.Б. Нестеровым, Е.В. Беляевой в издательстве «НОВЕЛЛА» в 2011 г. издана «Аннотированная библиография изданий по вакуумной науке, технике и технологии за 2007–2011 гг.», включающая информацию о 45 изданиях.

В 2009 г. в издательстве «Машиностроение» вышло 3-е издание справочника «Вакуумная техника» под общей редакцией К.Е. Демихова, Ю.В. Панфилова, в создании которого приняли участие ведущие специалисты России в области вакуумной техники.

В 2010 г. в издательстве «ОМР.ПРИНТ» издана коллективная монография специалистов ФГУП «НИИВТ им. С.А. Векшинского», Казанского государственного технологического университета и ЦАГИ им. Н.Е. Жуковского «Методы расчета сложных вакуумных систем» под редакцией С.Б. Нестерова, А.В. Бурмистрова.

Предлагаемый справочник по вакуумной технике и технологиям (редактор Д.М. Хоффман, Б. Сингх, Д.Томас) является переводом книги, созданной американскими специалистами.

В справочнике приведены фундаментальные положения технологии вакуума и физики поверхности, рассмотрены конструкции различных типов насосов и средств измерения вакуума и течи. Подробно описаны различные вакуумные системы и технологии. Приведены примеры применения вакуумной техники.

Большое внимание в справочнике уделено описанию технологии получения и поддержания безмасляного вакуума. Справочник содержит значительный объем экспериментальных данных, необходимых при проектировании и эксплуатации специального вакуумного технологического оборудования.

Справочник является прекрасным дополнением к отечественным изданиям и будет полезен для инженерно-технических работников и специалистов, занимающихся конструированием, изготовлением и эксплуатацией вакуумных систем, а также для студентов и аспирантов технических вузов.

Заместитель председателя
Совета Российского
научно-технического
вакуумного общества,
профессор

Нестеров С.Б.

Краткое предисловие

Когда Дороти Хоффман предложила своим многочисленным коллегам, занимающихся научными и производственными разработками в сфере вакуума, написать главы для нового «Справочника по вакуумной науке и технологиям», мы не знали, что этот труд станет последним вкладом Дороти в развитие данной области. Преждевременная кончина Дороти в декабре 1996 г. стала утратой не только для мирового научного сообщества, а также для музыкального мира — Дороти была концертирующей пианисткой, выступавшей в Филадельфийской Академии музыки. Голос Дороти страстно звучал как в защиту науки, так и в защиту искусства. Дороти была одним из основателей и первой женщиной-президентом Американского вакуумного общества, созданного в 1953 г. для укрепления связи вакуумной технологии с бурно развивающимися областями науки (физикой частиц и плазмы, материаловедением, космической наукой) и техники (полупроводниковой электроникой, тонкопленочной оптикой, обработкой материалов), в которых используется строго контролируемая вакуумная среда. В 1990 г. Дороти ушла в отставку со своей должности руководителя лаборатории тонкопленочных технологий в Исследовательском центре Дэвида Сарноффа в Принстоне, штат Нью-Джерси, где она занималась разработками и становлением тонкопленочных технологий, которые были существенной предпосылкой развития производства микроэлектроники и высокоэффективной оптики. Тем не менее, Дороти продолжала вносить свой вклад в развитие науки и после отставки, добровольно предоставляя Американскому вакуумному обществу свой талант и опыт. В рамках празднования 40-тилетней годовщины Общества в 1993 г. Дороти задумала проект, результатом которого стал настоящий справочник. Благодаря усилиям двух коллег Дороти по работе в Лаборатории Сарноффа — Бавы Сингха и Джона Томаса, возглавивших окончательное редактирование книги, наше сообщество в настоящее время имеет новый справочник по основам науки, технологии, производства и управления вакуумом, а также многочисленным видам его применения в науке и производстве. Все, кому посчастливилось знать Дороти, и кто приобщится к ее работе, читая данный справочник, будут ей бесконечно признательны.

Х.Ф. Дилла

Бывший президент Американского вакуумного общества
Лаборатория Джефферсона
Ньюпорт Ньюс, штат Виргиния

Памяти Дороти М. Хоффман



Мы хотим посвятить эту книгу нашему другу и коллеге Дороти Хоффман, которая скончалась 13 декабря 1996 г. Эта книга представляет собой кульминацию ее работы в деле развития тонкопленочных технологий длиной в целую человеческую жизнь.

Дороти закончила Политехнический институт в г. Ренсселаера в 1949 г. и получила степень магистра по естественным наукам в Университете Бакнелл. Впоследствии она приступила к работе в International Resistor Corp. в Филадельфии и занималась тонкопленочными технологиями. Ее первая работа по технологии нанесения тонких пленок была представлена на Национальном симпозиуме Американского вакуумного общества (АВО) в 1954 г. и стала одной из первых работ на данную тему. В тот же год она вошла в состав АВО и продолжала работать в качестве активного члена Общества вплоть до своей смерти. На протяжении многих лет она была секретарем Общества, членом Комитета долгосрочного планирования, попечителем и председателем комитета по развитию тонкопленочных технологий (до существования подразделений). В 1974 г. она стала первой женщиной-президентом АВО. В последующие годы она работала в качестве консультанта отдела по развитию тонкопленочных технологий и в совете директоров. В 1981 г. ее сделали почетным членом Общества. Дороти была одним из основателей отдела по развитию тонкопленочных технологий и членом-основателем филиала Общества в Делавар Вэлли, где она работала в качестве секретаря, заместителя председателя и председателя. Всей ее работе на этом поприще в течение 42 лет посвящена данная книга.

Проработав 10 лет в корпорации International Resistor Corp., в 1962 г. Дороти перешла в RCA Laboratories. Когда компания RCA была продана GE, и впоследствии стала дочерним предприятием SRI International, Дороти оставалась работать в лабораториях вплоть до своей отставки в 1990 г. В период работы в RCA она была руководителем лаборатории тонкопленочных технологий. Ее научная деятельность включала создание и применение тонких пленок в пассивных оптических устройствах, интегральных и тонкопленочных схемах, видеодисках и во многих других стандартных и нестандартных видах применения. Уйдя в отставку, Дороти

не могла сидеть без дела. Она открыла собственную консультативную фирму, где продолжала работать в сфере тонкопленочных технологий. В этот период она много времени посвящала редактированию и написанию «Справочника по вакуумной науке и технологиям». Она хотела закончить этот проект до своего семидесятилетия, но этому, к несчастью, не суждено было сбыться.

Кроме своей деятельности на научном поприще, Дороти была активным членом Клуба инженеров Филадельфии, директором и представителем Инженерного и Технического обществ. Она была бессменным членом и экс-президентом Общества женщин-инженеров и активным членом местного филиала. Кроме своей профессиональной деятельности, она была талантливой пианисткой, выступавшей в Академии музыки в Филадельфии. Она занималась садоводством, любила животных, словом, была всесторонне развитым человеком. Она была замужем за Эрлом Хоффманом, умершим в октябре 1996 г. и жила в Титусвилле, штат Нью-Джерси.

Дороти всех заражала страстной преданностью всему, чем она занималась. Для всех друзей и коллег ее потеря еще долго будет острым и болезненным переживанием.

Джон Х. Томас, III

Предисловие

Создание «Справочника по вакуумной науке и технологиям» было задумано в 1994 г. как дополнение к т. 14 «Вакуумная физика и технология» (под редакцией Г.Л. Увайсслера и Р.У. Карлсона (1979)) серии «Методы экспериментальной физики». Однако потом было принято решение издать справочник в виде отдельной книги.

Данный справочник охватывает области вакуумной технологии, которые подробно не рассматриваются в т. 14, а также те области, где технология значительно изменилась. Большое число авторов с мировой известностью написали главы для данного справочника, которые в некоторой степени перекликаются с первоначальным изданием т. 14 серии «Методы экспериментальной физики», и тем самым обеспечивают преемственность. Читателям рекомендуется обращаться к т. 14 серии, где содержатся главы с изложением таких понятий, как основные вакуумные уравнения, молекулярный транспорт, подробные сведения о сварке и пайке в вакууме, стеклянных вакуумных системах (как правило, не используемых в современной вакуумной технологии), защитные устройства и др. Мы особо подчеркиваем важность т. 14 серии «Методы экспериментальной физики», поскольку он является основой для данного введения в вакуумную технологию.

«Справочник по вакуумной технике и технологиям» состоит из пяти частей: 1) введение; 2) получение вакуума (насосы и технологии, используемые в настоящее время в эксплуатации и конструкции); 3) вакуумные измерения (давление, парциальное давление, поток газа, обнаружение течей, калибровка и технологии, связанные с вакуумметрией); 4) элементы и конструкции вакуумных систем, включая материалы, клапаны, фланцы, эксплуатацию и техническое обслуживание, а также очистку и поддержание чистоты системы; 5) применение высоковакуумной и сверхвысоковакуумной технологии. Информация, включенная в настоящий справочник, предназначена для тех, кто практически использует вакуумную технологию. Справочник содержит множество ссылок для получения подробных сведений в конкретных представляющих интерес областях.

Часть 1 представляет собой краткий обзор сведений, подробно представленных в т. 14 серии «Методы экспериментальной физики». Читателям следует обращаться к этому руководству и другим литературным источникам, в которых содержится основополагающая информация об основных законах, используемых в вакуумной технологии.

С момента своего появления вакуумная технология продвинулась далеко вперед. Сегодня основные разработки в вакуумной технологии направлены на автоматизацию оборудования и работы насосов. Проектирование вакуумных систем автоматизируется посредством мощных программ САПР. Будучи очень важным по своей природе, программное обеспечение, как правило, быстро теряет новизну. Следовательно, использование этих программ и их применение находятся за пределами настоящего текста. Информацию по данной теме читатели с легкостью найдут у поставщиков программного обеспечения и в сети Интернет.

В части 2 содержится обзор и глубокое рассмотрение современных насосов, используемых в вакуумной технике. Подразделы написаны экспертами в области технологии применения конкретных типов вакуумных насосов. В эту часть включено рассмотрение следующих вопро-

сов: механические насосы, диафрагменные насосы, двухроторные насосы (насосы Рутса), диффузионные насосы, криогенные насосы, турбомолекулярные насосы, высоковакуумные насосы (геттерные, магнитные электроразрядные и сорбционные насосы). Кроме описания принципа работы насосов, мы уделили внимание техническому обслуживанию и сферам применения. Также излагаются перспективные направления разработки новых насосов.

На протяжении последнего десятилетия развивались методы мониторинга вакуумных процессов. В части 3 эта тема рассматривается подробно. Новые концепции изменили аппаратуру измерения вакуумного давления. Кроме рассмотрения первых устройств измерения давления, в настоящем справочнике подробно обсуждается использование и техническое обслуживание роторных и емкостных вакуумметров. Высоко автоматизированным стало «искусство» обнаружения течей и анализ парциального давления. Производители оборудования для обнаружения течей включили в его конструкцию онлайн-регистрацию данных, улучшили чувствительность и автоматическую калибровку скоростей течи на уровне 10^{-11} мм рт. ст.-л/с. В настоящее время в анализе парциального давления используются ставшие стандартными квадрупольные масс-спектрометры. Автоматизированные инструменты имеют интерфейсы, которые являются, как правило, совместимыми с высокоскоростными компьютерами. Мы представляем случаи применения анализа парциального давления и обнаружения течей, чтобы читатель ознакомился с полезной методикой применения этих методов в современных вакуумных системах. Аналогичные характеристики рассматриваются для измерений массового потока (потока газа).

С появлением высокоскоростных компьютеров локальный контроль и мониторинг различных параметров, встречающихся в вакуумной технологии, стал неотъемлемой частью современных вакуумных систем. Благодаря использованию различных мониторов обеспечивается динамический контроль процесса в реальном времени и автоматическая регистрация эффективности процесса. Эти новые атрибуты делают вакуумное производство и обработку обычным процессом и обеспечивают регистрацию параметров процесса для последующего изучения.

В части 4 рассматриваются элементы, используемые в современных конструкциях вакуумных систем. С появлением мощной высокоскоростной компьютерной обработки было разработано множество новых расчетных программ. Эти технологии обеспечивают быстрое проектирование системы, изменение конструкции и понимание реальной работы и методов автоматизации. В производстве вакуумных элементов и систем регулярно используются методы САПР и автоматизированного производства.

Многие элементы, использовавшиеся в более ранних вакуумных системах, были доработаны благодаря применению более качественных материалов. Производство этих элементов, как правило, автоматизировано благодаря использованию электрических/пневматических контрольных устройств. В справочнике подробно рассматриваются новые материалы конструкции вакуумных систем, включая алюминий. Читателю дается описание эксплуатации вакуумной системы, технического обслуживания и решения проблем чистоты и загрязнения.

Часть 5 посвящена видам применения высокого и сверхвысокого вакуума в производстве. Основные виды применения вакуума — это осаждение и травление тонких пленок материалов, используемых во многих областях современной техники, включая производство полупроводников (кремниевых полупроводниковых пластин, интегральных схем с высокой плотностью

межсоединений и т.д.), осаждение материалов на большой площади и нанесение покрытий на рулонные материалы. Для того чтобы оставаться в рамках темы вакуумных технологий, мы ограничили число рассматриваемых видов применения. Они включают распыление, плазменное травление, лазерную абляцию, химическое осаждение из паровой фазы и химическое паровое осаждение с плазменным усилением, а также виды применения сверхвысоковакуумной аппаратуры для анализа поверхности.

Сверхвысоковакуумные системы используются как в сверхчистом осаждении пленки, так и в анализе поверхности. Использование сверхвысокого вакуума в аналитической аппаратуре вытекает из требований поддержания чистоты поверхности во время измерений. Это справедливо для большинства аналитических подходов, поскольку они ориентированы на исследование поверхности или структуры, химического состава и состава слоев материала, находящихся рядом с поверхностью. Высокий вакуум требуется в тех случаях применения, когда необходимы достаточно большие величины среднего свободного пути частицы (и фотона) для их обнаружения детекторами *in situ*. Эти методы включают рентгеновское оборудование или оборудование на основе электронных зондов (например, рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия и оже-электронная спектроскопия). Эти методы рассматриваются с определенной детализацией в том виде, в котором они практикуются в настоящее время, и включают многочисленные ссылки для дополнительного чтения. Уникальные виды применения включают раздел о процессах, основывающихся на крупномасштабном применении вакуума.

Настоящий справочник представляет собой полное и современное руководство по получению вакуума, вакуумным системам и измерениям, техническому обслуживанию и эксплуатации вакуумных систем и оборудования, а также видам применения вакуума. Основной акцент в нашей книге сделан на практическое использование вакуумной технологии. Мы уверены, что вы, как практический пользователь вакуумной технологии, найдете в этом справочнике много полезной информации.

Список авторов

Номера в скобках соответствуют номерам страниц, на которых начинаются статьи авторов.

- Гэри С. Эш (129), Подразделение «СиТиАй-Криодженикс», «Хеликс Текнолоджи Корпорейшн», Мансфилд, Массачусетс 02048
- Уильям Х.Бейлес, Мл. (220), Подразделение «Телевак», «Фредерикс Компани, Инк.», Хантингдон Вэлли, Пенсильвания 19006
- Говард М. Брэди (220), Подразделение «Электрон Текнолоджи», «Фредерикс Компани Инк.», Хантингдон Вэлли, Пенсильвания 19006
- Джеффри Т.Чеунг (616), Научный центр Роквелл, Таузанд Оукс, Калифорния 91360
- Бенджамин Б.Дейтон (413), Консультант, Ист Флэт Рок, Северная Каролина 28726
- Эмил Друбенский (220), Подразделение «Телевак», «Фредерикс Компани Инк.», Хантингдон Вэлли, Пенсильвания 19006
- Х.Ф. Дилла (697), Лаборатория Джефферсона, Ньюпорт Ньюз, Виргиния 23606 и Факультет физики, Колледж Уильяма и Мэри, Уилльямсбург, Виргиния 23185
- Ф.Й. Экле (79), ВАКУУБРАНД ГМБХ + КО, Д-97877, Вертайм, Германия
- Джеймс Л. Гарнер (436), Эс'ЭмСи Корпорейшн, Туртин, Калифорния 92780
- Рон Гехнер (220), Подразделение «Электрон Текнолоджи», «Фредекрикс Компани Инк.», Хантингдон Вэлли, Пенсильвания 19006
- Марсбед Хабланиан (59, 105), (в отставке) «Вариан Эссоушнейтс», Уэллесли, Массачусетс 02181
- Уолтер Хельгеланд (370), «Ригаку/США, Инк.», Данверс, Массачусетс 01923
- Хинрих Хеннинг (159), Лейбольд Вакуум ГмбХ, D-50968, Кёльн, Германия
- Л.Д. Хинкль (325), «ЭмКейЭс Инструменте Инк.», Андовер, Массачусетс 01810
- Дороти Хоффман
- Фрэнк Янсен (630), «БиОуСи Коутинг Текнолоджи», 4020 Пайк Леин, Конкорд, Калифорния 94524
- Чак Крафт (379), «Ларсон Электроник Гласс», Редвуд Сити, Калифорния 94064
- Ласло В.Лижковский (247), «ДЖИ Лайтинг», Кливленд, Огайо, 44112
- Дональд М.Мэттоке (490), «Мэнеджмент Плюс Инк.», Албуквек, Нью-Мексико 87122
- Р.А. Аутло (291), «Теледайн Браун Инжиниринг; Гастингс Инструменте», Хэмптон, Виргиния 23669
- Джанда К.Паниш (380), «Сандия Нэшенел Лабораториз», Албуквек, Нью-Мексико 87185
- В.Патель, доктор наук (557), «Сарнофф Корпорейшн», Принстон, Нью-Джерси 08543
- Нил Т.Пикок (336, 351), Подразделение «ЭйчПиЭс», «ЭмКейЭс Инструменте, Инк.», Боулдер, Колорадо 80301
- Р.Н.Пикок (396), Вице-президент по развитию (в отставке), Подразделение «ЭйчПиЭс», Эм-КейЭс Инструменте Инк.», Боулдер, Колорадо 80301
- Майкл Дж.Пауэрс (596), «Коммонвелс Сайентифик Корпорейшн», Александрия, Виргиния 22314



- Джей Ричман (89). Консультант, «Стоукс Вакуум Инк.», Кинг оф Пруссия, Пенсильвания 19406
- Уильям Б.Роббинс (672). «3М Корпорит рисёч лабораториз», «Тин Фильм Текнолоджи Рисор-сиз». Ст.Поль, Миннесота 55144
- Стефен М.Росснагель (541). ИБМ, Т.Дж.Уотсон Рисёрч Центр, Йорктаун Хайтс, Нью-Йорк 10598
- Бава Сингх (21). Исследовательский центр Дейвида Сарноффа, принстон, Нью-Джерси 08543
- Джэк Х.Синглтон (183). Консультант, Монроувилль. Пенсильвания 15146
- Джон Х.Томас III (21, 648). «3М Рисёрч Лабораториз», Ст.Поль, Миннесота 55144

ГЛАВА I

ОСНОВЫ ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКИ И ФИЗИКИ ПОВЕРХНОСТИ

I.1. Основные термины и определения вакуумной техники

1.1.1. Определение понятия «вакуум»

Термин «*вакуум*», как правило, используется для обозначения области пространства, в котором давление меньше атмосферного. Атмосферное давление обычно выражается в миллиметрах ртутного столба и над уровнем моря приблизительно равно 760 мм рт. ст., что составляет 1 стандартную атмосферу. В вакуумной технике давление традиционно измеряют в миллиметрах ртутного столба, или Торрах: 1 мм рт. ст. = 1 Торр. Идеальный, или абсолютный, вакуум, представляющий собой пространство, полностью лишенное материи, является практически недостижимым. Однако для практических целей и в соответствии с определением, предложенным Американским вакуумным обществом, термин «*вакуум*» используется для обозначения пространства, заполненного газом при давлении ниже атмосферного [1].

В Международной системе измерений (СИ) единицей измерения давления является паскаль. Однако в вакуумной технике миллиметр ртутного столба, или Торр, по-прежнему остается одной из самых широко используемых единиц измерения давления. В табл. 1 приведены коэффициенты для перевода некоторых самых широко используемых единиц измерения давления.

1.1.2. Степени вакуума

Величина давления системы — это традиционная характеристика для классификации степеней вакуума. В настоящее время общий термин «*вакуум*» относится к любой области, имеющей давление в диапазоне от атмосферного до давления, на 19 порядков ниже атмосферного. Для удобства этот расширенный диапазон давлений подразделяется на несколько интервалов, обозначающих *степень* вакуума. Данное подразделение величин давления ниже атмосферного является несколько произвольным и представляет собой удобный способ обозначения различных физических явлений, возникающих в пределах величин давления, указанных для каждой степени. Многие промышленные виды применения вакуума могут быть также классифицированы в соответствии со степенью вакуума. В табл. 2 представлены виды промышленного применения вакуума и соответствующие им диапазоны давлений.

Таблица 1. Переводные коэффициенты единиц давления

Единица измерений	Миллиметр ртутного столба (Торр)	Паскаль	Дина · см ⁻²	Бар	Атмосфера (стандартная)
1 (Торр)	1	$1,332 \cdot 10^{-2}$	$1,332 \cdot 10^{-3}$	$1,322 \cdot 10^{-3}$	$1,3158 \cdot 10^{-3}$
1 паскаль (ньютон/м ²)	$7,5006 \cdot 10^{-3}$	1	10	$1,0 \cdot 10^{-5}$	$9,8692 \cdot 10^{-6}$
1 дина · см ⁻²	$7,5006 \cdot 10^{-4}$	0,1	1	1	$9,8692 \cdot 10^{-7}$
1 бар	$7,5006 \cdot 10^{-2}$	$1,0 \cdot 10^5$	$1,0 \cdot 10^6$	1	0,98692
1 атмосфера (стандартная)	760	$1,0133 \cdot 10^5$	$1,0133 \cdot 10^6$	1,0133	1

Таблица 2. Виды промышленного применения вакуума

Степень вакуума	Цель	Виды применения
Низкий вакуум	Достижение перепада давления	Удерживание и поднятие грузов, пневматические приводы транспортных машин, очистители, фильтрация, формование
Средний вакуум	Удаление активных газов — компонентов атмосферы	Лампы (накаливания, люминесцентные, электро-разрядные), плавление, спекание, упаковка, инкапсуляция, обнаружение течей
	Удаление газовых включений или газов, растворенных в твердых телах	Сушка, дегидратация, конденсация, сушка вымораживанием, дегазация, лиофильная сушка, импрегнация
	Уменьшение передачи энергии	Тепловая изоляция, электрическая изоляция, вакуумный микробаланс, моделирование условий космического пространства
Высокий вакуум	Исключение столкновения молекул	Электронные и катодно-лучевые трубки, кинескопы, фотоэлементы, фотоумножители, рентгеновские трубки, ускорители, накопители, масс-спектрометры, установки для разделения изотопов, электронные микроскопы, сварка электронным лучом, нанесение покрытий (испарением, металлизацией напылением), молекулярная дистилляция
Сверхвысокий вакуум	Очистка поверхностей	Дробление, адгезия, эмиссионные исследования, испытания материалов для применения в космической промышленности

Для рассмотрения физических явлений, связанных с различными степенями вакуума, указанными в табл. 1.2, будет полезно ввести другие понятия, характеризующие степень вакуума: *молекулярная концентрация, средняя длина свободного пути молекул газа и время формирования мономолекулярного слоя*. Эти термины имеют следующие определения:

- **молекулярная концентрация** — среднее число молекул газа в единице объема;
- **средняя длина свободного пути молекул газа** — среднее расстояние, которое проходит молекула между двумя последовательными столкновениями с другими молекулами;
- **время формирования мономолекулярного слоя** — время, которое необходимо для того, чтобы чистая поверхность покрылась слоем газа толщиной в одну молекулу. Это время определяется отношением числа молекул, необходимым для формирования компак-

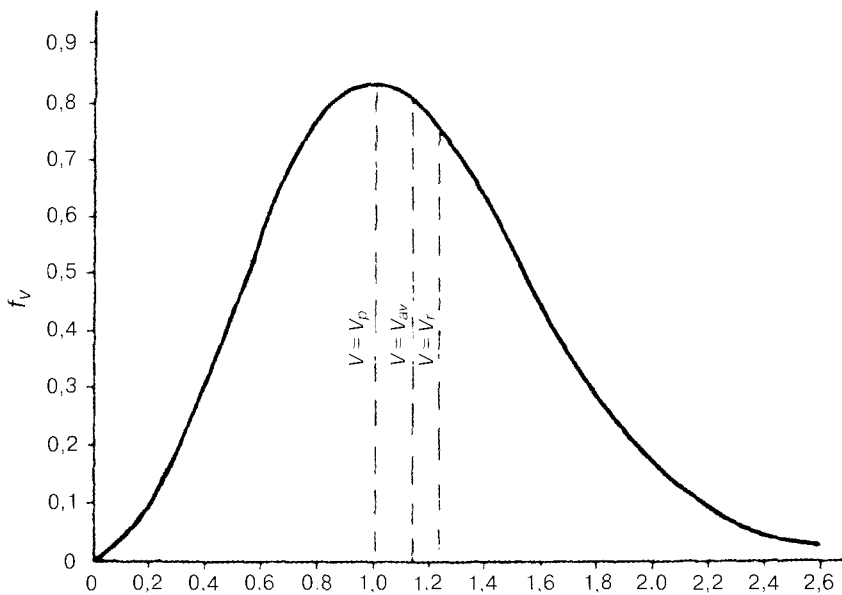


Рис. 1. Функция Максвелла — Больцмана распределения молекул по скоростям

ного мономолекулярного слоя (приблизительно $8 \cdot 10^{14}$ молекул/см²), и частотой соударений молекул с поверхностью.

На рис. 1.1 показано соотношение между этими величинами в виде функции давления. С помощью приведенных выше определений можно описать физические процессы, характеризующие различные степени вакуума.

1.1.2.1. Низкий и средний вакуум

В диапазоне низкого и среднего вакуума число молекул газа в вакуумном сосуде велико по сравнению с числом молекул, покрывающих поверхность сосуда. Таким образом, снижение давления путем откачки служит для удаления молекул из газовой фазы. Данный диапазон вакуума находится в пределах величин давления от 1 атм до примерно 10^{-2} Торр. Вакуум такой степени используется во многих промышленных технологиях, где требуется дегазация или сушка материалов и компонентов.

1. Функция Максвелла—Больцмана распределения молекул по скоростям

$$f_v = \frac{1}{n} \frac{dn}{dv} = \frac{4}{\pi^{1/2}} \left(\frac{m}{2kT} \right)^{3/2} v^2 \exp \left(-\frac{mv^2}{2kT} \right).$$

2. Наиболее вероятная скорость $v_p = \sqrt{\frac{2kT}{m}}$.

3. Среднеарифметическая скорость $\bar{v} = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}} = 1.13v_p$.

4. Среднеквадратичная скорость $v_{\max} = \sqrt{\frac{3kT}{m}} = 1.225v_p$.

5. Средняя энергия $\bar{e} = \frac{3}{2}kT$.

1.1.2.2. Высокий вакуум

Область высокого вакуума соответствует состоянию, при котором молекулы газа располагаются главным образом на поверхностях сосуда и средняя длина свободного пути молекул равна или превышает размеры вакуумного сосуда. Молекулы движутся в вакуумном сосуде, не сталкиваясь с другими молекулами. При такой степени вакуума цель откачки заключается в удалении отдельных молекул. Молекулы покидают поверхность и по отдельности достигают насоса. Высокий вакуум широко используется для нанесения вакуумных покрытий, обработки поверхностей и модификации. Диапазон давлений высокого вакуума составляет от 10^{-3} до 10^{-7} Торр.

1.1.2.3. Сверхвысокий вакуум

В условиях сверхвысокого вакуума время формирования мономолекулярного слоя равно или превышает время формирования мономолекулярного слоя в обычных лабораторных условиях. Таким образом, можно производить подготовку и определение свойств чистых поверхностей перед формированием слоя адсорбированного газа. Диапазон давлений сверхвысокого вакуума составляет от 10^{-7} до 10^{-15} Торр.

В табл. 2 приведены различные виды применения вакуумной техники во многих ключевых промышленных технологических процессах в зависимости от степени используемого вакуума.

1.2. Свойства газов

1.2.1. Понятие вакуума как газа низкого давления

Физические законы и параметры газов являются основополагающими для создания вакуумных систем. Даже при крайне низких значениях давлений, используемых в вакуумной технике, физические процессы, протекающие в газах, подчиняются общим газовым законам. Необходимость создания вакуума обычно связана с потребностью уменьшения концентрации молекул газа или частоты их столкновений с поверхностью сосуда. Газовые процессы в вакуумных системах можно, как правило, рассматривать с точки зрения законов идеального газа, а некоторые общие физические процессы вакуумных систем могут быть описаны с помощью статических и динамических свойств газов. Физические процессы, протекающие в газах при низком давлении, а также различные параметры и свойства газового потока рассмотрены ниже.

1.2.2. Параметры состояния газа

Если взять образец газа, то для описания его состояния достаточно знать три из четырех параметров. Этими параметрами являются *давление*, *объем*, *температура* и *количество* газа.

Давление — это сила, с которой газ воздействует на единицу площади поверхности сосуда. В СИ единицей измерения давления является паскаль, или ньютон на квадратный метр (Н/м^2). В вакуумной технике также используется единица измерения миллиметр ртутного столба, или Торр: $1 \text{ мм рт. ст.} = 133 \text{ Па}$ ($1 \text{ Па} = 7,5 \text{ мм рт. ст.}$).

Объем — мера пространства, которое занимает газ; обычно он задается размерами сосуда. Единицей объема в СИ является кубический метр (м^3), однако для обозначения быстроты откачки и потока газа, а также других величин широко используются литры.

Температура газа при давлении ниже 1 Торр главным образом определяется температурой поверхностей, с которыми он соприкасается. Как правило, газ находится при комнатной тем-

пературе. При выводе уравнений, описывающих состояние газов, для измерения температуры используют Кельвины (К).

Количество газа в данном объеме измеряется в молях.

Моль — число граммов газа (или любого вещества), равное его молекулярной массе. Моль содержит $6,02 \times 10^{23}$ молекул. Один моль любого газа при 0°C и давлении 760 Торр занимает объем, равный 22,4 л. Масса 1 моля газа равна его молекулярной массе в граммах.

Молярный объем является универсальной постоянной. Экспериментально установлено, что он составляет 22,414 л при 760 Торр и 0°C . Поскольку 1 моль любого газа при температуре 0°C и давлении 760 Торр занимает объем 22,4 л, из этого соотношения можно рассчитать молекулярную концентрацию любого объема газа, если известны его температура и давление. Например, 1 см^3 воздуха при 760 Торр и 0°C содержит $2,7 \cdot 10^{19}$ молекул; в то время как при давлении 1 Торр и температуре 0°C 1 см^3 воздуха содержит $3,54 \cdot 10^{16}$ молекул.

1.2.3. Газовые законы¹

Газовые законы устанавливают соотношения между физическими параметрами состояния газа (давление, объем, температура и количество газа) при постоянном значении одного из параметров. Эти законы справедливы для идеального газа в котором объем всех молекул является незначительным по сравнению с объемом газа, и энергия притяжения между молекулами является незначительной по сравнению с их средней тепловой энергией. Это означает, что данное вещество (в данном случае газ) находится в газообразном состоянии при температуре, которая достаточно высока для его конденсации. К газам, по своим свойствам близким к идеальным при комнатной температуре, относятся O_2 , Ne, Ar, CO, H_2 и NO.

Ниже приведены общие формулировки газовых законов.

Закон Бойля — произведение давления на объем pV , где p — давление газа, V — его объем, является постоянной величиной для данной массы газа при постоянной температуре.

Закон Гей—Люссака — величина V/T , где T — абсолютная температура газа, является постоянной для данной массы газа при постоянном давлении.

Закон Авогадро — равные объемы различных газов при одинаковых температуре и давлении содержат одно и то же количество молекул. Из этого закона можно получить важное соотношение между числом молей газа и давлением, которое создает газ.

Основное уравнение состояния идеального газа (уравнение Клапейрона) устанавливает зависимость между давлением, объемом и температурой для данной массы газа, т. е. теми параметрами, которые необходимы для описания состояния газа:

$$pV = MRT, \quad (1.1)$$

где R — универсальная газовая постоянная данного газа, $R = 8,31\text{ Дж}/(\text{моль} \cdot \text{K})$ ($62,4\text{ Торр} \cdot \text{л}/(\text{моль} \cdot \text{K})$); M — это число молей в объеме V .

Данный закон будет справедлив и для большинства газов, которые при низких давлениях ведут себя как идеальные газы.

Закон парциальных давлений Дальтона — общее давление, создаваемое смесью газов, равняется сумме парциальных давлений, создаваемых отдельными компонентами смеси.

¹ Формулировка и представление газовых законов отличаются от тех, что приняты в российской высшей школе (прим. ред.).

Парциальное давление, создаваемое одним компонентом смеси газов, — это давление, создаваемое этим компонентом, если бы он занимал весь объем.

Закон Авогадро — равные объемы идеального газа при постоянных температуре и давлении содержат одно и то же количество молекул.

Число Авогадро — число молекул в 1 моле газа или любого вещества, является универсальной постоянной и составляет $6,023 \cdot 10^{23}$.

Число Лошмидта — число молекул в кубическом сантиметре газа при атмосферном давлении и температуре 0°C . Это универсальная постоянная, равная $2,637 \cdot 10^{19}$.

Для 1 моля газа при атмосферном давлении и температуре 0°C ($273,2\text{ K}$), занимающего объем $V = 22,414\text{ л}$, $R = 8,31\text{ Дж}/(\text{моль} \cdot \text{K})$ или в тепловых единицах $R/J = 1,99\text{ кал}/\text{K}$ (J — механический эквивалент теплоты, $J = 4,182\text{ Дж} \cdot \text{кал}$). Следовательно, количество теплоты $1,99\text{ кал}$ будет повышать температуру 1 моля любого идеального газа на 1 K , или после повышения температуры 1 моля любого идеального газа на 1 K увеличение энергии газа составит $8,31\text{ Дж}$.

1.2.4. Неидеальные газы

Примерами некоторых распространенных неидеальных газов являются аммиак, этан, бензол, диоксид углерода (углекислый газ), пары ртути, SO и SO_2 . Газовые законы должны описывать физические процессы, протекающие в любом газе при температуре выше критической. При *критической температуре*, T_c , газ начинает конденсироваться. Ниже этой критической температуры имеет место давление паров над жидким конденсатом, которое называется *давлением пара*. Если газ конденсируется (его объем уменьшается), давление изменяться не будет, но большее количество газа будет переходить в жидкую фазу. По мере снижения температуры над жидкостью будет присутствовать меньшее количество молекул, при этом давление паров также будет снижаться.

1.3. Молекулярные процессы и кинетическая теория газов

1.3.1. Основные принципы кинетической теории¹

Газовые законы описывают физические процессы в идеальном газе, но не объясняют их причины. Кинетическая теория — это попытка объяснения газовых процессов с точки зрения поведения отдельных молекул, из которых состоят газы. Выводы кинетической теории находят в тесном соответствии с газовыми законами.

Основные положения кинетической теории.

1. Газ состоит из большого числа молекул, идентичных друг другу.
2. Молекулы находятся друг от друга на расстояниях, неизмеримо больших размеров самих молекул.
3. Молекулы находятся в состоянии произвольного и хаотического движения. Скорость этого движения зависит от температуры газа.

¹ Кинетическая теория газов — раздел физики, изучающий свойства газов методами статистической физики на основе представлений об их молекулярном строении и определенном законе взаимодействия между молекулами. Область применения кинетической теории газов — собственно газы, газовые смеси и плазма.

4. Молекулы не оказывают никакого воздействия ни друг на друга, ни на стенки сосуда, за исключением случаев их столкновения. Объем, занимаемый молекулами, является незначительным по сравнению с объемом сосуда с газом.
5. Молекулы ведут себя как идеальные упругие сферы.

Эти положения, безусловно, описывают состояние идеального газа. Однако физические процессы, протекающие в реальных газах, можно вполне удовлетворительно описать с помощью этой теории.

Теория описывает поведение молекул, находящихся в постоянном движении. Молекулы свободно движутся в разных направлениях по доступному им пространству. Температура газа — это мера кинетической энергии молекул. Давление на стенки сосуда, содержащего газ, вызвано ударным воздействием молекул газа. Если удалить некоторое количество молекул, оставшиеся молекулы тут же заполнят освободившийся объем, но поскольку ударов о стенки станет меньше, следовательно, давление газа на них снизится. Дополнительные аспекты газовых процессов, важные для понимания определенных характеристик вакуума, могут быть получены из математических выражений кинетической теории. Некоторые из этих математических зависимостей приведены ниже, они указывают на зависимость физических параметров и процессов от молекулярных свойств.

1.3.2. Молекулярное движение

Из кинетической теории следует, что молекулы газа находятся в постоянном движении, скорость которого зависит от температуры. Распределение скоростей определяется распределением Максвелла:

$$\frac{1}{n} \cdot \frac{dn}{dv} = 4\pi^2 \left(\sqrt{\frac{m}{2kT}} \right)^2 \frac{3}{2kT}, \quad (2)$$

где v — скорость молекулы; m — масса молекулы; k — постоянная Больцмана.

Из данного выражения, представляющего собой статистическое распределение молекулярных скоростей, следует, что если в объеме находится n молекул, то будет dn молекул, имеющих скорости от v до $v + dv$. На рис. 2 показано несколько количественных соотношений, которые можно получить из распределения Максвелла:

- наиболее вероятная скорость:

$$v_{\max} = \sqrt{\frac{2kT}{m}}, \quad (3)$$

где m — масса молекулы, k — постоянная Больцмана, T — абсолютная температура;

- средняя скорость:

$$v_{\text{ср}} = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}} = 1.13 v_{\max}, \quad (4)$$

- среднеквадратичная скорость:

$$v_{\text{с.кв.}} = \sqrt{\frac{3kT}{m}} = 1.22 v_{\max}, \quad (5)$$

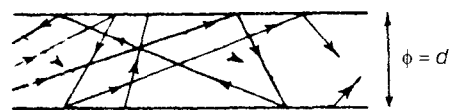
Вязкостное течение $\lambda < \frac{d}{100}$



Турбулентное течение ($Re = \frac{pvd}{\eta} > 2200$)



Ламинарное течение ($Re < 1200$)



Молекулярное течение $\lambda \gg d$

- Средняя энергия молекулы:

$$E = \frac{3}{2} kT. \quad (6)$$

Средняя скорость используется в расчетах параметров потока газа, а среднеквадратичная скорость — при рассмотрении кинетической энергии.

1.3.3. Место газовых законов в кинетической теории

1.3.3.1. Закон Бойля

Обозначим плотность газа δ , откуда

$$m\eta = \delta,$$

где m — масса молекулы; η — объемная плотность газа.

Отсюда давление выражается следующим уравнением:

$$P = \frac{1}{3} \delta = \frac{1}{3} mnv^2. \quad (7)$$

Таким образом,

$$PV = \frac{mv^2}{3} V, \quad (8)$$

где m — масса газа.

Рис. 2. Типы потоков по цилиндрическим трубам: при высоком давлении средний свободный путь молекул значительно меньше диаметра трубы ($\lambda < 0,015d$). В этой области скорость газа играет важную роль, поэтому течение потока называется *вязкостным*; *вязкостный* поток разделяется на две области: турбулентную и ламинарную

Это уравнение показывает, что при постоянной температуре давление газа изменяется прямо пропорционально плотности или обратно пропорционально объему газа, что составляет закон Бойля.

1.3.3.2. Закон идеального газа (закон Авогадро)

Средняя энергия молекулы выражается как

$$E_{\text{ср}} = \frac{mv^2}{2} \quad (9)$$

и поэтому

$$p = \frac{2nE_{\text{ср}}}{3}. \quad (10)$$

Другими словами, давление равняется двум третям общей кинетической энергии молекул в единице объема. Из выражения для $v_{\text{срв}}$ имеем

$$v_{\text{срв}}^2 = \frac{3kT}{m}. \quad (11)$$

Таким образом,

$$p = nkT, \quad (12)$$

где n — молекулярная концентрация (число молекул в единице объема).

Подставляя $n = N/V$, получаем

$$p = \frac{NkT}{V} \quad (13)$$

или выражение

$$\frac{pV}{T} = Nk, \quad (14)$$

которое описывает закон идеального газа.

Рассмотрим равные объемы любых двух различных газов при постоянных значениях p и T . Поскольку величины p и V являются одинаковыми для каждого газа, величина $\frac{mv^2}{2}$ имеет то же самое значение при равной температуре. Из этого следует, что n должно быть одинаковым для каждого газа, т. е. равные объемы всех газов при любых данных значениях температуры и давления содержат равное число молекул. Это закон Авогадро, который был сформулирован в 1811 г. Вводим число Авогадро, $N_A = 6.023 \cdot 10^{23}$ моль⁻¹,

$$N_A = M/m \quad \text{и} \quad n = N_A/V_m, \quad (15)$$

где m — молярная масса; V_m — молярный объем.

$$pV_m = N_ART \quad (16)$$

или

$$pV_m = RT, \quad (17)$$

где R — это универсальная газовая постоянная; T — это температура в градусах Кельвина.

1.3.4. Давление

Ниже приведен упрощенный вывод формулы давления, которое создают молекулы идеального газа своими ударами о стенку сосуда. Поскольку удары молекул являются абсолютно упругими, их энергия и импульс сохраняются, поэтому каждая молекула отскакивает назад от стенки со скоростью, равной скорости ее удара.

Рассмотрим молекулу массой m , приближающуюся к стенке сосуда со скоростью v и отскакивающую с такой же скоростью. Тогда изменение импульса молекулы будет равно $2mv$.

Если n молекул будут ударяться о единицу площади стенки за единицу времени со средней скоростью v , в этом случае общий импульс, создаваемый молекулами при ударах о единицу площади стенки за единицу времени, составляет $2mnv$.

Давление равно частоте изменения импульса молекул на единице площади.

Таким образом,

$$p = 2mnv. \quad (18)$$

Для анализа величины p нам необходимо рассчитать v — частоту ударов молекул о единицу площади поверхности сосуда.

Пусть n — молекулярная концентрация в единице объема. Каждая молекула может двигаться в шести возможных направлениях. Скорость каждой молекулы равняется v . В среднем $1/6$ молекул будет двигаться в направлении каждой поверхности куба. Таким образом, в газе с молекулярной плотностью n количество молекул, пересекающих единицу площади за единицу времени, будет равно $(n/6)v$.

Следовательно,

$$v = \frac{nv}{6}. \quad (19)$$

Отсюда

$$\begin{aligned} p &= 2mnv = 2mv \frac{nv}{6} \\ &= \frac{1}{3}(m v n^2), \end{aligned} \quad (20)$$

Таким образом,

$$p = \frac{1}{3} N m (\bar{C})^2, \quad (21)$$

где p — давление, Па; N — молекулярная концентрация; m — масса молекулы, г; $(\bar{C})^2$ — среднеквадратичная скорость, м/с².

Средняя кинетическая энергия молекул $\left(\frac{1}{2} m \bar{C}^2\right)$ зависит от абсолютной температуры газа и поэтому является постоянной для всех газов при равной температуре.

1.3.5. Средняя длина свободного пути молекул

Среднее расстояние, которое проходит молекула, прежде чем столкнется с другой (столкновения со стенками камеры исключаются), называется *средней длиной свободного пути молекулы* и выражается следующей формулой:

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{2}} \cdot \frac{1}{(\pi n d_0^2)} = \frac{kT}{(\sqrt{2} \pi d_0^2 p)}. \quad (22)$$

где d_0 — диаметр молекулы ($\sim 10^{-8}$ см); n — молекулярная концентрация.

Пример:

Средняя длина свободного пути молекул воздуха при давлении 760 Торр и температуре 20°C составляет $6 \cdot 10^{-6}$ см.

Средняя длина свободного пути молекул воздуха при давлении 10^{-6} Торр и температуре 20°C составляет 51 м.

Рассмотрим молекулу диаметром d_0 , имеющую скорость v , которая перемещается в газе, имеющем плотность n . Молекула проходит путь vdt за время dt , следовательно, молекула будет сталкиваться с другой молекулой, если та будет присутствовать в объеме

$$\delta V = d_0^2 v dt. \quad (23)$$

Поскольку молекулярная концентрация n представляет собой количество молекул в единице объема, объем, приходящийся на 1 молекулу, равняется $1/n/\text{см}^3$.

Таким образом, когда δv становится равным $1/n$, это означает, что произошло столкновение:

$$\frac{6l}{\eta} = \frac{1}{\pi \eta d_0^2}, \quad (24)$$

где τ_c — среднее время между столкновениями.

Средняя длина свободного пути молекул равна пройденному расстоянию:

$$\lambda = \frac{1}{\pi n d_0^2}. \quad (25)$$

Если принять во внимание направление скорости молекул, мы получим более правильное соотношение:

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{2} \pi n d_0^2}. \quad (26)$$

Поэтому молекулы газов имеют разные значения средней длины свободного пути, которая обратно пропорциональна давлению. Среднюю длину свободного пути молекул не следует путать со средним расстоянием между молекулами, которое остается очень маленьким даже при высоком вакууме, в то время как средняя длина свободного пути молекул очень велика в силу малого размера молекул и вытекающего отсюда отсутствия вероятности их столкновений.

1.3.6. Частота столкновений молекул со стенками вакуумной камеры

Частота столкновений молекул — величина, представляющая значительный интерес для вакуумной техники. Она соответствует числу молекул, ударяющихся о единицу площади поверхности за единицу времени. С точки зрения кинетической теории, может быть доказано, что частота столкновений молекул с единицей площади поверхности составляет, молекул/с:

$$\Gamma = \frac{nv_{av}}{4} = 2 \frac{n}{1/2} \cdot \frac{(2kt)^{1/2}}{(m)}. \quad (27)$$

Молекулярная концентрация выражается следующей формулой:

$$n = 9,656 \cdot 10^{18} \frac{p}{T} \quad (28)$$

и

$$v_{av(ср)} = 1,45 \cdot 10^4 \frac{(T)}{(m)} \cdot \frac{1}{2} \text{ см/с}, \quad (29)$$

таким образом

$$\Gamma = 3,5 \cdot 10^{22} p / (MT)^{1/2}, \text{ молекул}^{-1} / \text{см}^{-2}, \quad (30)$$

где p — давление, Торр; M — молекулярная масса, г; T — абсолютная температура, К.

При давлении 760 Торр и температуре 20 °С молекулы азота испытывают $2,93 \cdot 10^{23}$ столкновений в секунду на каждый квадратный сантиметр поверхности стенки. При давлении 10^{-6} Торр и температуре 20 °С — $3,87 \cdot 10^{14}$ столкновений в секунду.

1.3.7. Время формирования мономолекулярного слоя

Частота столкновений молекул в секунду — это трудная для понимания величина. Она может быть выражена как время, необходимое для того, чтобы поверхность покрылась одним слоем молекул, как это происходит, например, при исследовании физики поверхности, где чистую поверхность готовят в условиях высокого вакуума.

При давлении 760 Торр и температуре 20 °С время формирования мономолекулярного слоя азота составляет $3 \cdot 10^{-9}$ с. При давлении 10^{-9} Торр и температуре 20 °С время формирования мономолекулярного слоя азота составляет приблизительно 2000 с. Эти величины были рассчитаны исходя из того, что падающая молекула прилипает к поверхности при первом ударе (коэффициент аккомодации равен 1).

1.3.8. Температурная транспирация

В двух камерах с температурами T_1 и T_2 , К, соответственно, разделенных пористой перегородкой, равновесное давление устанавливается таким образом, что

$$\frac{P_1}{P_2} \sqrt{\frac{T_1}{T_2}}. \quad (31)$$

Температурная транспирация — это процесс, происходящий при любом давлении. Пористую перегородку устанавливают для того, чтобы в одной части системы средняя длина свобод-

Таблица 3. Характеристики различных степеней вакуума

Диапазон давлений (Торр)	Тип вакуума	Средняя длина свободного пути молекул (см)	Молекулярная концентрация (молекул/см ³)	Тип вакуумного насоса	Тип вакуумметра
10^2 1 100^{-2} 10^{-4} 10^{-6} 10^{-8} 10^{-10}					
↕	Низкий вакуум или разреженный газ	$\sim 10^{-5} - 10^{-1}$	$\sim 10^{19} - 10^{15}$	Механический, с масляным (жидкостным) уплотнением, пароструйный, эжекторный или сорбционный	Жидкостный U-образный, мембранный компрессионный (спиральный)
↕	Средний вакуум	$\sim 10^{-2} - 10^1$	$\sim 10^{16} - 10^{13}$	Эжекторный с масляным уплотнением или бустерно-эжекторный	Термопарный или радионизотопный
↕	Высокий вакуум	От 1 см до длины, превышающей линейные размеры обычных вакуумных сосудов	$\sim 10^{-14} - 10^{10}$	Диффузионный с масляным или ртутным уплотнением	Обычный ионизационный
↕	Сверхвысокий вакуум	Значительно больше линейных размеров обычных вакуумных сосудов	Менее 10^{10}	Ионный, титано-теттерный, крионасос, роторный	Ионизационный Байярда—Альперта

Примечание: давление насыщенного водного пара при температуре жидкого N₂ (-196 °C) — менее 10⁻⁶ Торр; при температуре сухого льда (-78 °C) — приблизительно 10⁻³ Торр; при 10 —30 °C — приблизительно 10—30 Торр. Давление насыщенного ртутного пара (Hg) при температуре жидкого N₂ или температуре сухого льда — менее 10⁻⁶ Торр; при комнатной температуре — приблизительно 10⁻³ Торр.

ного пути молекул газа была больше по сравнению с размерами системы, в данном случае по сравнению с размерами пор пористого материала. В системах высокого вакуума это условие существует без присутствия пористой перегородки. Для температурной транспирации необходимо, чтобы давление (P_1), регистрируемое манометром при комнатной температуре (T_1), изменялось до величины P_2 , соответствующей температуре T_2 .

Коэффициент динамической вязкости η можно представить следующим образом:

$$\eta \propto m \bar{v}, \quad (1.32)$$

где m — масса молекулы, \bar{v} — среднеарифметическая скорость молекулы, $\bar{v} = 0,918 \sqrt{T}$.

Отсюда

$$\eta \propto T.$$

Коэффициент динамической вязкости η не зависит от давления. Это подтверждается экспериментально при нормальных значениях давления, когда столкновения молекул бывают частыми, т. е. сохраняют силу положения кинетической теории. При низких значениях давления, менее 10^{-3} Торр, когда средняя длина свободного пути молекул составляет 5 см или более, молекулы могут перемещаться непосредственно от движущейся поверхности к стенкам вакуумной камеры. Таким образом, обмен импульсом между движущейся поверхностью и стенками вакуумной камеры зависит от молекулярной концентрации (давления). В настоящее время сконструированы приборы (вискозиметры) для измерения давления ниже 10^{-3} Торр.

1.3.9. Коэффициент теплопроводности

Теплопроводность — это передача тепловой энергии, в то время как вязкость — это передача механической энергии. В кинетической теории зависимость для коэффициента теплопроводности C_T аналогична зависимости, выражающей коэффициент динамической вязкости:

$$C_T = \eta C_v, \quad (33)$$

где C_v — теплоемкость газа при постоянном объеме, которая является постоянной на протяжении широкого диапазона значений давления и температуры.

При использовании тех же принципов, что и при создании вискозиметров, для измерения низкого давления были созданы измерительные приборы, основанные на регистрации теплопроводности, для измерения давления ниже 10^{-4} Торр. Благодаря своей простой конструкции, всестороннему контролю эти приборы широко используются для измерений низких давлений.

1.3.10. Коэффициент диффузии

Скорость, с которой молекулы газа 1 диффундируют между молекулами газа 2, выражается следующей формулой:

$$\frac{dp_1}{dt} = D \frac{d^2 p_1}{dx^2}, \quad (34)$$

где D — коэффициент диффузии ($\text{см}^2/\text{с}$) газа 1 в газе 2, который зависит от градиента концентрации dp_1/dx . Может быть доказано, что

$$D = C \frac{T^{3/2}}{p} \cdot \frac{\sqrt{(1/M_1 + 1/M_2)}}{(a_1 + a_2)^2}. \quad (35)$$

где C — постоянная величина.

При подстановке $M_1 = M_2 = 28$, $a_1 = 3,75 \cdot 10^{-8}$ см получаем коэффициент самодиффузии азота.

1.4. Поток газа, быстрота действия насоса и быстрота откачки сосуда, скорости газовыделения и натекания

Процесс откачки (вакуумирования) является удалением массы газа из вакуумного сосуда. Следовательно, быстрота откачки газа из сосуда (массовый поток газа) определяет скорость, с которой происходит падение давления. Соотношение между потоком газа Q (количество газа через данное сечение трубопровода в единицу времени) и соответствующей быстротой откачки (объемом газа, проходящего через данное сечение трубопровода в единицу времени) S связано с давлением газа следующим образом.

Если сосуд первоначально содержит N молекул массой m , быстрота изменения массы газа выражается следующим уравнением:

$$\frac{dm}{dt} = d \frac{(Nm)}{st}. \quad (36)$$

Подставляя вместо N выражение из уравнения состояния газа ($PV = NkT$), получаем

$$\frac{dm}{st} = \frac{d}{dt} \left(\frac{mpV}{kT} \right). \quad (37)$$

На практике тип газа и температуру можно считать постоянными во время откачки, так что

$$\frac{dm}{dt} = \frac{m}{kT} \cdot \frac{d(CV)}{dt}. \quad (38)$$

В вакуумных сосудах как давление, так и объем являются легко измеряемыми величинами, так что удобно определить расход газа, или поток газа, Q следующим образом:

$$Q = \frac{d}{dt}(PV).$$

Величину Q можно измерить, она связана с массовым расходом газа следующей формулой:

$$\frac{dm}{st} \cdot \frac{m}{kT} \cdot Q \quad (39)$$

при постоянных m и T .

Величину Q измеряют в единицах $\text{Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ и часто называют *расходом газа*.

Число молекул в единице объема пропорционально давлению и объему газа, протекающего через данное сечение трубопровода в единицу времени:

$$Q = Sp. \quad (40)$$

Это уравнение является одним из фундаментальных уравнений вакуумной техники.

Быстротой действия вакуумного насоса называется объем газа, поступающий в работающий насос в единицу времени (л/с) при данном впускном давлении (мм рт. ст.). Поэтому правильно обозначать быстроту откачки (действия) насоса следующим образом: 500 л/с при 10^{-5} мм рт. ст. Однако на практике часто указывают только значение в литрах в секунду (л/с) (диффузионные и сорбционно-ионные насосы) или литрах в минуту (л/мин) (для механических насосов). Отсюда конкретный диффузионный насос, имеющий быстроту действия 500 л/с при 10^{-5} мм рт. ст., будет иметь ту же быстроту 500 л/с при 10^{-8} мм рт. ст. В первом случае насос откачает 500 л/с газа при 10^{-5} мм рт. ст., а во втором случае — 500 л/с газа при 10^{-8} мм рт. ст. Количество откачиваемого газа (поток газа) снизится на величину 10^3 , но быстрота действия останется одинаковой.

Скорость натекания — количество вещества, проникающего внутрь вакуумного сосуда из внешней среды с нормальным атмосферным давлением в единицу времени. Скорость натекания измеряется в литрах в секунду с указанием давления в вакуумном сосуде в миллиметрах ртутного столба.

Скорость газовыделения — количество газа, выделяющегося из стенок вакуумного сосуда под действием вакуумного насоса в единицу времени, измеряется в литрах в секунду. Скорость газовыделения зависит от площади поверхности системы, из которой происходит выделение газа, поэтому измеряется как расход газа на единицу площади при определенном давлении (мм рт. ст.-л/(с·см²)). Как правило, после 1–2 ч. откачки чистая, не обработанная термически поверхность из коррозионностойкой стали имеет скорость газовыделения, равную 10^{-8} до 10^{-9} мм рт. ст.-л/(с·см²). На скорость газовыделения большое влияние оказывает предшествующее воздействие влажной атмосферы, термической обработки и т. д.

Проницаемость. Строительные материалы, в особенности стекло и эластомеры, являются проницаемыми для летучих компонентов атмосферы. Просачиваемость измеряется в тех же единицах, что и скорость газовыделения.

Быстрота откачки сосуда. Давление в вакуумной системе падает по мере удаления газа, а быстрота удаления газа — это производительность вакуумного насоса. Исходя из того, что быстрота действия насоса остается постоянной, производительность снижается по мере падения давления в соответствии с экспоненциальной зависимостью:

$$p_2 = p_1 \exp\left(-\frac{St}{V}\right), \quad (41)$$

где p_2 — давление, мм рт. ст., в момент времени t , с; p_1 — давление мм рт. ст., в момент времени $t=0$; V — объем вакуумной системы, л; S — быстрота действия вакуумного насоса, л/с.

Таким образом, давление падает до половины своей первоначальной величины за время $0,69 V/S$ с, до четверти этой величины — за время в два раза большее, до $1/8$ этой величины опять за время, в два раза большее и т. д. При низких значениях давления быстрота откачки вакуумного сосуда падает в результате натекания и газовыделения стенок системы. Значения времени откачки при давлении ниже 10^{-3} мм рт. ст. рассчитываются редко, но приводятся в литературе на основе опытных и экстраполированных данных.

1.5. Режимы течения газа

1.5.1. Поток газа

Создание и поддержание вакуума предполагает течение газа из вакуумного сосуда по трубопроводам и насосам в атмосферу. Отсюда большое значение имеют элементы вакуумной системы, управляющие и воздействующие на природу газового потока. Как правило, течение газа в вакуумных системах можно разделить на три основных режима:

- турбулентное;
- вязкостное, или ламинарное;
- молекулярное.

С определением режима течения газа связано много факторов, включая следующие:

- величина потока газа;
- перепад давлений на концах трубопровода или канала;
- свойства поверхности и геометрические параметры трубопровода канала;
- вид и свойства откачиваемых газов.

Количественное выражение, устанавливающее связь между такими факторами, как геометрия канала, свойства и количество газа, носит сложный характер. Однако были разработаны формулы и выражения для ряда распространенных форм трубопроводов и каналов, которые позволяют рассчитать величину газового потока с относительной точностью и простотой. В последующих подразделах приводятся расчеты величины потока газа в трубопроводах и каналах при различных условиях. Подробный вывод многих формул можно найти в литературе. В целях упрощения расчетов три режима течения газов обычно рассматриваются отдельно. Все три режима течения газа встречаются одновременно, когда откачка вакуумной системы, соединенной трубопроводом с вакуумным насосом, происходит от атмосферного давления до высокого вакуума, что характеризуется такой величиной, как время откачки.

1.5.1.1. Общие положения

При высоких значениях давления и очень высоких значениях потока газа средняя длина свободного пути молекул очень мала по сравнению с размерами трубопровода или вакуумного сосуда, так что поток газа ограничивается вязкостью газа. Поток газа при этих условиях называется *вязкостным*, а режим его течения может быть либо *турбулентным*, либо *ламинарным*. Когда скорость газа превышает определенные значения, течение становится турбулентным, слои газа перестают быть параллельными, их направление меняется под воздействием любого препятствия на их пути. В пространствах между слоями появляются области с более низким давлением. При более низких значениях скорости газа вязкостный поток становится ламинарным, т. е. слои потока газа являются параллельными, их скорость увеличивается в направлении от стенок к оси трубопровода. По мере уменьшения давления средняя длина свободного пути молекул становится эквивалентной размерам сосуда, и поток регулируется сочетанием скорости и молекулярных взаимодействий. В этих условиях устанавливается промежуточный, *молекулярно-вязкостный режим течения газа*. По мере дальнейшего уменьшения давления средняя длина свободного пути молекул становится больше размеров сосуда, и поток зависит только от столкновений молекул со стенками сосуда; поэтому поток в таких условиях называется *молекулярным*. Молекулярное течение в различных режимах представлено на рис. 2.

Режим течения газа (турбулентный, ламинарный, промежуточный или молекулярный) определяется значениями двух безразмерных параметров: чисел Рейнольдса и Кнудсена. Переход между турбулентным и ламинарным, или вязкостным, течением определяется числом Рейнольдса, в то время как для описания ламинарного, промежуточного и молекулярного течения газа используется число Кнудсена.

Число Рейнольдса — это безразмерная величина, выраженная следующим образом:

$$Re = \rho v D / \eta, \quad (42)$$

где ρ — плотность газа; v — скорость потока газа; η — динамическая вязкость газа; D — диаметр трубопровода.

При $Re > 2200$ поток является полностью турбулентным.

При $Re < 1200$ поток является полностью ламинарным.

В области $1200 < Re < 2200$ поток может быть турбулентным или вязкостным в зависимости от шероховатости поверхности и геометрических параметров трубы. По мере увеличения потока при высоких давлениях число Рейнольдса увеличивается, и поток газа вместо равномерного течения приобретает завихрения и колебания.

Вязкостный поток имеет место в области, ограничиваемой числом Рейнольдса менее 1200 и числом Кнудсена менее 0.001.

Число Кнудсена K_n — это также безразмерная величина, выражаемая следующим образом:

$$K_n = \frac{\lambda}{D}. \quad (43)$$

Когда число Кнудсена равно или больше диаметра трубопровода, скажем, $K_n > 1$, свойства потока определяются столкновениями молекул газа и стенкой канала, поэтому течение потока является молекулярным. Более подробные описания трех главных режимов течения приведены ниже.

1.5.2. Турбулентное течение

Турбулентное течение газа возникает при высоких градиентах давления, характеризуется завихрениями и редко встречается в вакуумной технике. Однако на непродолжительное время оно все-таки возникает в момент начала откачки, когда давление газа и быстрота откачки являются достаточно высокими, а поток газа в вакуумном сосудах и соединительных трубах очень хаотичный. В течении потока отсутствует упорядоченность, он характеризуется возникающими и исчезающими вихрями. Движение молекул газа в турбулентном потоке сложно и беспорядочно; слои газа могут иметь скорости и направления, весьма отличающиеся от средней скорости и общего направления потока. В условиях турбулентного потока давление газа и скорость потока в любой точке системы колеблются относительно средней величины. *Кроме очень специальных случаев (например в очень больших вакуумных системах), продолжительность существования турбулентного режима течения незначительна по сравнению с вязкостным и молекулярным.* В большинстве производственных систем нанесения тонкого слоя пленки для снижения первоначальной быстроты откачки, уменьшения турбулентности в камере и, как следствие, минимизации образования пыли или частиц, а также загрязнения подложек используются специальные технологии «мягкой откачки». Несмотря на свою нерегулярность, турбулентный поток можно описать с помощью законов вероятности [2]. Существование турбулентного потока определяется величиной безразмерного числа Рейнольдса. Если число

Рейнольдса больше 2100, поток всегда будет полностью турбулентным; например, течение воздуха при комнатной температуре по круглому трубопроводу является турбулентным, если

$$\frac{pF}{d} > 5 \cdot 10^5, \quad (44)$$

где F — расход газа в трубопроводе, л/с; p — это среднее давление воздуха; d — это диаметр трубопровода.

Во многих ситуациях, однако, турбулентным потоком можно пренебречь, поскольку он, как правило, возникает всего лишь в течение небольшого периода времени (в трубе между механическим насосом и вакуумной системой) на первоначальной стадии откачки от атмосферного давления.

1.5.3. Вязкостное, или ламинарное течение

Структура данного режима течения газа значительно проще, чем у турбулентного потока. Ламинарное течение возникает при средних градиентах давления, когда $\lambda < (d/100)$ (где λ — средняя длина свободного пути молекул, d — диаметр трубопровода). Вязкостный поток является равномерным и упорядоченным: каждая частица, проходящая через какую-либо точку, следует по тому же пути, что и предыдущая частица, проходящая через эту точку. Скорости потока пропорциональны градиенту давления и вязкости газа. Слои потока параллельны друг другу в отличие от случая с турбулентным потоком. Средняя длина свободного пути молекул невелика по сравнению с линейными размерами канала, следовательно, характеристики потока зависят от столкновений молекул, а вязкость газа оказывает влияние на скорость потока. Вязкостный ламинарный поток часто возникает в форвакуумных линиях диффузионных насосов. Условия для формирования вязкостного течения возникают по мере того, как продолжающаяся откачка уменьшает давление, а число Рейнольдса снижается до 2200. Вихри больше не образуются, а энергия, возникающая в результате градиента давления, используется для поддержания стабильного потока. Скорость и давление со временем выравниваются, а поток становится сплошным, т. е. слои потока имеют равномерный и непрерывный вид, слегка искривляясь в районе изгибов и других неровностей трубы. Рядом со стенкой газ находится почти в состоянии покоя, при этом в направлении к оси трубы слои газа скользят быстрее по отношению друг к другу, пока на оси трубы скорость не достигнет максимума. Вязкость имеет важное значение для определения расхода газа через трубопровод при данных условиях. Этот тип течения называется либо *вязкостным*, либо *ламинарным*, его описывает закон Пуазейля:

$$\frac{Q}{(P_1 - P_2)} = K \frac{d^4 P}{\eta L}, \quad (45)$$

где L — длина трубопровода диаметром d ; Q — поток газа; η — коэффициент вязкости газа; K — числовая постоянная.

Под действием градиента давления смежные слои газа передают разницу давления друг другу, приводя в движение весь газ в направлении меньшего давления. Вязкостный поток может возникать только когда средняя длина свободного пути молекул невелика по сравнению с диаметром трубопровода. Со стенками трубопровода сталкиваются только те молекулы, которые находятся рядом с ними, и поскольку такие молекулы представляют собой всего лишь малую долю от общего числа присутствующих молекул, характер стенок не оказывает значительного воздействия на величину потока.

1.5.4. Молекулярное течение

Если давление газа снижается еще больше (при этом по-прежнему вдоль трубопровода поддерживается градиент давления), средняя длина свободного пути молекул газа увеличивается и приближается по значению к диаметру трубопровода, тогда режим течения потока изменяется. Ламинарное течение исчезает, поскольку молекулы теперь сталкиваются со стенками трубопровода, а не друг с другом. Когда давление достаточно низкое, молекулы перемешаются внутри трубопровода независимо друг от друга, поэтому течение газа становится «молекулярным». Давление вдоль трубопровода больше не является движущей силой для перемещения потока газа вдоль трубопровода. При таких низких значениях давления молекулы перемешаются в произвольных направлениях, и имеет место только переход газа из области высокого давления в область низкого давления вследствие процесса диффузии.

Молекулярное течение характеризуется столкновениями молекул со стенками трубопровода, а не с другими молекулами газа. Скорости потока пропорциональны разности давлений на концах трубы, а также обратной величине квадратного корня молекулярной массы газа. Зависимость величины потока от вязкости начинает уменьшаться, потому что межмолекулярные столкновения становятся менее частыми. При значениях давления, достаточно низких для того, чтобы средняя длина свободного пути молекул была в несколько раз больше диаметра сосуда или канала, молекулы мигрируют по системе свободно и независимо друг от друга. Такой режим называется свободно-молекулярным или просто *молекулярным течением*, а значения скорости потока газа главным образом зависят от столкновений молекул со стенками трубы. Молекулярный поток возникает при высоком вакууме, когда $\lambda > (d/3)$. Когда механический насос удаляет газ из *трубопровода*, соединяющего его с вакуумной камерой, газ перемешается в направлении насоса посредством столкновений с соседними слоями. Так происходит при вязкостном режиме течения, на что указывает его пропорциональная зависимость от градиента давления. Когда высоковакуумный насос перекачивает газ непосредственно из *камеры*, насос улавливает молекулы и препятствует их возвращению обратно в камеру: при этом типичный КПД высоковакуумных насосов составляет приблизительно 40%. При молекулярном течении, в котором межмолекулярные столкновения являются редкими, одни молекулы могут выходить от насоса независимо от молекул, перемешающихся в направлении насоса.

1.5.5. Основные зависимости

1.5.5.1. Быстрота откачки и поток газа

Расход газа — это важный параметр вакуумной системы. Он определяет время, необходимое для достижения рабочего давления; он может также определять величину натекания газа (количество газа, просачивающегося снаружи в систему) и газовыделение (количество газа, выделяющегося в системе), с которым можно смириться, если давление в сосуде не превышает необходимое рабочее давление. Поток газа в системе можно определить двумя способами: как объемный и массовый поток газа.

1.5.5.2. Быстрота откачки

Быстрота откачки или объемный поток обычно обозначается буквой S и равняется объему газа, проходящего через данное сечение системы за единицу времени. Величина объемного потока, измеряемая у входа в насос, называется быстротой откачки насоса S_p .

1.5.5.3. Поток газа Q

Массовый поток газа обозначается буквой Q и часто называется просто потоком газа. Он пропорционален числу молей и массе газа, протекающего через данное сечение системы за единицу времени. Зависимость между массовым и объемным потоком газа выражается следующим уравнением:

$$Q = Sp,$$

где Q — массовый поток газа, Торр·л/с; S — быстрота откачки, л/с при данном давлении p , Торр.

По определению поток газа Q является постоянным для всех точек вакуумной системы, находящейся в равновесии. Скорость массового потока измеряется в граммах на секунду или количеством молекул в секунду. Поскольку давление (Торр) — это мера молекулярной концентрации (количество молекул на литр), а быстрота откачки выражается в литрах в секунду, то 1 Торр·л/с пропорционален числу молекул, проходящих любую точку в вакуумной системе в секунду, а отсюда является единицей измерения потока газа. Скорость, с которой газ проходит по вакуумной системе, зависит от быстроты действия насоса, геометрической формы и размеров каналов, а также режима течения. Таким образом, быстрота откачки, равная 1000 л/с при давлении 10^{-3} Торр, обеспечивает поток газа, равный 1 Торр·л/с. Эта величина 1 Торр·л/с = (1,0/760) л/с. Для воздуха 1 моль (29 г) занимает 22,4 л, т. е. при атмосферном давлении 1 л = 29/22 г. В табл. 4 приведены коэффициенты перевода единиц потока газа.

Таблица 4. Коэффициенты перевода единиц измерения потока газа*

Единица измерения потока газа	Торр·л/с
1 люсек	0,001
1 клюсек	0,01
1 см ³ /с*	0,76
1 см ³ /мин*	0,0127
1 фут ³ /мин*	358
1 м ³ /ч*	211
1 фут ³ /ч*	5,97
1 ватт**	7,5
1 галлон ⁻¹ при 20 °C	1,7·10 ⁴

* При нормальной температуре и атмосферном давлении.

** В СИ единицей измерений потока газа является Па·м³/с, что равняется 1 Дж/с или 1 Вт.

1.6. Проводимость

1.6.1. Определение проводимости

Любой трубопровод или канал создает определенное сопротивление потоку газа любого типа. Это сопротивление вызывает перепад давлений вдоль трубопровода. Если F — это объемный поток газа (объем газа, проходящего в секунду через сечение трубы); p — давление в сечении, то количество газа, проходящего в секунду равняется

$$Q = Fp. \quad (47)$$

Сопротивление R участка трубы определяется следующим уравнением

$$R = \frac{p_1 - p_2}{Q}, \quad (48)$$

где p_1 и p_2 — это значения давления на концах трубы.

Таким образом, R выражается в секундах на литр (с/л). Величина, обратная R , называется *проводимостью* и обозначается символом C :

$$C = \frac{Q}{\Delta p}, \quad (49)$$

представляет собой поток газа, отнесенный к перепаду давлений на концах трубы.

Итак, проводимость отверстия, трубопровода или вакуумной системы — это мера потока газа для данного перепада давления в трубопроводе или системе, она измеряется в литрах в секунду (л/с). Проводимость зависит от режима течения газа и типа газа. Поэтому поток газа через элемент вакуумной системы, подсоединенный к высоковакуумному насосу, пропорционален разнице давлений в элементе. Для элемента с проводимостью C , л/с, и давлениях p_1 и p_2 , Торр, на его концах, поток газа составляет $C(p_1 - p_2)$, Торр · л/с, что можно представить в виде разности потока на конце элемента с высоким давлением (C_{p1} , Торр · л/с) и потока на конце с низким давлением (C_{p2} , Торр · л/с).

1.6.2. Проводимость элементов вакуумной системы с параллельным соединением

Рассмотрим два трубопровода, имеющих проводимость C_1 и C_2 . Поток газа в каждом трубопроводе можно представить следующим образом:

$$Q_1 = C_1 p \quad \text{и} \quad Q_2 = C_2 p. \quad (50)$$

Общий поток составляет

$$Q_T + Q_2 = (C_1 + C_2)P. \quad (51)$$

Если два трубопровода заменить одним с проводимостью C_T , которая будет обеспечивать тот же самый поток, тогда

$$Q_T = C_T P. \quad (52)$$

где C_T — это общая проводимость, а нижний индекс T означает общую проводимость или общий поток газа через элемент.

При параллельном соединении элементов, трубопроводов или отверстий общая проводимость выражается следующим образом:

$$C_T = C_1 + C_2 + C_3 \quad \text{и т. д.} \quad (53)$$

1.6.3. Проводимость элементов вакуумной системы с последовательным соединением

Рассмотрим проводимость двух элементов C_1 и C_2 с последовательным соединением: например трубопровод одного диаметра, соединенный с трубопроводом другого диаметра. Пусть p_1 и p_2 — разницы давлений на концах труб 1 и 2 соответственно, а Q_1 и Q_2 — потоки газа в этих

трубопроводах. Пусть p_T будет общим перепадом давления в последовательном соединении, Q_T будет соответствующим средним потоком.

$$p_1 = \frac{Q_1}{C_1}, \quad p_2 = \frac{Q_2}{C_2} \quad \text{и} \quad \Delta p_T = \frac{Q_T}{C_T}. \quad (54)$$

Но

$$\Delta p_T = \Delta p_1 + \Delta p_2. \quad (55)$$

Кроме того, поток газа должен быть одинаковым по всей системе, в противном случае газ будет накапливаться в отдельных элементах. Отсюда

$$Q_1 = Q_2 = Q_T. \quad (56)$$

Таким образом,

$$\frac{Q_T}{C_T} = \frac{Q_1}{C_1} + \frac{Q_2}{C_2}. \quad (57)$$

$$\frac{Q_T}{C_T} = \frac{Q_T}{C_1} + \frac{Q_T}{C_2}.$$

Отсюда для последовательного соединения общая проводимость

$$\frac{1}{C_T} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \frac{1}{C_3} \quad \text{и т. д.} \quad (58)$$

Для насоса с быстротой действия S , л/с, подсоединенного к камере посредством элемента с проводимостью C , л/с, быстрота откачки камеры, S_c , выражается следующим образом:

$$\frac{1}{S_c} = \frac{1}{S} + \frac{1}{C}. \quad (59)$$

1.7. Расчет параметров потока газа

Проводимость канала определяет его способность транспортировать газ. Она выражается в единицах объема газа, проходящего через данное сечение в единицу времени. Зависимости для расчета проводимости элемента, работающего в различных условиях, являются весьма сложными и зависят от режима течения, а также от геометрических параметров канала и свойств его поверхности. Расчеты проводимости и потока газа при турбулентном режиме течения трудно трактовать аналитически. Количественное определение параметров вязкостного потока также представляет трудности, поскольку зависит не только от формы канала, но и от давления газа. Однако при тех диапазонах давлений, которые имеют место в условиях высоко-го вакуума, поток является молекулярным, а не вязкостным.

1.7.1. Уравнения для расчета параметров вязкостного потока

В общем случае уравнения для расчета проводимости и потока газа при вязкостном режиме течения получены для трубопроводов и каналов, имеющих сечение простой геометрической



формы — круглое или прямоугольное. Эти выражения используются, например, для расчета времени, необходимого для откачки сосуда через трубопровод, имеющий круглое или прямоугольное поперечное сечение.

1.7.1.1. Течение в трубопроводах круглого сечения

Поток газа по прямому трубопроводу круглого сечения в условиях вязкостного режима определяется уравнением Пуазейля:

$$\frac{Q}{p_1 - p_2} = K \frac{d^4 P}{\eta L}, \quad (60)$$

где d — диаметр трубы; L — длина трубопровода; η — динамическая вязкость газа; p — среднее давление в трубопроводе; p_1 и p_2 — давления на противоположных концах трубы.

Для сухого воздуха при 20 °С данное уравнение приобретает вид

$$Q = \frac{750 d^4 \bar{P}}{L} (p_1 - p_2), \quad (61)$$

где Q — поток газа, Торр · л/с; d — диаметр трубопровода, см; L — длина трубопровода, см; p — это давление, Торр.

Проводимость круглого трубопровода, л/с, для воздуха при 20 °С приведено ниже:

$$C = \frac{2.94 p d^4}{L}. \quad (62)$$

1.7.1.2. Течение в прямоугольных каналах

Уравнение Пуазейля для потока воздуха при 20 °С, текущего по прямоугольному каналу с большей стороной сечения a и меньшей b , имеет следующий вид, л/с:

$$C = \frac{30 a^2 b^2 K P}{L}, \quad (63)$$

где K — это коэффициент формы, значение которого зависит от b/a .

Как можно видеть, проводимость прямоугольной диафрагмы (отверстия) быстро увеличивается при переходе сечения от прямоугольной щели к квадрату.

Так же, как и в случае круглого трубопровода, выражение для C позволяет получить соотношение для объемного потока газа в зависимости от перепада давлений в канале.

$$C = \frac{p K}{\Delta p}, \quad (64)$$

где

$$F = \frac{C p}{\Delta p}, \quad (64)$$

Таким образом,

$$K = \frac{30 a^2 b^2}{L} \cdot \Delta p, \text{ л/с.} \quad (65)$$

1.7.2. Уравнения для расчета параметров молекулярного потока

При низких значениях давления межмолекулярные столкновения происходят реже, чем столкновения со стенкой, поэтому последние определяют параметры газового потока по каналу. Проводимость канала в условиях молекулярного потока зависит от двух факторов.

1. Скорости, с которой молекулы поступают в канал.
2. Вероятности прохождения молекул по системе.

Первый фактор зависит от площади сечения входа в систему, а последний определяется последующей серией столкновений со стенками, в результате которых молекула в конечном итоге перемещается по каналу или отбрасывается обратно в откачиваемый сосуд.

Рассмотрим вначале случай очень тонкой диафрагмы в пластине. В данном случае для определения проводимости диафрагмы нас интересует ее площадь A , а не свойства стенок канала.

Объем газа, проходящего через диафрагму — ее проводимость — составляет

$$C_a = \frac{1}{4} AV = \left(\frac{2}{p} \right)^{-1} V^0 A, \quad (66)$$

если молекулы имеют распределение скоростей по Максвеллу. Значения проводимости зависят от молекулярной массы и кинетической энергии. Случай, когда столкновения молекул со стенками трубопровода являются более важными, чем проводимость отверстия, рассмотрен ниже.

1.7.3. Формула Кнудсена

Проводимость C_l отрезка длинной трубы длиной L с переменной площадью сечения A и периметром H была рассчитана Кнудсеном и составляет

$$C_l = \frac{4}{3} \sqrt{\frac{H(\delta)}{A^2(L)}} \cdot de. \quad (67)$$

Были приняты следующие допущения.

1. Длина трубопровода значительно больше диаметра.
2. Направление движения отскочивших молекул после столкновения со стенками не зависит от направления их движения до столкновения.
3. Угловое распределение отскочивших молекул подчиняется закону косинуса.

Допущение 1 предполагает, что влияние отверстия является незначительным, а величина проводимости, получаемая из уравнения (67), относится к молекулам внутри трубы, удаленным от отверстия. Для получения приближенных выражений для проводимости всей трубы нужно включить последовательную проводимость отверстий. Карлсон [17] приводит формулу для трубопровода с периметром H , площадью A и длиной L :

$$Ca = 1 + \frac{3}{16} \left(\frac{LH}{A} \right). \quad (68)$$

1.7.4. Коэффициент Клаузинга

Проводимость длинного трубопровода связана с проводимостью входного отверстия коэффициентом $[1 + 3/16(LH/A)]^{-1} C_a$. Этот коэффициент можно интерпретировать как вероятность случайного входа молекулы в отверстие и ее прохождения до самого конца трубопровода.



Целесообразно рассматривать проводимость с точки зрения проводимости отверстия и соответствующей вероятности прохождения молекулы (коэффициента Клаузинга), поэтому

$$C = CA \cdot P_{1 \rightarrow 2} = 1/4 v A_1 P_{1 \rightarrow 2}. \quad (69)$$

Так как проводимость не зависит от направления движения молекул,

$$A_1 P_{1 \rightarrow 2} = A_2 P_{1 \rightarrow 2}. \quad (70)$$

Примеры. Выражение для потока газа по длинному прямому трубопроводу было дано Кнудсеном:

$$Q = \frac{\pi d^{3/2}}{L} \quad (71)$$

$$Q = (\pi d^{3/2}/L) n_a (P_1 - P_2),$$

где d — диаметр трубопровода; L — длина трубопровода; n_a — средняя скорость молекулы; p_1 и p_2 — давления на противоположных концах трубопровода.

Для сухого воздуха при 20°C d и L , выраженных в дюймах, а p — в Торр, данное уравнение принимает следующий вид:

$$Q = (80 d^3/L) n_a (p_1 - p_2). \quad (72)$$

Приблизительные значения некоторых вероятностей прохождения имеют точность в пределах $\pm 10\%$. Это разнообразные методы, которые включают аналитические методы [6], расчеты по методу пробной частицы Монте-Карло и методу вариаций [16]. Карлсон исследовал различные геометрические формы и ссылается на соответствующие источники. Примеры числовых расчетов можно найти в работе Карлсона [22].

1.8. Приложение законов физики поверхности в вакуумной технике

Законы взаимодействия молекул газа с поверхностью твердого тела лежат в основе вакуумной техники [6–10]. Работа вакуумных насосов и откачка, перемещение газа по вакуумной системе, а также свойства разреженного газа — все это предусматривает взаимодействие молекул газа с поверхностью твердых тел или жидкостей. Поверхностью материала, как правило, считается самый верхний слой атомов. Это может быть последний слой кристаллического материала или слой более сложного строения другого материала. При атмосферном давлении взаимодействие на границе раздела газовой и твердой фаз характеризуется кинетикой химической реакции, смачиваемостью при конденсации, диффузией и другими хорошо известными явлениями. По мере снижения давления газа уменьшается число молекул, вступающих во взаимодействие с поверхностью твердого материала. При снижении давления до определенной величины для описания столкновений молекул с поверхностью придется использовать статистические законы. Именно в этот момент общепринятые газовые законы перестают действовать. Некоторые из ранее упомянутых явлений рассматриваются в настоящем разделе.

1.8.1. Физическая адсорбция

Когда поверхность материала находится в условиях сверхвысокого вакуума, молекулы газа стремятся «прилипнуть» к чистым поверхностям. Равновесие устанавливается на короткое время, поэтому явление полностью обратимо. Когда молекула газа реагирует с атомами по-

поверхности и образует прочную связь, это явление называется *хемосорбцией*, оно кратко рассмотрено в следующем подразделе. Количество молекул, сталкивающихся с поверхностью при данном давлении и температуре, можно рассчитать на основе законов кинетической теории газов и броуновского движения молекул. Рассмотрим упрощенную формулу основного газового закона для единицы объема $PV = MRT$, тогда поток молекул, сталкивающихся с единицей площади поверхности, определяется следующим образом, см²/с:

$$F = N_{av} P (2\pi MRT)^{-1/2}, \quad (73)$$

где N_{av} — число Авогадро; M — молекулярная масса, г/моль; p — давление, Торр; T — температура, К; R — универсальная газовая постоянная.

Это уравнение можно привести к следующему виду:

$$F = 3,51 \cdot 10^{22} p (MT)^{-1/2}, \quad (74)$$

Поток молекул газа F , который вступает в соприкосновение с поверхностью, приблизительно составляет $0,5 \cdot 10^{22} p$ (Торр) для воздуха. При 10^{-6} Торр с поверхностью сталкивается $F \approx 10^{14}$ молекул/(см² · с).

Когда молекула газа ударяется о поверхность, она прилипает к ней. Если эта молекула не возвращается в газовое состояние, т. е. закрепляется на поверхности, то говорят, что она была *адсорбирована*. Для представления поверхности твердого тела можно сделать классическое допущение: представить молекулы поверхностного слоя в виде «бильярдных шаров» (рис. 3).

Это происходит, поскольку на молекулы газа оказывают влияние силы слабого межмолекулярного взаимодействия, которые заставляют молекулы группироваться на поверхности. Эти силы называются *ван-дер-ваальсовыми силами*. Их также называют *дисперсными силами*, которые имеют электрическую природу [7]. В этом случае атомы стремятся сгруппироваться вместе под действием взаимной силы притяжения (ван-дер-ваальсовы силы, f) и, как было доказано де Буром, подчиняются следующей зависимости: $f \propto 1/d^3$, где d — расстояние между взаимодействующими молекулами и поверхностью. Это обеспечивается посредством взаимодействия распределенных зарядов и диполей. Ван-дер-ваальсовы силы всегда являются притягивающими и довольно подробно описаны Адамсоном [6].

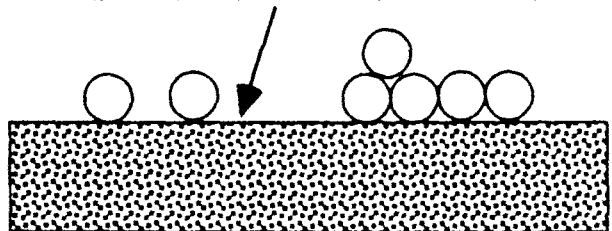
В силу тепловых колебаний адсорбированные молекулы будут пребывать на поверхности в течение неограниченного времени в зависимости от энергии тепловых колебаний (температуры). Эта энергия называется *тепловой адсорбции* $H_{адс}$. Время адсорбции τ молекулы:

$$\tau = \tau_0 e^{\Delta H_{адс}/RT}, \quad (75)$$

где τ_0 — это, как правило, величина, находящаяся в пределах от 10^{-12} до 10^{-13} с.

Рис. 3. Адсорбция молекул газа плоской поверхностью твердого тела

Участок (участки) поверхности, доступные для адсорбции



Количество адсорбированных молекул на отдельном участке составляет θ , молекул/см²:

$$\theta \propto F_{\tau} = N_{\text{ат}} P (2\pi M R T)^{-1/2} \tau_0 e^{\Delta H_{\text{адс}}/RT}, \quad (76)$$

Это основано на допущении, что все молекулы, ударяющиеся об участок поверхности, к нему прилипают.

Многослойная адсорбция происходит во многих системах. Гомер и его соавторы доказали существование этого явления при криогенных температурах [10]. Визуальное подтверждение можно было наблюдать с помощью ионного микроскопа. Молекулы, адсорбируемые при очень низких температурах (ниже 70 К), остаются подвижными и могут диффундировать в боковых направлениях. Коэффициент поверхностной диффузии определяется из движения «границы» и выражается следующим образом:

$$D_s = a^2 \nu \exp(-E/kT), \quad (77)$$

где a — длина скачка молекулы ($\sim 3\text{\AA}$); ν — частота скачков ($\sim 10^{12}/\text{с}$); E — энергия активации поверхностной диффузии.

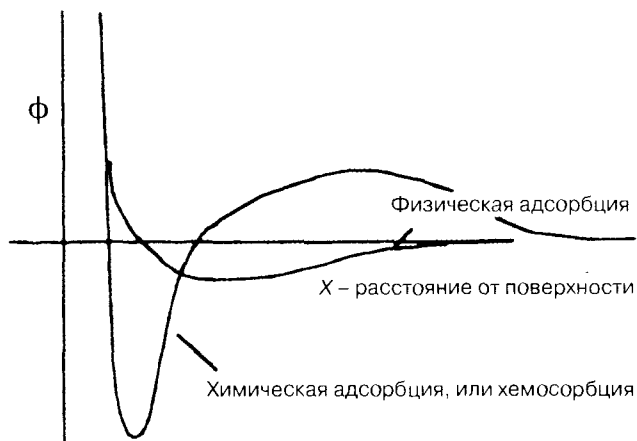
1.8.2. Хемосорбция

Явление физической адсорбции имеет обратимый характер, т. е. при увеличении энергии молекулы газа могут вырваться из поверхностного слоя. Согласно Соморджаю [7], с химической точки зрения этот процесс можно рассматривать как $A \leftrightarrow A^*$, где A^* — недиссоциированная адсорбированная молекула. Когда происходит хемосорбция, молекула A^* претерпевает одностороннюю реакцию и образует новую молекулу на поверхности. Для этого требуется определенное количество энергии, данный процесс характеризуется конкретной постоянной скоростью. Когда энергия связи между адсорбированной молекулой и поверхностью большая, молекула или атом считаются химически адсорбированными на поверхности. Изотермы, как правило, не имеют большого значения для характеристики поверхности, поскольку важным является только поглощение молекул верхним мономолекулярным слоем. На рис. 4 представлена типичная энергетическая диаграмма, представляющая собой зависимость расстояния молекул от поверхности. Физически адсорбированные молекулы или атомы находятся, как показано на рисунке, в неглубокой потенциальной яме. Химически адсорбированные молекулы находятся в более глубокой потенциальной яме. Для того чтобы разорвать эту связь, необходимо значительное количество дополнительной энергии, которая идет на преодоление энергии химических связей и позволит высвободиться с поверхности.

1.8.3. Коэффициент прилипания

Коэффициент прилипания S молекул при адсорбции — вероятность взаимодействия молекул газа с поверхностью, который выражается как функция площади поверхности, покрытой молекулами, т. е. $S \approx f(1 - \theta)$, где S зависит от прочности связи между адсорбированным атомом и поверхностью, а θ — это степень покрытия поверхности. Коэффициент прилипания также зависит от строения поверхности и температуры (поверхности и газа), включая морфологию поверхности и структуру дефектов от атомного до макромасштаба. Соморджай определяет скорость адсорбции для невзаимодействующей молекулы как произведение потока молекул F и коэффициента прилипания S .

Рис. 4. Энергетическая диаграмма физической и химической адсорбции



При 10^{-6} Торр газ образует мономолекулярный слой на реактивной поверхности в течение приблизительно 1 с. Допуская, что остаточное давление газа равняется 10^{-10} Торр и не происходят никакие другие процессы, через $\sim 10^4$ секунд на поверхности будет накапливаться мономолекулярный слой адсорбированных молекул. Это позволит в течение ~ 100 с делать «чистые измерения» при допущении, что величина θ , равная 0,01, не будет ощутимо препятствовать измерению. Структурные измерения, как правило, выполняемые путем выпуска электронов низкой энергии с чистой монокристаллической поверхности (дифракция электронов низкой энергии), потребовали бы, чтобы поверхность оставалась чистой на протяжении всего эксперимента. Для этого необходимы специальные вакуумные приспособления и использование очень чистой вакуумной системы (сверхвысокого вакуума). Однако во многих поверхностных химико-аналитических методах отбор проб производится не *только* из верхнего мономолекулярного слоя материала. Это явление будет обсуждаться в последующих главах этой книги.

1.8.4. Площадь поверхности

В общем случае поверхность материала, как правило, рассматривается просто как площадь поверхности в силу физического размера предмета, т. е. как интеграл по x и y (в этой координатной системе). На атомном уровне поверхности не являются плоскими. В сущности, даже монокристаллические поверхности содержат многочисленные дефекты, в частности винтовые дислокации на поверхности, которые создают атомные ступеньки, как показано на рис. 5.

Шлифование кристаллической поверхности может привести к образованию нескольких ступеней (см. рис. 5). В результате увеличивается общая площадь поверхности. Другие ступени образуются в результате присутствия атомов, удерживаемых химическими связями, что вызвано, например, окислением поверхности. Эти неоднородные области могут иметь множество атомных слоев.

Механическая обработка также создает макроскопические дефекты на поверхности материалов. Токарные станки прорезают канавки из-за несовершенства инструмента, подобное происходит и во многих других процессах. Некоторые дефекты могут иметь «большое отношение ширины к глубине», т. е. могут представлять собой глубокие щели на поверхности. Многие канавки или метки механической обработки могут выступать в качестве капилляров.

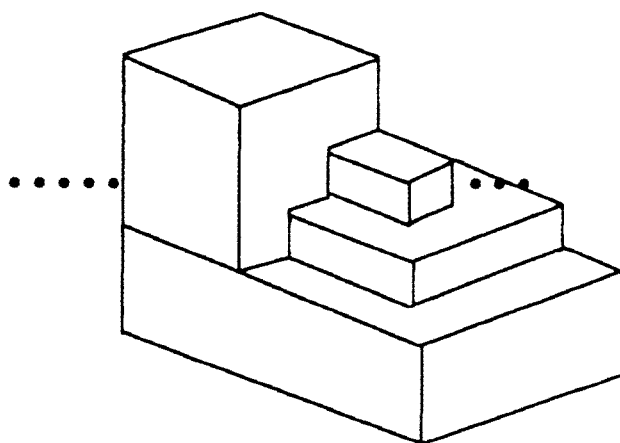


Рис. 5. Участок поверхности с выступами и ступеньками, которые оказывают влияние на адсорбционные способности всей поверхности

Площадь неровной поверхности или порошков можно определить с помощью таких моделей, как уравнение БЭТ (уравнение Брунауэра, Эмметта, Теллера) [12]. Оно позволяет рассчитать количество теплоты адсорбции и объем адсорбированного газа. Эта тема рассматривается более полно в следующем подразделе.

1.8.5. Изотермы адсорбции

Изотермы адсорбции описывают макроскопический процесс адсорбции газов твердой поверхностью, т. е. влияние относительного давления на объем адсорбированного газа. Изотермы могут использоваться для измерения площади поверхности, а также термодинамических свойств взаимодействия на границе газ — твердая поверхность. Изотермы адсорбции учитывают воздействие шероховатости или пористости поверхности. Далее будет рассмотрена конденсация, а затем воздействие свойств материала, на котором происходит конденсация.

Металлическая поверхность состоит из промежуточного слоя между газовой фазой остаточных газов в вакуумной системе. Газовая фаза состоит из конденсируемых газов, в частности водяного пара. Водяной пар — это только один из компонентов воздуха. С макроскопической точки зрения, когда водяной пар конденсируется на поверхности металла, на границе раздела фаз образуется тонкий слой воды. Объем воды достигает состояния равновесия при парциальном давлении остаточных водяных паров. Когда производится дальнейшая откачка системы, вода на поверхности стремится вернуться в газообразное состояние. По мере изменения температуры соотношение между давлением водяного пара и количеством воды на поверхности металла также изменяется.

Зависимость степени покрытия поверхности θ от общего давления смеси газов или парциального давления одного газа при постоянной температуре называется *изотермой*. Величина θ представляет собой число имеющихся участков для адсорбции и учитывает только вертикальное взаимодействие. На рис. 6 показана типичная изотерма для водяного пара, адсорбируемого гладкой золотой поверхностью. По мере увеличения парциального давления водяного пара степень покрытия поверхности увеличивается до тех пор, пока не будет достигнут уровень плато, при котором завершается однослойное покрытие поверхности. Этот график называется изотермой Ленгмюра [6]. Данный процесс встречается редко в естественных условиях, но используется для построения графиков экспериментальных данных. Если продолжать увели-

Рис. 6. Типичная изотерма Ленгмюра, тип I



чивать давление, то в конечном итоге можно конденсировать второй, третий и последующие слои.

Изотерму Ленгмюра можно представить в виде следующей математической зависимости:

$$\theta = bp/(1+bp), \quad (78)$$

где p — давление; θ — степень покрытия поверхности; b — постоянная, $b = k_1/k_2$, где ($k_1 = 1/\tau_0$) $\exp(-Q/kT)$, $k_2 = N\sigma_0/(2\pi MPT)^{1/2}$; T — температура, К; Q — энергия активации, $Q = eV$; k — постоянная Больцмана; N — число участков; σ_0 — площадь участка; p — давление, Па; M — молекулярная масса; τ_0 — время адсорбции.

Были разработаны более реалистичные модели, учитывающие образование множественных слоев на поверхности. Изотерма БЭТ (Брунауэра — Эмметта — Теллера) представляет собой одну из этих более сложных моделей [12]. Она учитывает вертикальные атомные взаимодействия, но игнорирует горизонтальные.

Математически изотерму БЭТ можно представить следующим образом:

$$\frac{p}{(p_0 - p)} \cdot \frac{1}{\theta} = \frac{1}{C\theta_m} + \frac{C}{C\theta_m} \cdot \frac{1}{p_0}, \quad (79)$$

где p_0 — давление насыщенного пара или конденсации; θ — степень покрытия поверхности; θ_m — степень однослойного покрытия поверхности; $C \propto \exp(Q/kT)$; Q — теплота адсорбции.

Типичный график БЭТ получается при

$$\frac{p}{(P_0 - p)} \cdot \frac{1}{\theta}. \quad (80)$$

Он является линейной функцией

$$\frac{p}{P_0}. \quad (1.81)$$

На основании угла наклона и точек пересечения можно рассчитать теплоту адсорбции и θ_m , количество адсорбированного газа при однослойной адсорбции на единицу площади, $\mu\text{г}/\text{см}^2$. Зная теплоту адсорбции, мы теперь можем рассчитать время пребывания молекул на поверхности, а это полезно для получения фундаментального представления о поверхности, на которой происходит адсорбция. Читателю рекомендуется обратиться к литературе, где содержится более подробное рассмотрение изотерм и их использования в физике поверхности [6—10, 12].

1.8.6. Капиллярные силы

Поры на поверхности могут иметь различную форму, как показано на рис. 7. Воздействие на поры атмосферного воздуха или других газов может приводить к конденсации некоторых частиц и превращению их в механические дефекты поверхности. При соответствующих условиях внутренние пустоты, поры и участки поверхности могут заполняться конденсатом посредством капиллярных сил. Капиллярные силы имеют место, когда конденсат смачивает поверхность. Уравнение Янга и Лапласа описывает перепад давления на границе раздела жидкой и газообразной фаз. Поэтому поры будут стремиться заполняться конденсатом в результате перепада давления. Хорошее изложение этой теории приведено в источнике [6].

По мере откачки вакуумной системы при фиксированной температуре давление в вакуумном сосуде будет отставать от теоретической быстроты действия насоса в результате присутствия захваченных конденсатов, главным образом, водяного пара, в различных дефектах поверхности. Этот процесс представлен на рис. 8 в виде изотермы понижающегося давления.

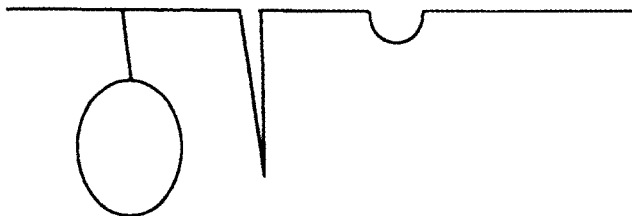
В этой изотерме объем адсорбции является функцией давления. По мере уменьшения давления сохраняется высокий объем адсорбированного газа до тех пор, пока при значительно более низком давлении он не начнет уменьшаться. Во время увеличения давления объем адсорбата оказывается меньше при том же давлении. Эта петля гистерезиса указывает на присутствие пор на поверхности, в которых стремится остаться адсорбированный газ. По разности объемов адсорбированного газа при повышении и понижении давления можно вычислить общий объем пор.

Поры могут образовываться в результате некачественной сварки в металлических вакуумных системах и выступать как источники газовыделения. В результате этого в изотерме получается петля гистерезиса. С помощью модели БЭТ для изотерм можно определить полную пористость по площади, заключенной в петле гистерезиса. В конечном итоге может быть определена общая площадь свободной поверхности, которая значительно больше исометрической площади поверхности (см. главы 4 и 5).

Кроме пор на поверхности, газы могут диффундировать внутрь поверхность материала. Это происходит в силу кинетики Фика [13]. При уменьшении давления газ будет высвобождаться с поверхности, что также приводит к отставанию фактической быстроты действия от теоретической.

В гл. 4 подробно рассматривается механическая обработка и ее влияние на строение поверхности. Возможно, самым большим источником газовыделения в вакуумной системе после первоначальной откачки до получения режима молекулярного потока (10^{-6} Торр и ниже) является сама система. Поверхности металлов не являются плоскими и ровными, а состоят из дефектов механической обработки, сварочных швов и многих других видов шероховатости, которые могут увеличивать свободную площадь поверхности системы. Если поверхностным

Рис. 7. Типичные формы пор на поверхности материала



профилометром провести по металлической поверхности и сделать трехмерную карту топографии, площадь образца будет составлять $1 \times 1 \text{ мм}^2$. Ясно, что фактическая площадь должна рассчитываться на основе учета пиков и впадин, получающихся в результате дефектов механической обработки и т. д. Это может привести к увеличению дефектов площади поверхности более чем в 3 раза. Однако это всего лишь небольшое изменение общего объема системы. В связи с этим важно рассмотреть вопрос о том, почему эта поверхность оказывает влияние на эффективность работы вакуумной системы.

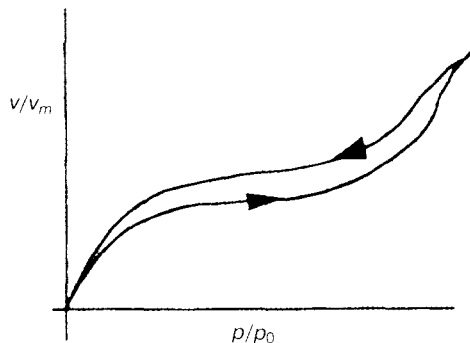


Рис. 8. Изотерма типичной пористой поверхности, на которой представлена петля гистерезиса между откачкой и подачей воздуха, что свидетельствует о присутствии пор (капилляров)

1.8.7. Конденсация

При взаимодействии газа с поверхностью происходит обмен массой и энергией, а также изменяется структура поверхности. Конденсация газа предполагает, что молекулы газа образуют многослойную толстую пленку, в которой на поверхности твердого тела происходит фазовый переход из газообразного состояния в жидкое или твердое [18]. Коэффициент конденсации — это вероятность прилипания молекулы газа к конденсату на поверхности (подложке). В экспериментальных условиях конденсация легко происходит на поверхности при температуре значительно ниже температуры кипения конденсата, в частности при испарительной конденсации горячего металла на холодной подложке. Горячий металл затвердевает при ударе о поверхность, образуя пленку. Это явление представляет собой физическую основу процесса осаждения тонкой пленки и будет рассматриваться далее в этой книге. Пленка конденсата будет увеличиваться по толщине, если давление пара конденсата выше равновесного давления, или испаряться, если давление конденсата ниже этого равновесного давления.

Когда температура подложки выше температуры кипения конденсата, коэффициент прилипания может быть небольшим. Это имеет значение при откачке вакуумных систем и достижении условий сверхвысокого вакуума. Поверхностная конденсация газов также имеет значение при откачке в тех случаях, когда используются адсорбционные насосы, насосы сверхвысокого вакуума и крионасосы (см. далее).

Возможно, наиболее известным и изученным явлением в вакуумной технике является конденсация водяного пара на поверхностях и ее связь с откачкой вакуумной системы. В начале процесса конденсации воды происходит гидратация поверхностных оксидов, которые присутствуют на металлических компонентах системы. После того, как поверхность будет гидратирована, адсорбция воды может быть макроскопически определена и измерена с помощью изотермы БЭТ, где $p_0 \sim 20$ Торр (2,67 кПа). Слои молекул воды образуют пленку на поверхности. Когда это происходит, под действием капиллярных сил вода заполняет поры в металлических поверхностях, тем самым насыщая металлическую поверхность. Десорбция воды из насыщенной системы требует значительно более продолжительного времени, чем удаление воды из сис-

темы, в которой вода не конденсировалась, и поверхности металла оставались чистыми. Во время откачки давление системы может стабилизироваться при p_0 . Это связано с десорбцией воды, ее переходом в парообразное состояние и последующей откачкой этого пара. После откачки пара из стенок насыщенной системы откачиваются остаточные газы. Подробное рассмотрение процессов водяного пара в вакуумных системах представлено в источнике [18].

1.8.8. Десорбция

Слабые взаимодействия физической адсорбции можно преодолеть путем увеличения энергии адсорбированной молекулы. В результате снижается общая скорость адсорбции или молекулы полностью удаляются с поверхности. Так же, как в случае адсорбции, десорбция может быть описана с точки зрения химической кинетики и измерена для ряда систем [17]. С практической точки зрения десорбция с поверхностью материала может ограничивать быстроту откачки вакуумной системы и ограничивать конечное давление.

1.8.9. Тепловая десорбция

Если молекула адсорбирована поверхностью (но химические связи не образованы), она сохраняет свойства молекулы газа. Ее состояние можно представить в виде энергетической диаграммы. В результате нагревания поверхности молекула может десорбироваться и покинуть поверхность. Тепловая энергия, добавленная в систему, показана как заштрихованная область на рис. 9.

В результате увеличения энергии посредством фотонного поглощения (увеличения температуры адсорбата) молекула возбуждается, ее колебания увеличиваются. Энергия колебаний может быть достаточно большой, чтобы перевести молекулу в состояние отталкивания. В этом состоянии возбуждения молекула будет характеризоваться бесконечной вероятностью покидания поверхности, как показано на рис. 9 (состояние А). В состоянии В энергия достаточно велика, чтобы освободить физически адсорбированную молекулу, но ее не хватает для разрушения образовавшейся химической связи.

Адсорбция атомов и молекул может также происходить в результате объемной и поверхностной диффузии, а также проницаемости. При диффузии молекулы газа могут увлекаться

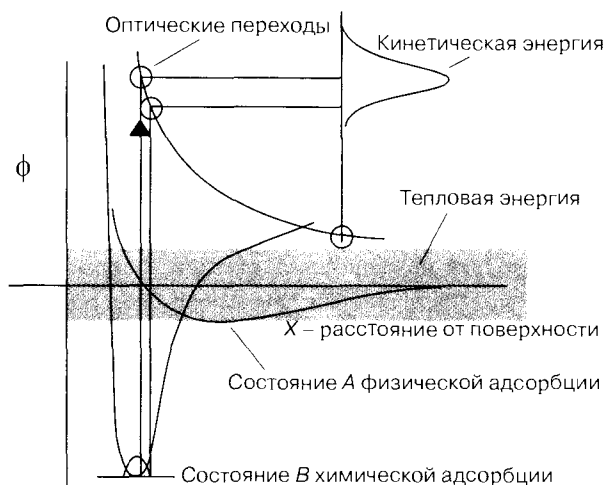


Рис. 9. Энергетические диаграммы тепловых и оптических переходов молекул на поверхности, по Мейли [14]

внутрь металлической решетки и диффундировать по границам зерен либо в большом количестве прикрепляться к поверхности. Объемная диффузия управляется законами Фика [13] и, как правило, является медленной, а диффузия по границам зерен происходит быстро и имеет низкую энергию активации. Коэффициент диффузии D , как правило, находится в пределах от $\sim 10^{-14}$ до 10^{-19} см²/с. Из первого закона Фика концентрация $C \propto \operatorname{erfc}(4Dt)^{-0.5}$, где $D = D_0 \exp(E_D/kT)$, т. е. D зависит от энергии активации E_D , где t — время, D — коэффициент диффузии, k — постоянная Больцмана, а x — это расстояние. На основе этого можно рассчитать время образования мономолекулярного слоя молекул на поверхности. Если молекула, диффундирующая из объема, является летучей, т. е. присутствует высокое давление пара, тогда частица будет способствовать газовой нагрузке насоса.

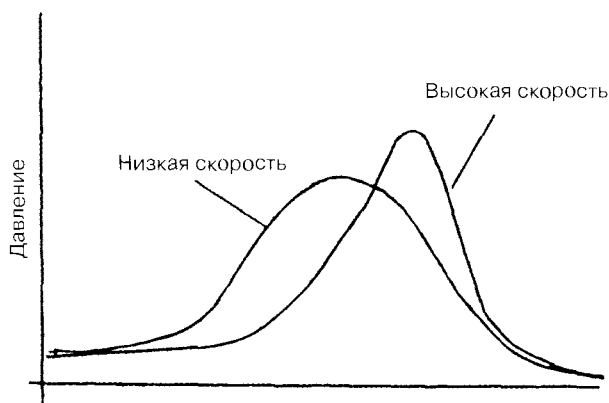
О'Ханлон описывает проницаемость как диффузию газа из внешней стороны стенки вакуумной системы к внутренней. Этот процесс является медленным и происходит с постоянной скоростью, являющейся функцией температуры. Для его описания используются законы Фика [13].

Тепловая десорбция может использоваться как мера энергии десорбции, исходя из того, что этот процесс является термически активируемым, где скорость десорбции составляет $R = n \exp(-E_d/kT)$, где n — коэффициент пропорциональности, E_d — это энергия активации десорбции. Уровни энергии десорбированной частицы являются показателем энергии физической связи частицы с поверхностью. Были выполнены эксперименты, заключающиеся в измерении давления в запаянном сосуде или в сосуде, откачиваемом с постоянной быстротой. В последнем случае $p = m p_0 \exp(-E_d/kT)$, где m — коэффициент пропорциональности, p — давление, измеряемое манометром. Эти зависимости можно проанализировать с точки зрения времени адсорбции τ . Подробные данные об этой теории были опубликованы Кингом [16].

С практической точки зрения, термически активируемая десорбция происходит, когда вакуумная система нагревается после первоначальной откачки. На рис. 1.10 показано изображение типичной кривой нагревания и изменения давления в системе при постоянных условиях откачки. Если в каждом эксперименте десорбируется весь газ, площади под кривыми должны быть одинаковыми. Пиковая температура связана с теплотой десорбции (энергией активации) E_d .

Тепловая десорбция широко используется для очистки вакуумных систем и может наблюдаться при термической дегазации системы перед эксплуатацией. При комнатной температуре скорость тепловой десорбции обратно пропорциональна времени t^{-1} [1]. Это явление было широко изучено и признано очень важным в применении вакуумной технологии.

Рис. 10. Тепловая десорбция простого загрязнения на поверхности при двух скоростях нагревания. Быстрота откачки также может влиять на кривые десорбции



1.8.10. Фотоактивация

Когда атом физически или химически адсорбирован поверхностью, его можно высвободить путем подвода энергии посредством фотонного поглощения. На рис. 11 показано, что процесс вертикального фотонного поглощения возбуждает атом без добавления теплоты.

Если энергия достаточно велика, частицы адсорбата будут возбуждаться, в результате образуется ион, возбужденный или нейтральный атом. Это физическое явление описывается с помощью модели, прогнозирующей формирование состояния отталкивания. Электронное состояние отталкивания преобразуется в кинетическую энергию, молекула или атом покидают поверхность (см. рис. 11) и свободно перемещаются в вакууме.

Фотонно-активируемая десорбция стала методом исследования воздействия фотонов на поверхность тел. Измерения пороговых энергий дают непосредственную информацию о процессах разрыва связей. Мейди [15] в своей обзорной статье написал о том, что пороговая энергия для нейтральной десорбции может быть достаточно низкой, вплоть до 5 эВ (дальнее ультрафиолетовое излучение). При более высоких энергиях (~15 эВ) можно ожидать возникновения ионной десорбции [19].

1.8.11. Ультразвуковая десорбция

На практике десорбция, активируемая ультразвуком, используется для очистки металлических вакуумных систем в условиях вакуума. Ультразвуковая установка подсоединяется к ва-

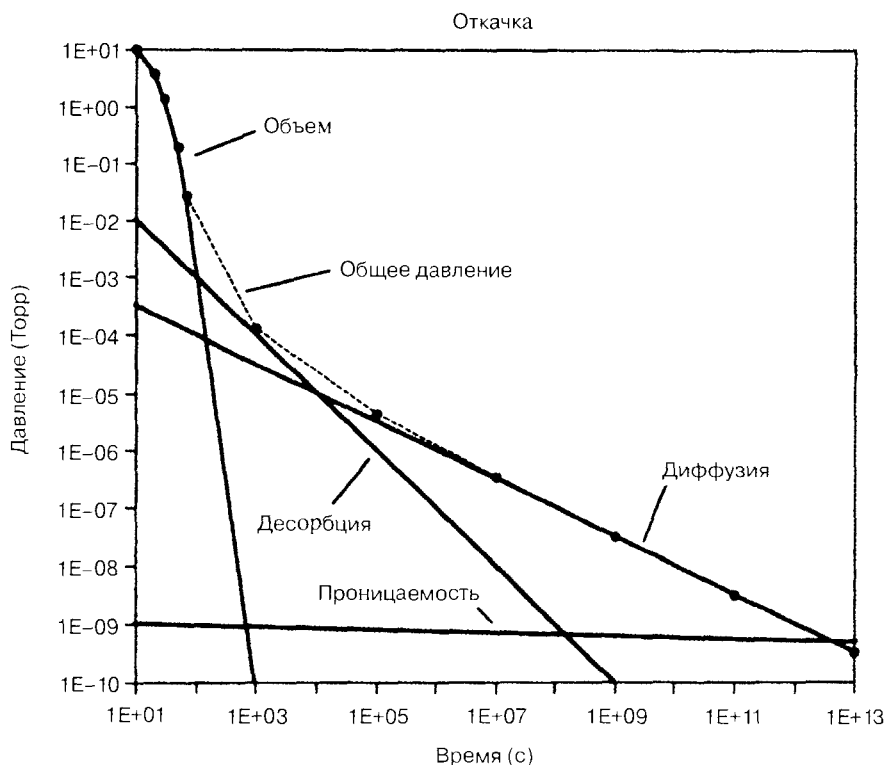


Рис. 11. Режимы откачки как функция времени [1]



куумной системе через кристаллы титаната бария, общее сопротивление которых соответствует сопротивлению металла. Это метод активации десорбции основан на поглощении энергии адсорбатом, вызывающим локализованное нагревание, в результате которого высвобождаются молекулы. Водяной пар — это наиболее распространенный вид загрязнений, удаляемых с металлических поверхностей с помощью этого метода.

1.8.12. Десорбция с электронной и ионной стимуляцией

Электронно-стимулируемая десорбция также используется для анализа свойств поверхности. В этом случае изучают поведение особых частиц и/или ионов с помощью дифракции электронов низкой энергии. Электронно-стимулируемая десорбция используется в качестве получения информации о поверхности или для непосредственного обнаружения покидающей поверхность десорбированной частицы с помощью, например, масс-спектрометрии. Электроны низкой энергии (менее 500 эВ) используются для бомбардировки сверхчистых поверхностей, покрытых мономолекулярным слоем. Адсорбированные молекулы как в результате хемосорбции, так и физической адсорбции способны высвободиться с поверхности в виде ионов или нейтральных частиц. Этот метод способен определять прочность связей и структуру поверхности на атомном уровне. Количество выбитых посредством электронной бомбардировки нейтральных частиц и ионов в некоторых случаях довольно велико (10^{-2} молекул/электрон), следовательно, десорбция поверхности может быть большой.

Электронно-стимулируемая газовая десорбция, или атомная десорбция, была открыта при производстве электронных вакуумных трубок и использовалась для очистки металлических конструкций в стеклянной или металлической оболочке. Методика была разработана в качестве способа производственной очистки с использованием как тепловой десорбции, так и электронной бомбардировки. Этот процесс применялся, несмотря на слабое понимание физики и химии процесса десорбции. Например, очистка с электронной стимуляцией по-прежнему используется в вакууметрах для сверхвысокого вакуума, где она является единственным способом удаления загрязнений металлических деталей.

Бомбардировка электронным лучом, а также фотонное поглощение полимерами может привести к разложению материала в дополнение к электронно-стимулируемой десорбции поверхностных частиц [17, 19]. Эти материалы, как правило, не используются там, где они могут находиться под воздействием частиц высокой энергии. Для разрыва связи требуется энергия, близкая к прочности типичной межатомной связи. При соответствующих условиях материал может сильно разрушиться в результате кулоновского взрыва [17]. Тем же способом электронная бомбардировка может разрывать связи, приводя к фрагментации молекулы, которая затем вылетает в вакуум.

Ионно-стимулируемая десорбция адсорбированных частиц аналогична десорбции, вызванной электронным пучком. Интенсивность десорбции в этом случае выше, чем при бомбардировке электронами в результате увеличения массы частиц. Этот вид десорбции связан с напылением материалов с использованием достаточно большой энергии (см. далее). Как правило, для того чтобы началась десорбция, энергия должна быть выше пороговой энергии для напыления (~ 10 эВ). При более высокой энергии получают молекулярные фрагменты, которые могут высвободиться из адсорбата. Этот режим имеет место при статической вторичной ионной масс-спектрометрии, используемой при анализе поверхности материалов (см. гл. 5). Бомбардировка ионами является широко распространенным методом, который ис-

пользуют для повышения давления рядом с дегазируемым вакуумметром. Очистка в тлеющем разряде кислорода широко используется для субстрага, вакуумной камеры и арматуры. В этом случае поверхность бомбардируют ионами кислорода и нейтральными частицами.

1.8.13. Газовыделение из поверхностей

Описанные процессы — испарение, термическая десорбция, фотоактивация, электронно- и ионно-стимулируемая десорбция, а также дегазация посредством диффузии (или проницаемости) — приводят к натеканию газа в вакуумную систему при откачке, начиная с атмосферного давления. О'Ханлон называет объем камеры, поверхностную десорбцию, диффузию и проницаемость в качестве факторов, ограничивающих быстроту откачки вакуумной камеры. В зависимости от них следует выстраивать последовательность процесса откачки (см. рис. 11).

Литература

1. J. F. O'Hanlon. *A User's Guide to Vacuum Technology* (Wiley Interscience, New York, 1980).
2. H. Turnbull, R. S. Barton, and J. C. Riviere. *An Introduction to Vacuum Technique* (Wiley, New York, 1962).
3. L. Ward and J. B. Bunn. *Introduction to the Theory and Practice of High Vacuum Technology* (Butterworth's, London, 1967).
4. G. F. Weston. *Ultra High Vacuum Practice* (Butterworth's, London, 1985).
5. G. L. Weissler and R. W. Carlson. *Vacuum Physics and Technology* (Academic Press, 1979).
6. A. W. Adamson. *Physical Chemistry of Surfaces* (Wiley Interscience, New York, 1994).
7. G. A. Somorjai. *Introduction to Surface Chemistry and Catalysis* (Wiley Interscience, New York, 1994).
8. G. L. Weissler and R. W. Carlson (eds.). *Vacuum Physics and Technology*, Vol. 14 of *Methods of Experimental Physics* (Academic Press, San Diego, CA, 1979).
9. S. Roy Morrison. *The Chemical Physics of Surfaces* (Plenum Press, New York, 1978).
10. R. Gomer. *Field Emission and Field Ionization* (Harvard Univ. Press, Cambridge, MA, 1961).
11. J. H. de Boer. *The Dynamical Character of Adsorption* (Oxford Univ. Press, New York, 1953).
12. S. Brunauer. *The Adsorption of Gases and Vapors*, Vol. 1. (Princeton Univ. Press, Princeton, NJ: 1945); S. Brunauer, P. H. Emmett, and E. Teller, *J. Am. Chem. Soc.*, 60, (1938) 390.
13. For example, see, J. Crank. *The Mathematics of Diffusion* (Oxford Univ. Press, London, 1970); D. Gupta in *Diffusion Phenomena in Thin Films and Microelectronic Materials*, edited by D. Gupta and P. S. Ho (Noyes, Park Ridge, NJ, 1988), Chap. 1.
14. T. E. Madey. Radiation damage in auger electron spectroscopy and x-ray photoelectron spectroscopy, in *Analytical Electron Microscopy*, edited by D. C. Joy (San Francisco Press, San Francisco, 1987), pp. 345—349.
15. T. E. Madey and John T. Yates, Jr. *J. Vac. Sci. Technol.*, 8 (1971) 525.
16. D. A. King. *Surf. Sci.*, 47 (1975) 384; M. W. Roberts and C. S. McKee. *Chemistry of the Metal-Gas Interface* (Clarendon Press, Oxford, 1978).
17. T. A. Carlson. The coulomb explosion and recent methods for studying molecular decomposition, in *Desorption Induced by Electronic Transitions DIET*, edited by N. H. Tolk, M. M. Traum, J. C. Tully, and T. E. Madey (Springer-Verlag, Berlin, 1983).
18. A. Berman. Water vapor in vacuum systems, *Vacuum*, 47 (1996) 327—332.
19. T. Kelen. *Polymer Degradation* (Van Nostrand Reinhold, New York, 1983), Chap. 7.

ГЛАВА 2

ПОЛУЧЕНИЕ ВАКУУМА

2.1. Общие сведения о вакуумных насосах

Марсбед Хабланиан

Varian Associates

2.1.1. Классификация вакуумных насосов

В нормальных условиях для создания вакуума требуется удаление газов, содержащихся в атмосферном воздухе, из данного сосуда или камеры. Таким образом, технология высокого вакуума предполагает разрежение атмосферы на 15 порядков (от 10^3 до 10^{-12} мбар). Процесс был бы относительно прост, если бы стенки камеры не содержали адсорбированных и растворенных газов. Постоянное газовыделение окклюдированных и адсорбированных газов обычно делает необходимым постоянную откачку, даже если высокий вакуум должен поддерживаться только внутри камеры, в частности в пространстве между двойными стенками термоса. После откачки запаянное пространство должно содержать какие-либо средства удаления газов, например химически активные металлические пленки.

Существует несколько основных способов удаления воздуха (или другого газа) из пространства вакуумной камеры.

1. Газ может удаляться посредством изменения объема газа с помощью насосов с возвратно-поступательным и вращательным движением поршней, вращающимися лопастями, шестернями, кулачками, шнеками с зацеплением, спиральными камерами и т. д.
2. Другой способ заключается в частичном вытеснении газа или передаче ему импульса от быстро движущихся поверхностей (роторов или турбины), высокоскоростной струи пара или движущейся жидкости (эжектора).

В этих вакуумных насосах используются механические методы перемещения газа, который сжимается и выбрасывается в атмосферу. Поэтому данные типы насосов называются *газоперекачивающими*.

Работа других типов вакуумных насосов, приведенных ниже, основана на физико-химических способах создания вакуума, поэтому их называют *поглощающими*.

3. Вакуум может также создаваться путем охлаждения газа до температуры, при которой газ либо переходит в твердую фазу, либо может адсорбироваться поверхностью специального пористого материала.
4. Газ может удаляться из объема посредством химической реакции, в результате которой получается твердый продукт.
5. Наконец, газ ионизируют и удаляют из объема либо посредством действия электромагнитных полей, либо путем внедрения молекул газа в твердую поверхность насоса благодаря высокой скорости в поле высокого напряжения.

Слово «насос», обычно ассоциируемое с жидкостями, в технологии высокого вакуума имеет всего лишь историческое значение. Газоперекачивающие насосы можно назвать «компрессорами для создания разрежения», а газопоглощающие насосы — «конденсаторами».

Как правило, нелегко сконструировать одно устройство откачки, которое бы эффективно функционировало в условиях изменений плотности среды в пределах 15 порядков. Все устройства откачки имеют диапазоны давления или плотности, в которых они характеризуются эффективностью работы, размером, весом, уровнем шума, стоимостью и т. д. Обычно для получения высокого вакуума используются два насоса с различными принципами действия. Они могут быть легко сконструированы в виде комбинации низковакуумных и высоковакуумных насосов. Низковакуумные насосы используются для удаления основной части газа из камеры (газа, который находился в пространстве или объеме), а высоковакуумные насосы — для поддержания вакуума путем удаления газа, натекающего с поверхностей. В общем случае можно сказать, что эти два типа вакуумных насосов работают в условиях вязкостного и молекулярного потоков.

По сравнению с обычным компрессором, который работает при давлении, близком к атмосферному, поток газа в условиях высокого вакуума характеризуется большим объемом, малой массой, высокими перепадами давления между откачиваемым объемом и внешней средой и низкими перепадами давлений внутри вакуумной системы. Перемещение молекулярного потока создает дополнительные сложности. Во-первых, в условиях молекулярного потока перепады давлений очень невелики (хотя обычно присутствуют значительные градиенты плотности). Так, например, отдельные молекулы входят в насос не под действием пониженного давления, а в результате своего нормального теплового движения. Поэтому когда молекулы отскакивают от поверхности, они с равной вероятностью могут перемещаться как к насосу, так и от него. Дополнительная сложность с откачкой молекулярного потока заключается в различном поведении молекул разных газов, присутствующих в смеси. Из-за отсутствия столкновений между молекулами откачка происходит при различной скорости действия насосов и степенях сжатия.

Отсутствие градиентов давления создает более низкие значения максимально возможного объемного потока через отверстия. При вязкостном режиме объемный поток почти в 2 раза выше молекулярного потока (для воздуха при комнатной температуре приблизительно $20 \text{ л/(с} \cdot \text{см}^2)$ и $11,6 \text{ л/(с} \cdot \text{см}^2)$ соответственно). Как правило, если диаметр отверстия меньше или равен средней длине свободного пути, объемный поток может составлять $11,6 \text{ л/(с} \cdot \text{см}^2)$ [1]. Также в условиях молекулярного потока могут существовать относительно высокие сопротивления внутри довольно короткого элемента вакуумной системы. Например, обычное колено может создавать 50%-ное снижение объемного потока по сравнению со снижением вязкостного потока, составляющим всего несколько процентов. Поэтому проводимость каналов высоковакуумной системы играет большую роль. Понятие проводимости (вместо коэффициентов сопротивления или трения в обычной гидродинамике) подробно описано в подразделе 2.4 и гл. 1.

Проводимость обычно измеряется в литрах в секунду (л/с). Однако правильнее было бы измерять ее в $\text{Торр} \cdot \text{л/с}$ производительности насоса на Торр перепада давления.

2.1.2. Перемещение потока газа

Фактическое количество газа, проходящее через канал или насос, нельзя определить по объемному потоку, если неизвестна его плотность δ . Более важной величиной является массовый

поток, выражаемый в таких единицах, как грамм в секунду. Перевод объемного потока в массовый поток легко сделать с помощью хорошо известных соотношений газовых законов:

$$PV = RT; \quad (1)$$

$$Q = V \cdot \delta,$$

где P — давление; R — газовая постоянная; T — абсолютная температура; Q — массовый поток; δ — плотность газа.

Однако эти соотношения могут потерять свое обычное значение, когда газ будет приближаться к режиму молекулярного потока в высоковакуумных системах. Совсем непросто перевести поток газа, измеряемый в граммах в секунду, в литры в секунду для газа, не имеющего изотропного распределения скоростей (немаксвеллов газ). По этой причине при создании большинства высоковакуумных систем большая точность часто является невозможной.

Поскольку массовые потоки имеют очень низкую величину, традиционно используется термин «поток газа» вместо «массового потока». При этом делается допущение о том, что воздействием теплопередачи можно пренебречь и что газ быстро адаптируется к температуре сосуда или канала откачки. При постоянной температуре поток газа измеряют в мм рт. ст.·л/с. Поток газа просто представляется в виде произведения давления и быстроты откачки сосуда ($Q = Sp$) для любой данной точки (плоскости поперечного сечения).

По большей части аналитическое рассмотрение молекулярного потока, содержащееся в учебниках по вакуумной технике, связано с неконденсируемыми газами в условиях стационарного потока. Поверхностные эффекты, регулирующие нестационарный поток конденсируемых газов, оказывают незначительное воздействие на течение O_2 , N_2 и т. д. при нормальных температурах окружающей среды, поэтому ими часто пренебрегают. (Подробное рассмотрение приводится Левиным [2].) Обычно пары с более высокой молекулярной массой вызывают много трудностей, но при комнатной температуре трудно работать также с водяным паром и даже с такими летучими веществами, как ацетон или спирт. Например, если мы попытаемся измерить быстроту откачки водяного пара высоковакуумным насосом, то обязательно должны учитывать имеющуюся площадь поверхности для испарения жидкости, тепловой поток, необходимый для испарения, температуру трубопроводов, по которым пар перемещается в насос и т. д. Даже тогда трудно разделить количество водяного пара, фактически откачиваемого насосом, и количество пара, которое адсорбируется внутри холодных впускных зон. Например, для обнаружения паров рабочей жидкости насоса в подверженной термической обработке системе может потребоваться неделя, если использовать вакуумметр (с входным трубопроводом длиной 4 см, диаметром 2 см), или две-три недели при использовании масс-спектрометра. В таких случаях термическая обработка является неизбежной.

В условиях молекулярного потока молекулы газа сталкиваются редко и поэтому перемещаются независимо друг от друга. Молекула натекающего или испаряющегося газа с равной вероятностью может перемещаться как к насосу, так и от него. Существует градиент молекулярной концентрации (числа молекул) в направлении насоса, но для конденсируемых газов даже этот параметр не является постоянным, поскольку распределение температуры может оказывать большее влияние на поток газа, чем присутствие насоса.

Часто делается допущение о том, что в высоком вакууме остаточными столкновениями между молекулами газа (или пара) можно полностью пренебрегать. Это не всегда так. Иногда

остаточные столкновения могут преобладать в прохождении барьеров, например криоловущек, молекулами определенных газов. Также, в некоторых случаях, введение одного газа в систему может сказаться на условиях потока другого газа. Например, в турбомолекулярных насосах можно снизить молекулярную концентрацию гелия, если ввести определенное количество аргона в насос [3].

2.1.3. Технические характеристики вакуумных насосов

Эффективность работы вакуумного насоса или компрессора можно охарактеризовать и измерить несколькими способами в зависимости от интересующего параметра. Базовыми параметрами являются быстрота действия насоса, массовый поток (обычно называемый производительностью насоса), степень сжатия и перепад давлений (между выпуском и впуском). Отношения между этими параметрами можно представить несколькими способами. Например, можно построить график зависимости давления от потока или потока от давления, где поток может быть либо объемным (быстрота откачки), либо массовым, а давление может быть выражено в виде соотношения давления внутри и снаружи вакуумной системы или перепада давлений внутри системы. Акцент может быть сделан на впускном давлении или выпускном давлении и т. д.

Наиболее распространенным традиционным представлением эффективности работы насоса всегда была зависимость быстроты действия от впускного давления. Это несколько неудачный выбор, поскольку он является противоположным широко распространенной практике в других технических областях. Это, как правило, приводит к смешению понятий зависимых и независимых переменных и не позволяет четко различать переходный диапазон и диапазон стабильного состояния эксплуатации. Высоковакуумные насосы обычно классифицируются по быстроте действия, наибольшему выпускному давлению, уровню вакуума (самому низкому возможному абсолютному давлению), наибольшей степени сжатия, наибольшей производительности

и некоторым вторичным характеристикам, связанным с загрязнением системы, вызванным насосом.

Когда эффективность работы вакуумного насоса (или компрессора) представлена в виде графика зависимости быстроты действия от впускного давления, основные ограничения эффективности работы могут быть представлены так, как показано на рис. 1. Если бы этот график имел угол 90° между прямыми, чтобы показать зависимость давления от быстроты действия, эта двухзначная функция сразу бы вызвала подозрения, поскольку она не похожа на обычное представление эффективности работы насоса и компрессора, встречающееся в машиностроении и гидрогазодинамике, где зависимость предела мощности опускается, так как не является показателем предполагаемой эффек-



Рис. 1. Основные ограничения эффективности работы насоса

тивности работы; иными словами, насос эффективно работает на пределе своей мощности. Однако при создании высокого вакуума переход от насосов, создающих предварительное разрежение, к высоковакуумным насосам происходит именно в этой области при условии, что максимальная производительность высоковакуумного насоса не превышена.

2.1.4. Быстрота откачки

В технологии высокого вакуума принято выражать поток газа в литрах в секунду. Это удобно в базовых вычислениях, если температура принимается постоянной. Существует две разных геометрии каналов, в которых определяются параметры потока ($Q = pS$). Первой является поток газа через отверстия (геометрия Кнудсена), второй — поток газа по трубопроводам. Параметры потока в этих условиях будут различными. В случае потока газа по трубопроводам давление и скорость измеряются в одном и том же поперечном сечении. В случае отверстия давление измеряется перед отверстием. Геометрия потока газа через отверстие показана на рис. 2. Проводимость отверстия C определяется как

$$Q = C(p_1 - p_2), \quad (2.2)$$

где p_1 и p_2 — давление перед и после отверстия; Q — поток газа (производительность насоса).

Если p_2 значительно меньше p_1 , мы можем говорить о величине потока через отверстие

$$S = C = Q/p_1 \text{ при } p_2 \ll p_1. \quad (2.3)$$

Обратите внимание на то, что p_1 измерено не рядом с отверстием, а на некотором расстоянии, где свойства газа можно считать изотропными.

На основе законов кинетической теории газов было получено, а затем подтверждено экспериментально значение максимальной быстроты действия. Для воздуха при комнатной температуре на каждый квадратный сантиметр площади отверстия (имеющего «нулевую» толщину) будет приходиться максимальная быстрота действия, равная приблизительно 11,6 л/с. При расчете количества молекул, бомбардирующих небольшую единицу площади (по сравнению с камерой) при данном давлении (измеренном на дальнем расстоянии), мы получаем ту же величину, равную 11,6 л/с. Обратите внимание на то, что значение 11,6 л/с — это перевод числа молекул в объем газа с плотностью, измеренной на большом расстоянии от отверстия.

Приведенные выше геометрии потока газа встречаются на практике. Часто геометрия системы представляет собой их сочетание. Для потока по трубопроводам и последовательно соединенным элементам более удобным является расчет быстроты откачки через поперечное сечение. Для камеры с небольшим отверстием следует рассматривать быстроту откачки через отверстие. Двойственность подходов приводит к различию между стандартами измерения быстроты откачки (стандарт 4/1 Американского вакуумного общества и стандарт 1607 Международной организации по стандартизации). Стандарт ISO и новая Рекомендуемая практика AVO рекомендуют использование быстроты откачки через отверстия и дают значения быстроты откачки на 10–15% ниже по сравнению со старым стандартом AVO. Оба стандарта

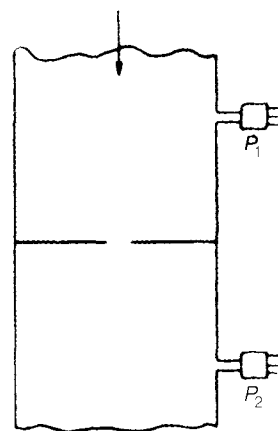


Рис. 2. Схема потока газа через отверстие

могут быть соотнесены друг с другом в зависимости от отношения отверстия к диаметру камеры [4].

Общая быстрота откачки системы или откачивающего трубопровода определяется с помощью стандартного измерительного колпака. Для того чтобы на основе этой величины получить быстроту откачки камеры, нужно учесть перепад давлений между центром камеры и впуском в насос. На практике эти измерения не имеют большого значения, можно сделать приблизительные расчеты путем сложения проводимостей последовательного соединения элементов между двумя точками резкого изменения их геометрии.

В случаях, когда существует ярко выраженная анизотропия свойств, понятие быстроты откачки теряет смысл. Рассмотрим воображаемый молекулярный поток с параллельными траекториями движения молекул (без столкновений), входящими непосредственно в насос. Вакуумметр, установленный на стенке камеры рядом с этим потоком, может не регистрировать его существование. В таких случаях значение $Q = pS$ не является очевидным. Ситуации данного характера могут возникать на практике.

2.1.5. Время откачки

Одним из основных соображений при конструировании высоковакуумных систем является время, необходимое для откачки сосуда до требуемого давления. Обычно это время находится в пределах от нескольких минут до нескольких часов. Однако в некоторых случаях необходимое время может составлять несколько секунд или несколько дней. Предсказание соотношения времени и давления посредством теоретических или экспериментальных методов является очень трудным делом из-за неопределенности, связанной со скоростями натекания газа с внутренних поверхностей сосуда (газовыделение газа или фактическое натекание).

Газовыделение из данного материала зависит от температуры, обработки поверхности, предыдущих воздействий и методов очистки. Таким образом, даже приблизительное прогнозирование времени откачки сосуда может быть крайне затруднительным, когда газовыделение становится значительным. Используя хорошо известные соотношения, применимые к более высоким значениям давления, конструктор может прогнозировать вид кривой давление — время в диапазоне от атмосферного давления до приблизительно 10^{-2} Торр. Иногда окончательные значения давления можно прогнозировать на основе данных о стабильном газовыделении (продолжительное время) и характеристик откачивающих устройств. Наибольший интерес часто представляют значения между этими двумя ситуациями. Ниже мы постараемся качественно оценить эти прогнозы.

2.1.5.1. Время откачки при постоянной быстройте откачки

В диапазоне давлений между 760 и 10 Торр быстрота действия низковакуумного насоса обычно остается постоянной. Распространенным является 10%-ное уменьшение быстроты действия на каждые 10 Торр по сравнению с быстротой действия при атмосферном давлении. Если обратиться к рис. 3, то процесс откачки может быть представлен посредством следующего соотношения:

$$-Vdp/dt = Sp, \quad (4)$$

где V — объем сосуда, dp/dt — скорость изменения давления, S — быстрота откачки.

Физическое значение уравнения (4) может быть понято, если заметить, что его левая часть представляет собой количество газа, выходящее из камеры (знак минус указывает на умень-

шение давления), а правая — количество газа, входящего в насос. Важно отметить, что решение этого дифференциального уравнения будет зависеть от места измерения давлений p_1 , p_2 или p_3 . В противном случае для того, чтобы иметь смысл, уравнение должно иметь то же значение давления по обе стороны знака равенства. Таким образом, уравнение может быть использовано в качестве абстрактного определения быстроты откачки для данной камеры, системы откачки и местоположения вакуумметра.

Если эту быстроту откачки представить в виде зависимости от давления на впуске в насос в логарифмических координатах, мы получим прямую линию в области, где быстрота откачки будет постоянной. Угол наклона этой линии представляет отношение быстроты откачки к скорости снижения давления в камере ($S = \Delta \ln p / \Delta t$).

Время откачки из уравнения (4) при постоянном объеме и быстроте откачки

$$t = (V/S) \ln(p_0/p), \quad \text{или} \quad t = 2.3(V/S) \log(p_0/p), \quad (5)$$

где p_0 — это начальное давление; p — остаточное давление.

Данное уравнение дает адекватно точные значения через несколько секунд после начала откачки и до тех пор, пока не будет достигнуто давление, приблизительно равное 10 Торр. При более низких значениях давления газовыделение становится значительным, и время откачки увеличивается. Как правило, рекомендуется умножать значения, полученные из уравнения (5), приблизительно на 1,5 на каждые 5—10 Торр, на 2 на каждые $(0.5 - 5) \cdot 10^{-2}$ Торр, и на 4 на каждые $5 \cdot 10^{-2} - 10^{-3}$ Торр для учета газовыделения.

Для быстрой откачки малых объемов (таких как шлюзы) уравнение не будет давать точных результатов в силу сложности геометрии, проводимости и объема каналов откачки, а также переходных эффектов внутри самого насоса. Если необходимое время откачки меньше 10 с, можно использовать экспериментальные измерения.

2.1.5.2. Время откачки при постоянном потоке газа

При постоянном потоке газа уравнение (4) приобретет следующий вид:

$$t = (V/S)(p_0 - p). \quad (6)$$

Этот случай не является интересным с технологической точки зрения, но он имеет место в узком диапазоне давлений $10 - 10^{-3}$ Торр, в некоторых системах откачки. Этот период является обычно коротким, например менее 10 с.

2.1.5.3. Время откачки при проницаемости

При выводе уравнения (3) мы пренебрегли возможностью просачивания и десорбции газа. Если натекание газа после «бесконечной» откачки составляет $Q = Sp$, то введение этого члена в уравнение (3) позволяет получить следующее

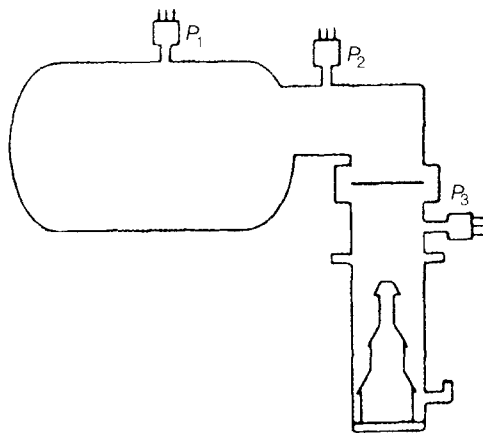


Рис. 3. Камера с системой откачки и указанием трех возможных мест размещения вакуумметров

$$-Vdp/dt + Q = Sp \quad (7)$$

с соответствующим решением

$$t = (V/S) \ln(p_0 - p)/(p - p). \quad (8)$$

Натекание газа после продолжительного времени откачки с быстротой Q может быть вызвано проницаемостью и газовыделением с постоянной скоростью, конечной проницаемостью стенок сосуда или любым сочетанием этих факторов.

Если после продолжительного периода откачки внешняя проницаемость значительно больше поверхностного газовыделения, давление, установленное в камере, просто выражается отношением скорости натекания к быстройте действия

$$p = Q_{\text{натек}}/S \text{ (Торр)}. \quad (9)$$

2.1.5.4. Время откачки при газовыделении

Для качественной оценки скорость газовыделения с поверхности в высоком вакууме может быть представлена следующим образом

$$Q = Q_0 \exp(-t/\tau), \quad (10)$$

где Q_0 — первоначальный поток выделяющегося газа; t — время откачки; τ — угол наклона графика зависимости газовыделения от времени, который принимается постоянным [5].

Для соответствия экспериментальным кривым газовыделения могут использоваться два экспоненциальных члена, в частности $Ae^{at} + Be^{-bt}$. Суммарный поток выделяющегося газа Q может быть выражен в виде qA , где A — это площадь поверхности, из которой происходит газовыделение. Общее дифференциальное уравнение, описывающее быстроту откачки сосуда, можно тогда записать следующим образом:

$$-Vdp/dt + Q + Q_0 \exp(-t/\tau) = Sp. \quad (11)$$

Выражение для времени откачки приобретает следующий вид:

$$t = \frac{V}{S} \ln \frac{(P_0 - P) - Q_0/(S - V/\tau)}{(P_1 - P) - [Q_0/(S - V/\tau)] \exp(-t/\tau)}. \quad (12)$$

Выражение для снижения давления со временем:

$$P = (P_0 - P) \exp(-St/V) + [Q_0/(S - V/\tau)] [\exp(t/\tau) - \exp(-St/V)] + P. \quad (13)$$

Первые части последних двух уравнений могут быть признаны решениями, если газовыделением можно пренебречь.

В области высокого вакуума не существует обратной пропорциональности между быстротой и временем откачки, которая имеет место при более высоких значениях давления. С помощью уравнения (13) можно показать, что для обычной системы с вакуумным колпаком придется увеличить быстроту откачки в 6 или 7 раз, чтобы сократить время в 2 раза. Однако при газовыделении большой насос способен поддерживать низкое рабочее давление, величина которого будет обратно пропорциональна скорости откачки.

Скорости газовыделения различных материалов могут колебаться в пределах многих порядков. Адсорбированные частицы, в частности вода, могут существовать на обычных поверхностях в виде 10–100 мономолекулярных слоев. Свойства таких пленок в большей степени за-

висят от температуры и энергии связей. Можно считать, что скорости газовыделения многих веществ колеблются в экспоненциальной зависимости от температуры. Наиболее возбужденными являются частицы с энергией адсорбции от 15 до 25 ккал/моль. Ниже этой величины газовыделение происходит быстрее. Выше 25 ккал/моль десорбция материала в вакуумное пространство создает парциальное давление ниже 10^{-11} Торр. Обычные зависимости проводимости нельзя применить к газам в температурных режимах, в которых они адсорбируются.

Если вернуться к уравнению (13), то можно отметить, что во многих обычных системах при откачке в области высокого вакуума

$$p \ll p_0 \quad \text{и} \quad V/\tau \ll S$$

и выражение для снижения давления можно упростить до следующего вида:

$$p - p_- = p_0 e^{-(S/\tau)t} + (Q_0/S)(e^{-t/\tau} - e^{-(S/\tau)t}). \quad (14)$$

Когда интересующее нас время непрерывной откачки находится в пределах от 1 до 10 часов, мы можем сказать, что $e^{-(S/\tau)t} \ll e^{-t/\tau}$, и решение уравнения упрощается еще больше:

$$p = (Q_0/S)e^{-t/\tau} + p_-. \quad (15)$$

Эта зависимость показывает, что на снижение давления главное воздействие оказывает снижение газовыделения со временем. Величина Q_0 — это первоначальный поток газа, для выделения которого может потребоваться значительное время. Одна возможность заключается в том, чтобы использовать период времени, соответствующий тому отрезку кривой давление—время, который начинает отклоняться от прямой линии. Начало этого отклонения зависит от конкретной скорости газа выделения и площади поверхности в условиях вакуума. Таким образом, процесс откачки может быть разделен на две части: период низкого вакуума, где основное влияние оказывает объем, и период высокого вакуума, где время откачки зависит от площади внутренней поверхности вакуумной камеры.

2.1.6. Предельное остаточное давление вакуумного насоса

Предельное остаточное давление высоковакуумного насоса в системе достигается, когда дальнейшая откачка приводит только к незначительному снижению давления. Суммарное остаточное давление состоит из значений парциальных давлений различных газов, присутствующих в системе. В объемных насосах, например низковакуумных, быстрота откачки для различных газов приблизительно является одинаковой. Однако в условиях молекулярного потока в высоковакуумном насосе удаление каждой частицы газа происходит с разной быстротой, поэтому предельное остаточное давление представляет собой сумму парциального давления различных газов, равную отношению натекания выделяющегося газа (потока газа) к быстроте действия насоса. Кроме того, предельное остаточное давление включает в себя элементы, связанные с самим насосом — давление паров рабочей жидкости или масла. Как правило, предельное остаточное давление насоса достигается, когда устанавливается равновесие между количеством газа, входящим в насос, и количеством газа, выходящим обратно (обратный поток).

2.1.6.1. Предельное остаточное давление насоса и вакуумной системы

Следует проводить четкое различие между предельным остаточным давлением насоса и предельным остаточным давлением соединенной с ним вакуумной системы. Натекание газа во всей системе часто на порядок выше внутреннего газовыделения в насосе, поэтому в системе

можно и не достичь величины предельного остаточного давления насоса. Обычно данные об эффективности работы насоса приводятся для минимального объема и площади поверхности на впуске в насос. Кроме величины натекания газа, проводимость впускных каналов будет также влиять на остаточное давление системы.

Достижение предельного остаточного давления в системе редко является главной целью. При некоторых видах работ минимальное парциальное давление одного газа, в частности паров масла, может иметь критическое значение, в то время как более высокие значения давления других газов будут менее важны. Если после откачки внутри сосуда должна быть выполнена определенная работа, обычно это приводит к дополнительному газовыделению. Поэтому если при данном давлении нужно произвести процесс или эксперимент, предельное остаточное давление системы должно быть ниже. Удобным и очень приблизительным правилом для работы, создающей низкое газовыделение, является задание конечного давления системы в 10 раз ниже, чем нужно для проведения процесса.

В целом впускное давление высоковакуумного насоса может выражаться в виде суммы парциальных давлений различных газов и предела степени сжатия:

$$p_1 = \left(\sum \frac{Q_i}{S_i} \right)_{\text{ext}} + \left(\sum \frac{Q_i}{S_i} \right)_{\text{int}} + \sum \frac{p_{2i}}{K_i}, \quad (2.16)$$

где p_1 — это впускное давление, Q_i — потока газа (производительность насоса) для конкретного газа, p_{2i} — парциальное давление конкретного газа на выпускной стороне насоса, а K_i — предельная степень сжатия для конкретного газа.

Первое слагаемое представляет собой проницаемость газа извне, второе — газовыделение с поверхностей впускной секции насоса. Предельному остаточному давлению насоса (не системы!) соответствуют два последних слагаемых. Однако не будет преувеличением сказать, что производители и потребители вакуумных насосов традиционно игнорировали последнее слагаемое в течение почти 100 лет. Это, безусловно, справедливо для механических и пароструйных насосов (так называемых диффузионных насосов). Влияние степени сжатия и предельных остаточных давлений, как правило, рассматривается только для турбомолекулярных насосов, созданных сравнительно недавно. Для газопоглощающих насосов слагаемое, выражающее степень сжатия, должно быть заменено количеством откачанных десорбированных молекул.

Не зная состав газа и предельной степени сжатия для каждого газа, присутствующего в системе, как правило, невозможно определить, от чего зависит остаточное давление в вакуумной системе.

В силу огромного диапазона давлений при откачке вакуумной камеры, начиная от атмосферного давления до сверхвысокого вакуума, не представляется возможным по практическим соображениям выполнить необходимую откачку с помощью одного насоса. Как правило, последовательно соединяют по крайней мере два насоса. Для того чтобы понимать влияние работы этих насосов на впускное давление, необходимо знать не только общее давление, установившееся в канале между двумя насосами, но также парциальные давления различных газов. Однако, даже если бы на выпуске насоса измерялось парциальное давление, нелегко было бы сделать выводы на основании известных параметров эффективности работы насоса.

Большинство высоковакуумных насосов не работают полностью в диапазоне молекулярного потока. Поэтому взаимодействие газов может происходить уже внутри насоса, предсказать эти процессы не так легко на основании первичных данных эффективности работы. Даже

если степени сжатия известны для конкретного насоса и газа, присутствие второго газа может изменить ожидаемые значения предельной степени сжатия. Поэтому очень важно, чтобы специалист по высоковакуумной технике был в курсе различных воздействий, обычно не приводимых в технических бюллетенях или учебниках по технологии высокого вакуума, и знал технические характеристики конкретного насоса и детали его конструкции. Традиционные рекламные спецификации эффективности работы насоса не дают полную картину. Например, в них не приводится никакой информации о влиянии выпускного давления на эффективность работы насоса.

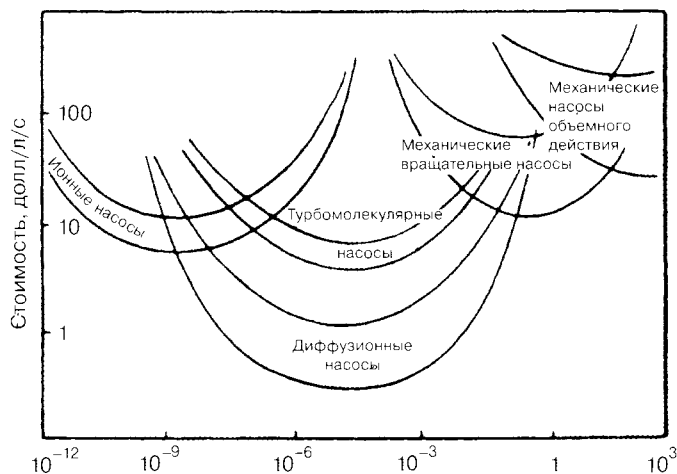
2.1.7. Откачка форвакуумными и высоковакуумными насосами

Техника создания высокого вакуума рассматривает условия очень широкого диапазона давлений или плотности газов. Обычно процесс откачки начинается при атмосферном давлении и затем продолжается до создания высокого или сверхвысокого вакуума. В многоступенчатой системе откачки при атмосферном давлении и в условиях высокого вакуума будут применяться разные насосы. Даже если в принципе данный метод откачки мог бы использоваться на протяжении всего диапазона давления, такая попытка была бы нецелесообразной с точки зрения размера, веса или стоимости оборудования (рис. 4).

Наиболее распространенная схема откачки для получения высокого вакуума состоит из механического насоса объемного действия для создания первоначального разрежения, за которым следует высоковакуумный насос. Часто используются параллельные и последовательные схемы. Для первоначального разрежения используются одни механические насосы, а для получения высокого вакуума два типа насосов соединяются последовательно. В такой системе газ поступает в оборудование откачки при высоком вакууме и выпускается при атмосферном давлении последним насосом. В некоторых случаях система после откачки запаивается, тем самым прекращается процесс откачки; в других откачка непрерывно применяется для компенсации газовыделения в вакуумной камере.

В газопоглощающих насосах (сорбционных и в особенности в геттерно-ионных насосах) откачанный газ в атмосферу не выпускается. Очевидное преимущество этой схемы — изоляция от среды высокого давления, а недостаток — ограничение поглощаемого газа или необ-

Рис. 4. Качественная диаграмма диапазонов давления, в которых использование различных насосов является наиболее экономичным



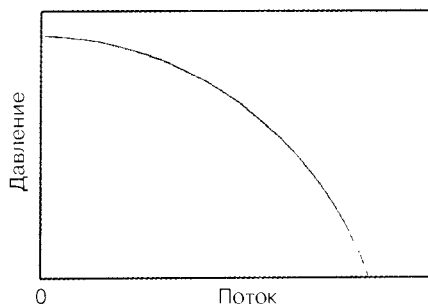


Рис. 5. Качественная зависимость давление—поток (производительность) для большинства компрессоров или насосов.

ходимость периодической регенерации или замены в случае геттерно-ионных насосов.

Эффективность работы насосов и компрессоров связана с факторами потока и давления. При соответствующих допущениях по размеру, мощности, характеристикам откачиваемой жидкости/газа, эффективность работы таких устройств соответствует зависимости поток—давление, представленной на рис. 5.

Для работы в условиях высокого вакуума необходима как большая быстрота откачки системы, так и высокий перепад давлений от впуска к выпуску. Быстрота действия насоса связана с его размером. Таким образом, для данного размера перепад давлений необходимо увеличить как можно больше. Механические вакуумные насосы, пароструйные насосы и турбомолекулярные насосы создают перепады давлений свыше 1 миллиона к 1. Это можно сравнить с воздушными компрессорами промышленного завода, автомобильными двигателями или компрессорами самолета, не превышающими степень сжатия 10 к 1. Очевидно, что для создания высоковакуумных насосов требуются специальные конструкции, а для создания высокого вакуума — знания технических и эксплуатационных характеристик подобных устройств.

2.1.8. Вакуумные насосы и вакуумная система

Существует два основных способа снижения давления или времени, необходимого для откачки камеры: увеличение быстроты откачки или уменьшение скорости газовыделения. В некоторых случаях будет дешевле предусмотреть дополнительные насосы, а не пытаться сокращать газовыделение. Это зависит от степени вакуума и других технологических требований. Для систем очень низкого давления или сверхвысокого вакуума дегазация является единственным возможным подходом. Полезно уточнить следующие моменты, прежде чем задавать технические характеристики вакуумной системы или ее конструкцию. Производительность вакуумной системы при данном давлении обычно имеет большее значение, чем предельное остаточное давление; быстрота откачки камеры имеет большее значение, чем быстрота действия насоса; увеличение количества насосов в области высокого вакуума не обязательно уменьшает время откачки в той же самой пропорции; хорошо подобранные насосы, рабочие среды, перегородки и ловушки могут уменьшить или ликвидировать проблемы загрязнения; требования быстрой откачки приводят к удорожанию системы; продолжительное воздействие атмосферных условий на камеру увеличит скорость последующего выделения газа; не следует пренебрегать предшествующей термической обработке камеры и распределением температур до и во время откачки; площадь поверхности вакуумной камеры имеет большее значение (при высоком вакууме), чем объем.

2.1.8.1. Отношение площади поверхности к объему

Как правило, в условиях высокого вакуума на стенках вакуумной камеры адсорбируется больше газа, чем присутствует в пространстве. Это, конечно, зависит от размера камеры. Для маленьких устройств отношение площади поверхности к объему выше, как и отношение площа-

ди поверхности к скорости откачки. Поэтому в высоковакуумных системах диаметром, например, 5 см, не так легко создать предельное остаточное давление, как в системах диаметром 10 или 20 см.

То же самое можно сказать о других источниках газа. Скорость действия возрастает приблизительно пропорционально квадрату диаметра насоса, а находящаяся под воздействием площадь прокладок и связанное с ними газовыделение возрастают по линейному закону. Таким образом, относительно легко получить высокий вакуум в больших камерах (диаметром до 10 м). В таких случаях низковакуумная система может быть дорогостоящей частью из-за ее зависимости от объема.

В лабораторной системе насосы диаметром 15—20 см обычно являются более удобными для работ с низким остаточным давлением, даже если не требуется большая скорость откачки.

2.1.8.2. Откачка камеры

Вакуумные насосы используются для двух несколько отличных друг от друга операций. Первая операция предполагает удаление газа (обычно воздуха) из сосуда, другая — поддержание остаточного давления при данном газовыделении. Трудно выбрать правильный размер насоса с какой-либо степенью точности для обоих видов применения, когда требуемое давление находится в области высокого вакуума. В первом случае это связано с неопределенностью скоростей газовыделения из поверхности, которые зависят от температуры, влажности во время воздействия атмосферы и присутствия адсорбированных газов в стенках камеры. Водяной пар является обычной проблемой. Во втором случае газовыделение является неопределенной величиной в силу колебания содержания газа в материалах и вариаций технических параметров. Например, когда для испарения используются электронные лучи, распределение мощности в фокусном пятне непросто воспроизвести. Это может создавать колебания степени нагревания поверхностей рядом с электронной пушкой.

В качестве очень приближенного правила для испарения, плавления, сварки или напыления металлов на каждый киловатт мощности, используемой для процесса, необходимо предусмотреть скорость откачки, равную 100 л/с.

Как правило, вы не ошибетесь, если будете использовать большой насос. Распространенной практикой является применение пароструйного насоса диаметром 25 см в большой системе с вакуумным колпаком для получения скорости откачки системы, превышающей 1000 л/с. Тридцать лет назад скорость откачки составляла только 500 л/с. Эти различия не имеют значения для улучшения времени откачки системы, но они помогают поддерживать более низкие значения остаточного давления. Что касается времени откачки, разница между насосами диаметром 15 или 25 см является едва ли заметной. Когда учитывается выделение газа, время откачки не является обратно пропорциональным скорости откачки, как можно было бы ожидать, исходя из опыта при более высоких значениях давления. Однако при быстром газовыделении технологическое давление и скорость откачки часто находятся в обратной зависимости.

В некоторых случаях, в частности при напылении материалов, становится важен максимальный поток газа, потому что с точки зрения технологического процесса, может быть, необходимо иметь определенный поток аргона в системе. На первых этапах откачки высокая скорость откачки будет иметь меньшее значение. В некоторых случаях систему откачивают при полностью открытом клапане насоса до данного базового давления и затем дросселируют,

чтобы получить давления аргона и быстроту откачки, соответствующие спецификациям без превышения допустимой производительности насосов. После снижения быстроты откачки возможно увеличение уровня загрязнений в системе.

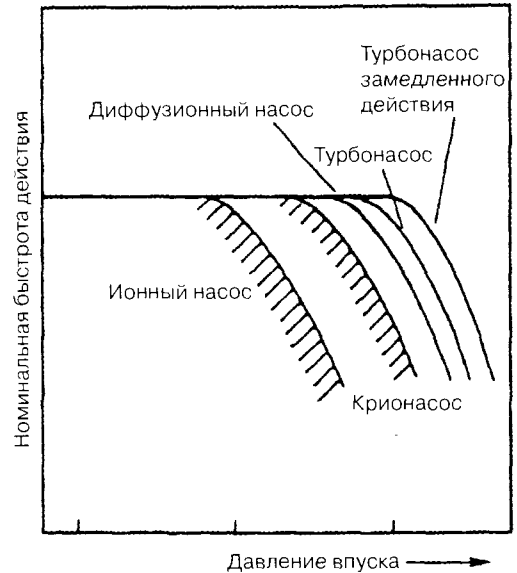
2.1.8.3. Выбор насоса

В настоящее время для первичной откачки (разрежения) вакуумного сосуда используются разные механические насосы. Наиболее распространенными являются пластинчатороторные и поршневые насосы объемного действия, в которых узкие пространства между движущимися и неподвижными частями герметизируют маслом. Присутствие герметизирующего и смазочного масел уменьшает внутренние перетечки с выпускной стороны насоса. Масло также заполняет так называемое мертвое пространство под выпускным клапаном. Это позволяет достигать в таких насосах высоких степеней сжатия. Они создают выпускные значения давления, равные 10^{-2} Торр при одной ступени и 10^{-4} Торр при наличии двух ступеней. Когда присутствие масла нежелательно, могут использоваться разнообразные безмасляные насосы. Они обычно ограничиваются самым низким выпускным давлением, равным приблизительно 10^{-2} Торр. Такими насосами могут быть многоступенчатые поршневые и вращательные роторные насосы (или другие насосы вращательного типа), спиральные насосы или винтовые насосы.

В настоящее время для достижения высокого вакуума после первоначального разрежения используются четыре различных типа насосов: геттеро-ионные (ионно-испарительные) насосы, крионасосы, масляные пароструйные насосы (или диффузионные насосы) и турбомолекулярные насосы различных конструкций.

1. *Гетеро-ионные насосы* функционируют, обеспечивая химическую реакцию молекул газа с испаряющимися или предварительными напыленными металлическими пленками (обычно титановыми геттерами), а также их ионизацию и последующую хемосорбцию поверхностями электродов. Они больше всего подходят к системам, которые редко имеют выход в атмосферу. Поскольку это газопоглощающие насосы, они не могут использоваться при большом газовыделении. Эти насосы в основном применяют для откачивания вакуумных трубопроводов и проведения долгосрочных экспериментов. В них не используются смазочные масла.
2. *Крионасосы*, как свидетельствует название, замораживают газ на холодных поверхностях путем конденсации и криосорбции. Крионасосы свободны от масла и имеют высокую быстроту действия, в частности для водяного пара. Они являются газопоглощающими насосами и, следовательно, требуют частой регенерации для сброса захваченных газов. Это может представлять собой проблему при откачке опасных газов, поскольку со значительным количеством взрывоопасного или токсичного газа трудно обращаться в условиях аварийного отключения.
3. *Пароструйные насосы* функционируют за счет перемещения молекул газа, которые увлекаются высокоскоростным потоком пара (обычно используют вещества с низким давлением паров, подобные маслам). Преимущество пароструйного насоса заключается в том, что он может откачивать широкий спектр разнообразных газов, включая редкие газы, такие как гелий, которые трудно удалить с помощью крионасосов или обычных турбомолекулярных насосов. Пароструйные насосы позволяют получить очень высокую быстроту действия. Основной недостаток заключается в том, что в случае неправильной эксплуатации пары масел могут поступать обратным потоком в систему.

Рис. 6. Сравнение областей перегрузки у различных насосов. Заштрихованные участки на кривых для ионных и криогенных насосов отражают колебания массового потока



Для предотвращения такой миграции используются холодные ловушки, которые увеличивают быстроту откачки водяных паров.

4. *Насосы турбомолекулярного типа* обеспечивают откачивающее действие путем столкновений молекул газа с твердой поверхностью, движущейся с высокой скоростью (лопастями роторов или простых дисков или цилиндров). В этих насосах, как правило, не используются масла, они обеспечивают высокую быстроту действия для большинства газов. В силу точности своей конструкции эти насосы особенно подвержены загрязнению частицами. Турбомолекулярный насос может запускаться и выключаться быстрее крионасоса и диффузионного насоса, поэтому его использование имеет смысл при откачке систем, чувствительных к отказам насосов.

На рис. 6 показан приблизительный диапазон значений впускного давления, где такие насосы могут использоваться для непрерывной эксплуатации. В целях откачки без масла обычно используются крионасосы или турбомолекулярные насосы или насосы с магнитным уплотнителем, поддерживаемые сухими низковакуумными насосами.

Выбор высоковакуумных насосов не является таким же простым, как выбор механических насосов. Конструктивных решений для достижения данного давления за короткое время может оказаться недостаточно, поскольку система может не справиться с постоянным газовыделением, о чем свидетельствуют кривые откачки высоковакуумных насосов. Часто скорость газовыделения остается неизвестной, поэтому выбор высоковакуумного насоса должен быть основан на экспериментальных данных.

Поставщики вакуумного оборудования, как правило, предлагают спецификации, основанные на характеристиках откачки пустой камеры. Это может дезориентировать потребителя, если эти характеристики истолковываются как мера эффективности откачки при условиях полной нагрузки. Проектировщики вакуумного оборудования должны соотносить эффективность работы с набором условий, которые известны и могут быть определены и дублированы. Однако эти данные дезориентировали некоторых потребителей, которые истолковывали время откачки как истинный показатель длительности процесса.

Выбор высоковакуумных насосов должен учитывать все факторы, влияющие на работу системы. Эти факторы обычно включают в себя: быстроту действия, допустимое давление предварительного разрежения, скорости обратного потока, давление, при котором достигается максимальная быстрота действия, защитные устройства, простоту технического обслуживания, простоту эксплуатации, время предварительного разрежения, предельное остаточное давление низковакуумного насоса, используемые перегородки или холодные ловушки, время запуска и т. д. Если эти факторы не будут тщательно взвешены при рассмотрении конструкции системы, ее работа и производительность окажется неудовлетворительной.

Из предыдущего изложения становится очевидным, что нельзя допускать перегрузки насоса при эксплуатации системы. Как правило, высоковакуумные насосы не должны использоваться при значениях впускного давления выше предусмотренного спецификациями максимального значения в течение продолжительных периодов времени. В правильно сконструированной системе с обычной последовательностью низковакуумного и высоковакуумного клапана период эксплуатации свыше этой величины должен измеряться в секундах. В качестве приблизительного ориентира можно пользоваться следующим правилом: если этот период превышает полминуты, насос подвергается перегрузке [5].

Тогда становится ясно, что в случаях, когда необходимо технологическое давление 10^{-4} Торр, период работы механического насоса по предварительному разрежению обычно значительно больше откачки высоковакуумным насосом, или, по крайней мере, он должен быть больше по экономическим соображениям.

2.1.9. Переход от насоса предварительного разрежения к высоковакуумному насосу

Во время откачки сосуда возникает вопрос, когда лучше переключиться с насоса предварительного разрежения на высоковакуумный насос или, иными словами, в какой момент следует открывать высоковакуумный клапан. В идеале ответ должен быть следующий: когда газовый поток в высоковакуумной системе ниже производительности насоса следующей ступени. На практике переход от предварительной на высоковакуумную откачку обычно осуществляется в диапазоне от 0,05 до 0,15 Торр. Ниже этой области давления механические насосы быстро теряют быстроту действия, увеличивается возможность обратной миграции паров масла. Хотя производительность высоковакуумного насоса почти постоянная в области значений впускного давления от 0,001 до 0,1 Торр, первоначальный воздушный удар при открытии высоковакуумного клапана будет временно перегружать высоковакуумный насос [6].

Общие рекомендации заключаются в том, чтобы сделать период впускного давления, превышающего приблизительно 0,001 Торр (0,0005 Торр для больших насосов), очень коротким, длящимся несколько секунд, если возможно. Рассмотрим следующий пример. При постоянной производительности время откачки (при давлении между 0,1 и 0,001 Торр) составляет

$$t = (p_1 - p_2)V/Q$$

(см. уравнение (6), подраздел 2.1.5).

Объем простого стеклянного колпака диаметром 45 см составляет приблизительно 120 л, время его откачки высоковакуумным насосом с максимальной производительностью (поток газа) приблизительно 3 Торр · л/с составляет

$$t = 120 \text{ л} \cdot 0,1 \text{ Торр} / 3 \text{ Торр} \cdot \text{л/с} = 4 \text{ с.}$$

Если высоковакуумный клапан будет открываться медленно для впуска газа в высоковакуумный насос при максимальном потоке газа, то потребуются только 4 сек. для достижения уровня стабильной откачки. Этот переход имеет место с временной константой

$$\tau = V/S,$$

где V — объем камеры; S — быстрота действия высоковакуумного насоса.

В типичных вакуумных камерах эта временная константа составляет менее 1 с. С другой стороны, убывающая функция, связанная со скоростью выделения газа, имеет временную константу, равную минутам или часам. Для целей настоящего рассмотрения можно принять, что скорость газовыделения будет приблизительно постоянной. Таким образом, мы можем сказать, что

$$Q = pS_{\text{net}} = Q' = p'S'_{\text{net}} = n_2S_2, \quad (17)$$

где p — это давление до перехода; S_{net} — быстрота форвакуумной откачки рядом с камерой; p' — давление после перехода; S'_{net} — быстрота действия высоковакуумного насоса; p_2 — выпускное давление высоковакуумного насоса (которое никогда не должно подниматься выше предельной остаточного форвакуумного давления); S_2 — быстрота действия на выпуске высоковакуумного насоса.

Давление перехода в этом случае будет

$$p = Q_{\text{max}}/S_{\text{net}}, \quad (18)$$

где Q_{max} — это максимальный массовый поток высоковакуумного насоса (максимальная производительность); S_{net} — это скорость откачки низковакуумного насоса в камере.

Можно ожидать, что влияние газовыделения будет увеличиваться при падении давления после перехода. Обычно это увеличение не является значительным, поскольку взаимная диффузия газов при значениях давления, рассматриваемых здесь, не очень высокая.

Часто используются ловушки для минимизации обратного потока паров масла от низковакуумного насоса в систему во время предварительной откачки и в высоковакуумный насос во время обратного натекания. Ловушки, как правило, располагаются на линии предварительной откачки и обеспечивают поверхность большой площади, на которой адсорбируются пары обратного потока. Для того чтобы ловушки оставались эффективными, необходимо их регулярное техническое обслуживание. Адсорбированный материал должен удаляться термической обработкой или очисткой. Перегруженная ловушка на линии предварительной откачки просто перемешает источник загрязнения из низковакуумного насоса в саму ловушку.

2.1.10. Конструкция вакуумной системы

Высоковакуумные насосы используются вместе с механическими насосами при рабочем давлении системы 10^{-3} Торр и ниже. Расположение элементов системы зависит от характеристик выполняемого процесса, в частности уровня давления, времени цикла, чистоты и т. д. В определенной степени наличие и совместимость элементов влияют на конструкцию системы. В некоторых случаях экономические аспекты могут определять выбор элементов и конструкцию системы. В следующих подразделах кратко описаны наиболее распространенные клапанные и бесклапанные системы, приведены их основные преимущества и недостатки. Для каждого типа даны рекомендации для обеспечения минимального загрязнения рабочей камеры.

Для максимальной быстроты откачки желательно сделать промежуточные соединительные каналы между камерой и выпуском насоса как можно большего диаметра и как можно более короткими по длине. Количество необходимых перегородок, ловушек или дросселей зависит от желаемого уровня технологического погока газа, чистоты в камере, необходимого уменьшения явлений обратного натекания и миграции паров рабочей жидкости или масла и возвращения ранее откачанных газов.

Размер аппаратуры и коллекторов линии предварительной откачки определяется мощностью механического насоса, длиной линии и уровнем самого низкого давления, в которой, как ожидается, будет эффективно функционировать этот насос. Кроме того, размер линии предварительной откачки определяется давлением предварительного разрежения и требованиями к уровню обратного натекания в высоковакуумный насос в условиях газовыделения.

Необходимость в форвакуумном насосе, который может использоваться для поддержания давления предварительного разрежения для высоковакуумного насоса, определяется несколькими факторами, включая характеристики давления предварительного разрежения высоковакуумного насоса, требованиями, касающимися времени цикла, конфигурацией коллектора и герметичностью. Выбор типа и мощности механического насоса будет зависеть от желаемого рабочего цикла, требований к производительности и давлению предварительного разрежения насоса и предлагаемых рабочих процедур при откачке системы.

Обычно в высоковакуумной системе, которую откачивают до 10^{-6} Торр менее чем за полчаса, газовыделение будет незначительным (по сравнению с максимальной производительностью насоса) в течение первоначального периода после того, как будет открыт высоковакуумный клапан. На практике в силу отсутствия точного управления клапанами период между открытием клапана и моментом, когда достигается выпускное давление 0,001 Торр, может быть короче периода, рассчитанного с помощью уравнения (6). Это обусловлено расширением воздуха через высоковакуумный клапан в пространство с более высоким вакуумом. Пространство по направлению движения потока (часть клапана, ловушка, перегородка, верхняя часть насоса) может быть значительным по сравнению с объемом камеры. С другой стороны, когда газовыделение значительно, насос может быть перегруженным в течение более продолжительных периодов времени. То же самое является справедливым, если насос слишком мал для объема камеры. С этим можно столкнуться в печах, имеющих пористые изолирующие материалы, и в машинах для нанесения покрытий, где в вакуумной камере находятся большие барабаны тонкой пластиковой пленки. В таких случаях, возможно, было бы лучше продлить период предварительного разрежения перед переходом на откачку высоковакуумным насосом. Когда поток газа почти постоянный, время откачки будет таким же, не зависимо от того, открыт высоковакуумный клапан или он полностью открыт. Как правило, высоковакуумные клапаны должны открываться медленно, для того чтобы при впуске минимизировать турбулентность и десорбцию частиц. Движение обычных пневматических клапанов может контролироваться до определенной степени. Могут быть выполнены специальные устройства управления клапанами либо для поддержания приблизительно постоянного потока газа во время первоначального открытия, либо для того, чтобы иметь двухпозиционное прерывание работы. Когда клапан почти закрыт, он служит в качестве перегородки.

2.1.10.1. Бесклапанные системы

Бесклапанные системы вакуумной откачки, как правило, применяются, когда продолжительность откачки имеет меньшее значение, а сам процесс занимает много времени. Их можно

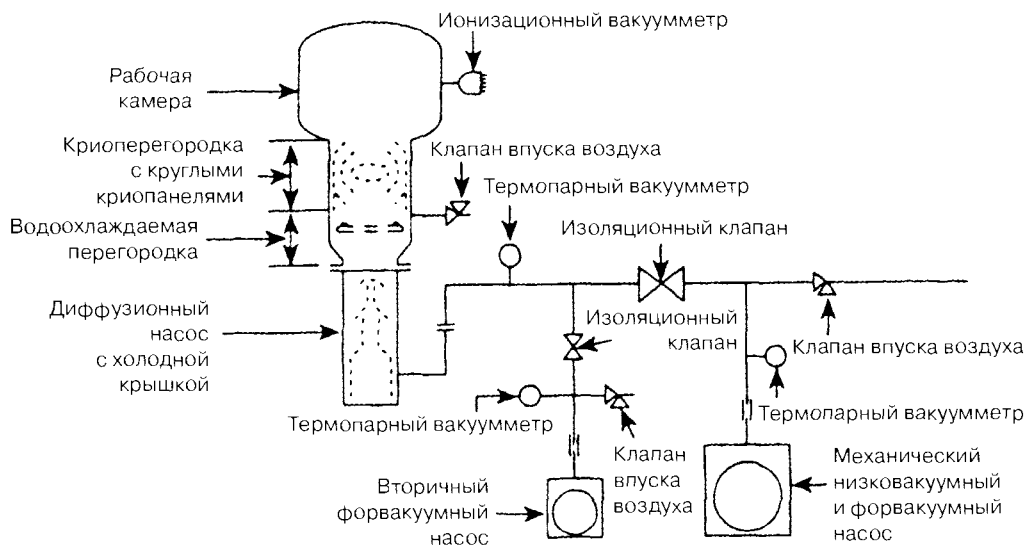


Рис. 7. Схема бесклапанной вакуумной системы

встретить в больших, термически обработанных, сверхвысоковакуумных камерах, в силу отсутствия и/или крайне высокой стоимости клапанов, совместимых с предложенными уровнями рабочего давления. Однако аналогичные системы, работающие в условиях сверхвысокого вакуума, можно подвергать термообработке, и в них успешно используются вакуумные затворы. Бесклапанная система (рис. 7), как правило, обеспечивает большую быстроту откачки камеры и в силу продолжительной работы при малом потоке газа в них можно применять меньшие форвакуумные насосы. Размер этого насоса подбирается таким образом, чтобы поддерживать непрерывную производительность высоковакуумного насоса при низких значениях впускного давления 10^{-6} Торр и ниже. Однако бесклапанная система также имеет ряд недостатков. Требуется более сложные процедуры для обеспечения максимальной чистоты в рабочей камере и минимального загрязнения от насоса.

Для минимизации загрязнения камеры от пароструйных насосов рекомендуется сохранить в рабочем состоянии по крайней мере одну из перегородок или ловушек, пока производится термообработка вакуумной камеры. Когда впускные каналы находятся при повышенной температуре, скорость миграции жидкости увеличивается. При значениях температуры, близких 200°C , пары масла не конденсируются в камере и впоследствии откачиваются пароструйным насосом. Они адсорбируются, поэтому если чистота является существенным требованием, необходимо использовать ловушки во время термообработки и, особенно, во время охлаждения, когда в камере будет конденсироваться очень тонкая (невидимая) пленка масла. Например, умножители вторичных электронов очень чувствительны к такой адсорбции. Образование пленки сводится к минимуму постоянным присутствием по крайней мере одной из перегородок.

Пароструйный насос должен охлаждаться до безопасного уровня, прежде чем можно вторично снижать давление в камере. Это делает обслуживание затруднительным и требующим много времени. Отключение энергии делает необходимым не заедлительное выключение системы для защиты оборудования. Эксплуатационные затраты на криоперегородки выше, испытание на наличие утечек и поиск утечек менее удобны и требуют больше времени.

2.1.10.2. Клапанная система откачки

Во всех случаях циклической работы системы используется клапанная система откачки. Схема такой системы представлена на рис. 8. Она позволяет изолировать высоковакуумный насос от рабочей камеры по завершении откачки и перед впуском воздуха. Поэтому насос остается при рабочей температуре и давлении в течение периодов, когда камера находится на уровне атмосферного давления и во время низковакуумной откачивающей части цикла. От продолжительности этих периодов зависит применение форвакуумного насоса. Главный изоляционный клапан также позволяет непрерывно работать криогенной перегородке между насосом и впуском высоковакуумного насоса. Однако ни работа криоперегородки, ни быстрая смена цикла невозможны без клапана из-за малого времени между охлаждением и нагреванием пароструйного насоса и охлаждением и повторным нагреванием криоперегородки. Разумная эксплуатация главного клапана при переключении с низковакуумных насосов на пароструйные насосы может значительно сократить обратную миграцию паров масла в рабочую камеру. Клапанные системы, как правило, ограничиваются значениями рабочего давления в диапазоне 10^{-5} Торр и выше. Большинство крупных клапанов создают в системе слишком высокое газовыделение, чтобы позволить ей работать при значениях давления ниже 10^{-5} Торр.

В клапанных системах поиск течей выполнять значительно легче, а ремонтные процедуры, как правило, требуют меньше времени, чем в бесклапанных системах. Однако отмечаются следующие недостатки. Клапанные системы первоначально более дорогие, в особенности когда речь идет о больших клапанах. Кроме того, применение клапанов неизбежно усложняет систему и приводит к меньшей скорости откачки камеры. Для работы при давлениях ниже 10^{-8} — 10^{-9} Торр с большими термообрабатываемыми, сверхвысоковакуумными камерами наличие и/или стоимость клапанов может сделать их применение нецелесообразным.

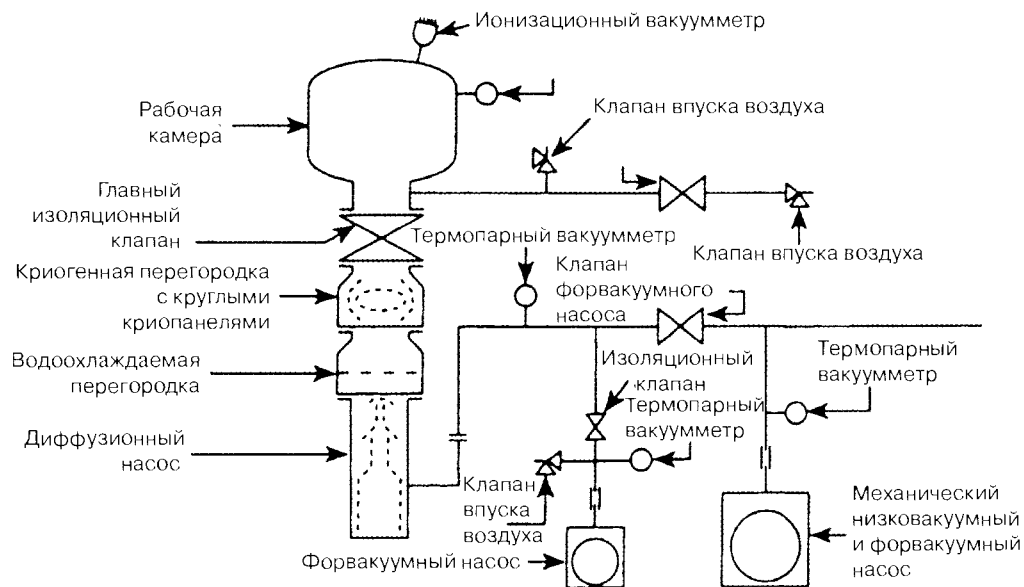


Рис. 8. Схема типичной вакуумной системы с высоковакуумным клапаном

Литература

1. S. Dushman and J. Lafferty. Scientific Foundations of Vacuum Technique (John Wiley & Sons, New York; London, 1962, p 90).
2. G. Lewin. Fundamentals of Vacuum Science and Technology (McGraw-Hill, New York, 1965).
3. F. J. Schittko and S. Schmidt, *Vak. Tech.*, 24 (1975) 4.
4. H. G. Noller. *Vacuum* 13 (1963) 539.
5. M. H. Hablanian. High Vacuum Technology (Marcel Dekker, New York) 1990; 2nd edition 1997.
6. M. H. Hablanian, *J. Vac. Sci. & Technol.* A10(4) (1992).

2.2. Диафрагменные насосы

Ф. Й. Экле

VACUUMBRAND + CO

2.2.1. Введение

Современные диафрагменные насосы зарекомендовали себя как надежные устройства для создания низкого и высокого вакуума. Разрешение технических и экономических проблем привело к разработке диафрагменных насосов с предельным остаточным давлением от 100 до 0,1 мм рт. ст. и быстротой действия до 200 л/мин. Диафрагменные насосы в отличие от других механических вакуумных насосов можно изготавливать из материалов с высокой химической стойкостью. Поэтому одним из основных видов применения этих насосов в качестве автономных устройств стало создание вакуума в химических лабораториях. В качестве насосов предварительного разрежения и форвакуумных насосов для современных безмасляных высоковакуумных насосов они открывают путь к высокому и сверхвысокому вакууму без использования масел. Многочисленные виды применения включают нанесение покрытий и производство полупроводников, вакуумную металлургию и производство аналитических приборов.

На рис. 1 показано устройство современного диафрагменного насоса. камерой откачки называется объем между головкой цилиндра и диафрагмой, которая присоединяется к шатуну посредством зажимного диска. Благодаря движению шатуна происходит сжатие и расширение газа в камере. Шатун подсоединяется к коленчатому валу, приводимому в движение двигателем. Впускной и выпускной клапаны расположены между крышкой головки цилиндра и крышкой картера. Это пластинчатые клапаны, открывающиеся под давлением потока газа.

Увеличение камеры откачки вращательного насоса объемного действия (например двух-роторного насоса) приводит к тому, что отношение стоимости насоса к его производительности (л/мин) уменьшается с увеличением быстроты действия. В случае диафрагменного насоса, напротив, увеличение размеров приводит к техническим проблемам при его производстве и эксплуатации (сокращает срок службы диафрагмы). Поэтому для получения большей быстроты откачки цилиндры располагают параллельно.

Применение диафрагменных насосов главным образом ограничивается лабораторными системами в силу их малых размеров и экономических соображений.

Степень сжатия одной ступени диафрагменного насоса, как правило, составляет более 10, поэтому одноступенчатые диафрагменные насосы имеют предельное остаточное давление на уровне 70 мм рт. ст. Для более низких уровней предельного остаточного давления цилиндры

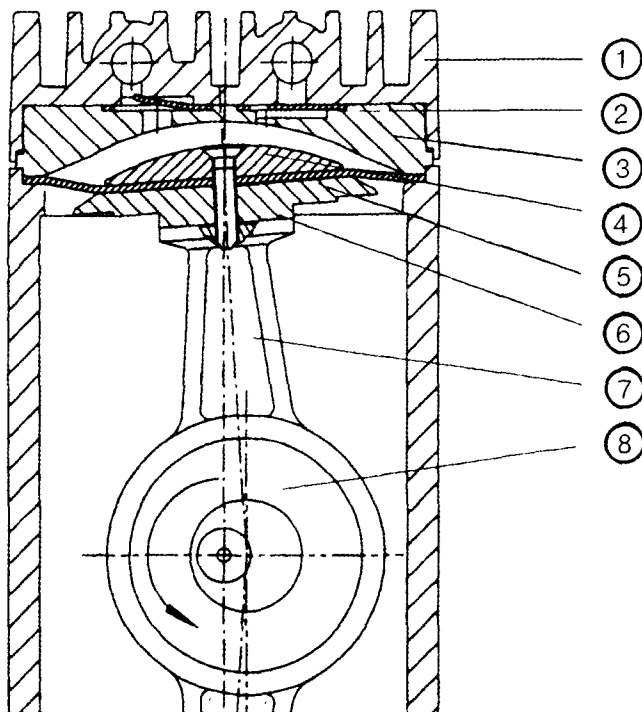


Рис.1. Схема ступени диафрагменного насоса: 1 — картер; 2 — клапаны; 3 — крышка головки цилиндра; 4 — зажимной диск диафрагмы; 5 — диафрагма; 6 — поддерживающий диск диафрагмы; 7 — шатун; 8 — эксцентриковая втулка

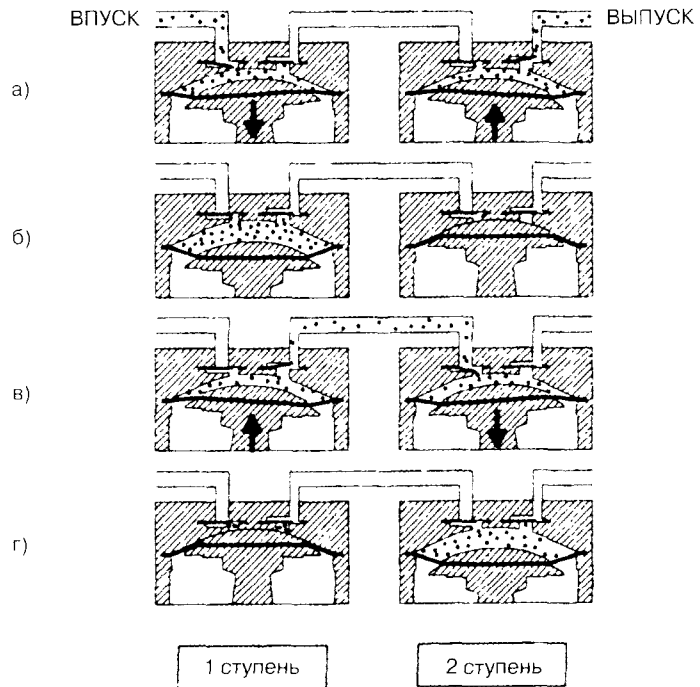
соединяют последовательно. Предельное остаточное давление ограничивается эффективностью работы пластинчатых клапанов. В зависимости от динамической характеристики отдельного клапана, в корреляции с его массой, геометрией, модулем упругости и потоком газа, это давление составляет приблизительно 1 мм рт. ст. Поэтому только последовательное соединение не более четырех насосных ступеней имеет практический смысл.

В многоступенчатых диафрагменных насосах выпуск одной ступени соединяется с впуском следующей. Шатуны двух ступеней, соединенные с одним коленчатым валом, как правило, имеют сдвиг по фазе в половину цикла: во время расширения на первой ступени, вторая сжимает газ, и наоборот. Эта конструкция является удобной, но не единственной. Ступени могут быть расположены также V-образно или иметь рядное расположение.

Принцип работы диафрагменного насоса, открытие и закрытие клапанов, а также движение потока газа показаны на рис. 2. Впуск первой ступени — это впуск насоса. На рис. 2, а показана первая ступень во время впуска (расширения газа). По мере увеличения объема камеры откачки впускной клапан открывается в результате перепада давлений между объемом, подлежащим вакуумированию, и камерой откачки, и поток газа поступает в насос. Диафрагмы имеют две мертвые точки при максимальном и минимальном объеме камеры откачки, как показано на рис. 2, б. В этих неподвижных точках газовый поток в насос не поступает — клапаны закрыты под действием равновесного давления. Давление в объеме, подлежащем вакуумированию, соответствует давлению на первой ступени, а давление на второй ступени соответствует давлению на выпуске первой ступени.

Процесс откачки продолжается так, как показано на рис. 2, в. Откачанное количество газа передается с первой ступени на вторую. Диафрагма на первой ступени перемещается в проти-

Рис. 2. Принцип работы двух-ступенчатого диафрагменного насоса: открытие и закрытие клапанов, движение потока газа от впуска к выпуску в течение одного цикла откачки



воположном направлении, и впускной клапан закрывается. Выпускной клапан второй ступени закрывается под действием атмосферного давления. Перепад давлений между двумя ступенями поддерживает в открытом состоянии выпускной клапан первой ступени и впускной клапан второй ступени, и поэтому газ перетекает из первой во вторую ступень. Рис. 2, г представляет собой зеркальное отображение этапа, представленного на рис. 2, б, с точки зрения работы ступеней насоса.

2.2.2. Конструкции современных диафрагменных насосов

Заклученный мертвый объем в камере насоса (минимальный объем камеры откачки при нахождении диафрагмы в соответствующей мертвой точке) ограничивает предельное остаточное давление одной ступени, которое связано с теоретической степенью сжатия. В дополнение к этому на практике предельное остаточное давление часто ограничивается внешней течью или внутренним обратным натеканием газа из-за временной задержки закрытия клапанов относительно соответствующей мертвой точки.

Степень сжатия выражается как отношение давления на выпуске к давлению на впуске ступени насоса:

$$k = p_0 / p_i.$$

Теоретическая степень сжатия в случае нулевого потока газа определяется следующим образом:

$$k = V_p / V_D,$$

где V_p — объем камеры откачки; V_D — мертвый объем.

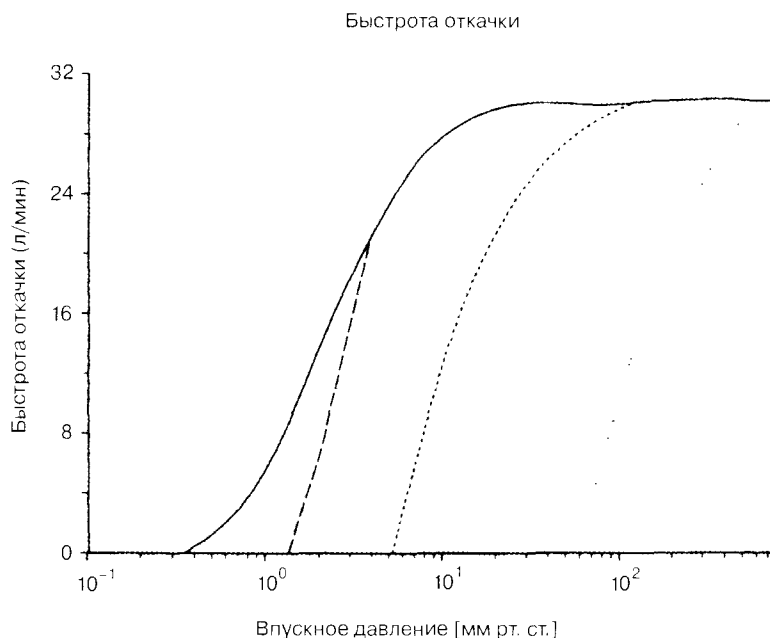


Рис. 3. Технические характеристики диафрагменных насосов с одной (пунктирная линия), двумя (штрихпунктирная линия), тремя (длинный пунктир), и четырьмя (непрерывная линия) ступенями при откачке азота

Типичные значения k находятся в пределах от 10 до 30.

Быстрота действия одной ступени насоса находится в пределах от 5 до 40 л/мин. Соединив максимум 8 ступеней насосов среднего размера параллельно, получают быстроту действия до 320 л/мин.

На рис. 3 показаны характеристики диафрагменных насосов с одной (пунктирная линия), двумя (штрихпунктирная линия), тремя (длинный пунктир) и четырьмя (непрерывная линия) ступенями при откачке азота. Эти кривые были получены в соответствии со стандартом DIN 28432: «Технические условия для диафрагменных насосов». Это метод обеспечивает определенные преимущества и позволяет получить те же значения быстроты действия по сравнению с результатами, полученными при измерениях согласно стандарту Ренегор [1] для роторных насосов с масляным уплотнением или вакуумных насосов Рутса в пределах экспериментальной непогрешности, равной приблизительно 3 % [2].

На рис. 4 показаны соответствующие характеристики четырехступенчатого, трехступенчатого и двухступенчатого диафрагменного насосов при откачке азота и гелия. Быстрота действия диафрагменных насосов линейно зависит от вытесненного объема, определяемого геометрией самой камеры. В первом приближении предположительно она должна быть одинаковой для всех газов. Фактически было установлено, что быстрота действия зависит от типа газа. Наблюдаемые отклонения можно отнести к влиянию динамических эффектов газа, связанных с ламинарным и турбулентным течением газов, а также к термическим эффектам, связанным с охлаждением газов, входящих в насос, и к различной теплопроводности газов [3].

Высокий процент внешних течей может ограничивать предельное остаточное давление многоступенчатых диафрагменных насосов. Поддержание течей на уровне 10^{-5} мм рт. ст. · л/с может достигаться посредством соответствующей конструкции, но необязательно приводить

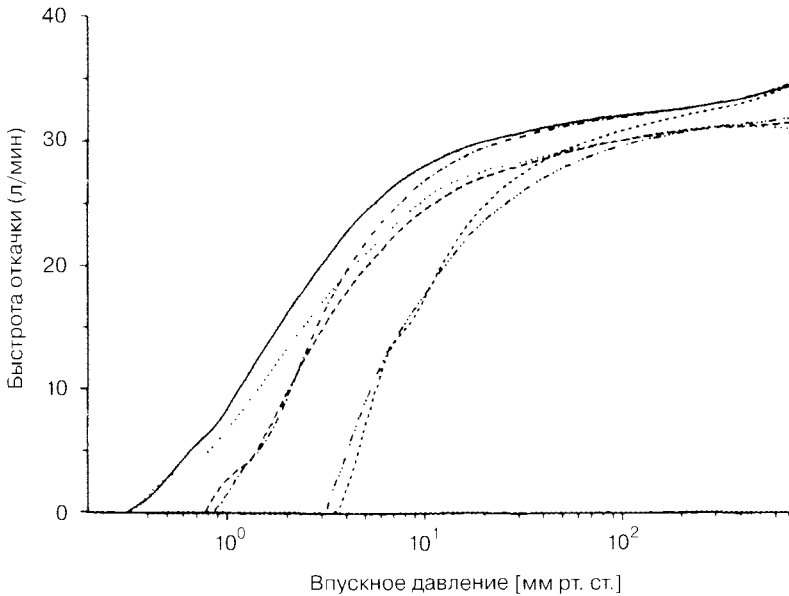


Рис. 4. Технические характеристики диафрагменных насосов с одной (пунктирная линия), двумя (штрихпунктирная линия), тремя (длинный пунктир), и четырьмя (непрерывная линия) ступенями при откачке азота

к снижению предельного остаточного давления, которое ограничивается динамической характеристикой клапанов.

Поскольку диафрагменные насосы являются безмасляными и изготавливаются из материалов с высокой химической стойкостью, они могут использоваться для откачки агрессивных и конденсируемых растворителей. Большие количества конденсатов могут вызывать механическое повреждение и, таким образом, сокращать срок службы диафрагм и клапанов. Поэтому рекомендуется использовать газовый балласт в диафрагменных насосах, применяемых в химическом производстве. Газовый балласт уменьшает образование конденсатов и может удалить образовавшийся конденсат из насоса.

Низкий уровень шума диафрагменных насосов, как правило, менее 50 дБа, позволяет использовать диафрагменный насос в лабораториях.

Преимущества диафрагменных насосов, такие как высокая быстро́та действия, низкое предельное остаточное давление, продолжительный срок службы диафрагм и клапанов, а также простое техническое обслуживание и низкие цены, обусловлены использованием САПР на стадии проектирования, точными расчетами стабильности и прочности с помощью метода конечных элементов, современным производством на станках с ЧПУ и использованием новых материалов.

Первые диафрагменные насосы уже претерпели значительные улучшения по сравнению с возвратно-поступательными поршневыми насосами с точки зрения уменьшения течей и мертвого объема. Предельное остаточное давление было сравнительно оптимальным. Основным ограничением был износ диафрагмы, вызванный качанием шатуна. Кроме того, ход был сравнительно небольшим, следовательно, были ограничены быстро́та действия и предельное остаточное давление на один «цилиндр». При замене качания линейным движением сокращается работа диафрагмы на изгиб, но диафрагма подвергается упругой деформации, которая нежелательна при использовании диафрагм, например, из политетрафтороэтилена (Teflon, DuPont).

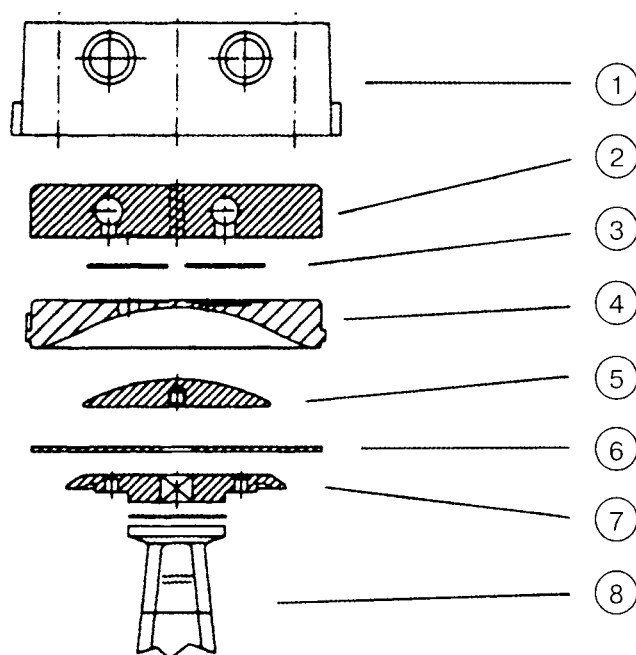


Рис. 5. Головка цилиндра диафрагменного насоса в химически стойком исполнении: 1 — корпус крышки; 2 — вставка крышки (углеродное армирование, усиленное политетрафторэтиленом); 3 — клапаны; 4 — крышка головки (политетрафторэтилен с керамическим армированием); 5 — зажимной диск диафрагмы (специальная сталь с покрытием из экспериментального хлортрифторэтилена (например Halar®, Allied Chemicals)); 6 — двухслойная диафрагма (политетрафторэтилен/пербунан); 7 — опорный диск диафрагмы; 8 — шатун

Современные конструкции насосов характеризуются применением сравнительно длинных шатунов, которые увеличивают срок службы диафрагм в диапазоне от нескольких недель до более 5000 ч. Это стало возможным благодаря совершенствованию современных эластомеров, например ламинированных, армированных текстилем материалов. САПР и производство на станках с ЧПУ позволяют получить плавные радиусы и переходы на крышке головки цилиндров и зажимных дисках диафрагмы, имеющих существенное значение для продолжительного срока диафрагмы.

В современных устойчивых к коррозии диафрагменных насосах, используются материалы на основе политетрафторэтилена для деталей, вступающих в контакт с парами и газами, поэтому они являются идеальными вакуумными насосами для химической лаборатории.

На рис. 5 показана конструкция головки цилиндра в химически стойком исполнении: сама крышка головки и изготовлена из армированного керамикой политетрафторэтилена с высокой прочностью и устойчивостью против ползучести. Вставка крышки изготавливается из армированного углеродом политетрафторэтилена с высокой теплопроводностью для отвода теплоты, генерируемой сжатием.

Собранная головка цилиндра окружена алюминиевым корпусом для защиты от давления, возникающего в результате сжатия деталей. Эта конструкция обеспечивает долгосрочную устойчивость против ползучести политетрафторэтилена, необходимые зазоры и соответствующее сжатие диафрагм и клапанов для долгосрочного использования. В этой конструкции хи-

мического диафрагменного насоса сама диафрагма — это плоская двухслойная пластина («диафрагма-сэндвич») из политетрафторэтилета/пербунана. Фольга политетрафторэтилена — это подвергнутая экструзии фольга высокой плотности, которая обладает таким достоинством, как малая газовая проницаемость. Эту диафрагму удерживает зажимной диск, покрытый полифторэластомером. Такая схема значительно сокращает деформацию диафрагмы по сравнению с диафрагмами с закладным зажимным диском. Клапаны изготовлены из полифторэластомера (такого как Kalrez фирмы DuPont), сочетающего в себе более высокую упругость по сравнению с политетрафторэтиленом, низкие уровни течи с высокой химической стойкостью.

2.2.3. Эксплуатационные и технические характеристики

Требования к вакуумной системе обычно определяются типом и количеством откачиваемого газа, а также предельным остаточным давлением. Соответствующие характеристики насоса — это технические параметры, такие как быстрота действия, предельное остаточное давление, химическая стойкость и производительность.

Быстрота действия одноступенчатого диафрагменного насоса определяется максимальным объемом камеры откачки, мертвым объемом и числом циклов в единицу времени. С каждым ходом шатуна количество газа G_1 сжимается до давления p_0 на выпуске (в атмосферу).

$$G_1 = V_p p_i,$$

где V_p — максимальный объем камеры откачки диафрагменного насоса; p_i — это давление в откачиваемом объеме.

Данное количество газа не соответствует фактически откачиваемому количеству из-за оставшегося мертвого объема V_D , в результате количество газа G_2 расширяется при последующем ходе штока:

$$G_2 = V_D p_0$$

Фактический поток газа

$$q_{p_0} = (G_1 - G_2) = n(V_p p_i - V_D p_0),$$

где n — число циклов в единицу времени.

Этот поток газа определяет быстроту действия одноступенчатого насоса согласно следующему выражению:

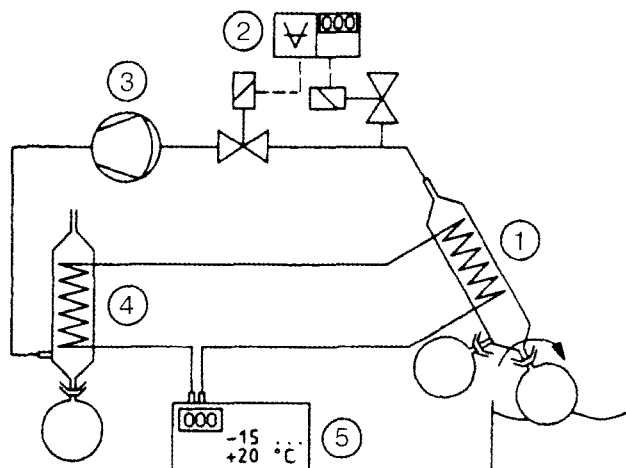
$$S = q_p V/p_i.$$

Обратное натекание газа, вызванное задержкой времени открытия или закрытия клапанов, внутренними и внешними течами, не учитывается. Быстрота действия многоступенчатого насоса рассчитывается путем решения системы уравнений, состоящей из соответствующих уравнений для каждой ступени.

2.2.4. Модульная конструкция автономных диафрагменных насосов

Диафрагменные насосы в химически стойком исполнении обладают великолепными преимуществами для создания вакуума в химической лаборатории. По сравнению, например, с широко используемыми водоструйными насосами, они не потребляют воду. Благодаря полному отсутствию масла не происходят реакции откачиваемых газов или паров со смазочными или

Рис. 6. Схема химической насосной установки: 1 — роторный испаритель; 2 — вакуумный контроллер; 3 — химический диафрагменный насос; 4 — конденсатор отработанных паров; 5 — циркуляционный холодильник



герметизирующими маслами, поэтому не требуется никаких дополнительных приспособлений для защиты насоса, в частности криолоушек. Кроме того, на работу диафрагменного насоса практически не оказывает влияния внутренняя конденсация. Защита окружающей среды — это не только вопрос отсутствия отходов, но и предотвращения выброса летучих и вредных химических веществ. Использование насосного устройства, состоящего из химического диафрагменного насоса с вакуумным контроллером и конденсатором отработанного пара (как схематично показано на рис. 9), позволяет достичь почти 100%-го оборота всех растворителей, широко используемых в химической лаборатории. В соответствии с конкретными требованиями модульная конструкция диафрагменных насосов и их элементов позволяет создавать системы для любого вида применения.

2.2.5. Применение диафрагменных насосов в качестве насосов предварительного разрежения и форвакуумных насосов

В диафрагменных насосах не используется масло, их изготавливают из химически стойких материалов. Факторами, ограничивающими их применение, являются недостаточная быстрота действия и создание предельного остаточного давления ниже 0,1 мм рт. ст. Путем последовательного присоединения диафрагменных насосов к бустерным насосам можно комбинировать достоинства обоих видов насосного оборудования для получения вакуумных систем с повышенной химической стойкостью, низким предельным остаточным давлением, большой быстротой откачки и низким содержанием углеводородов. Обычные сухие вакуумные насосы, создающие высокий и низкий вакуум, во многих случаях нуждаются в дополнительных дорогостоящих компонентах для преодоления конкретных проблем: сжатия газов до атмосферного давления и достижения предельного остаточного давления ниже 0,1 мм рт. ст. при использовании одного типа насосов.

Диафрагменные насосы обеспечивают удовлетворительные эксплуатационные характеристики в диапазоне низкого вакуума как в коррозионной, так и в чистой среде. В зависимости от фактических требований диафрагменные насосы могут сочетаться с двухроторными насосами для создания высокого вакуума, турбомолекулярными насосами или криогенными насосами для достижения высокого или сверхвысокого вакуума.

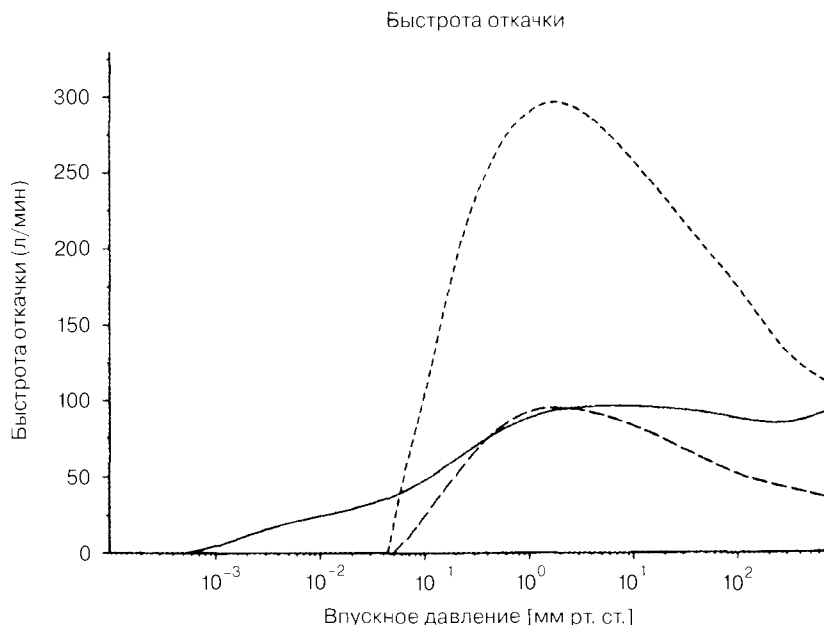


Рис. 7. Эксплуатационные характеристики комбинации насосов с последовательным соединением: 1 — роторного и диафрагменного насосов (100 л/мин); 2 — насоса Рутса (170 л/мин) и диафрагменного насоса (33 л/мин); 3 — насоса Рутса (500 л/мин) и диафрагменного насоса (100 л/мин) с предельным остаточным давлением 0,5 мм рт. ст.

Эксплуатация роторных насосов с масляным уплотнением ограничена при перскачке конденсирующихся или коррозионных паров. Эти свойственные данным насосам ограничения можно преодолеть благодаря сочетанию роторного и диафрагменного насоса. Диафрагменная насосная установка производит откачку от атмосферного давления, в то время как роторный насос с масляным уплотнением производит откачку только от впускного давления диафрагменного насоса, как правило, 12 мм рт. ст. Быстрота действия и предельное остаточное давление данной комбинации определяются эксплуатационными характеристиками роторного насоса (рис. 7). Требования к вакууму для диафрагменного насоса вытекают из сложных соображений, базирующихся на точке росы и учитывающих значения давления пара типичных откачиваемых растворителей.

Почти во всех случаях для типичных химических веществ (см. табл. 1) можно указать максимальное давление на впуске, при котором внутри насоса с масляным уплотнением конденсация не происходит. Кроме того, постоянная очистка масляных паров путем дистилляции значительно сокращает интервалы смены масла и, следовательно, расходы на техническое обслуживание. Уменьшение парциального давления кислорода в масляном резервуаре снижает коррозию.

Аналогичные аргументы справедливы также для комбинации насосов Рутса и диафрагменных насосов, в которых выпуск насоса Рутса соединен с впуском диафрагменного насоса. Преимущество отсутствия масла в рабочем объеме позволяет применять эти типы насосных установок не только в химических лабораториях, но и там, где требуется чистота вакуума. Никакого охлаждения газа или дополнительных ресурсов для насоса Рутса не требуется, а все преимущества диафрагменного насоса, такие как высокая быстрота действия и свободный от

Таблица 1. Давление паров типичных растворителей при самых низких температурах (45 °С) и наиболее высоком впускном давлении, при котором не происходит конденсация, при откачке гибридным насосом (роторный/диафрагменный) с масляным уплотнением

Растворитель	Давление пара при 45 °С, ммбар	Впускное давление, ммбар
Диэтиловый эфир	Более 1000	380
Метилен хлорид	1000	380
Ацетон	600	153
Хлороформ	570	144
n-Гексан	435	103
Метилловый спирт	415	96
Тетрахлорид углерода	300	59
Циклогексан	283	54
Этил ацетат	268	50
Бензол	265	49
Ацетонитрил	230	39
Изопропанол	163	23
Диоксан	138	17
Толуол	100	10
n-Пропанол	81	7
Уксусная кислота	60	4
Изо-бутанол	51	3
n-бутанол	33	1,9
Уксусный ангидрид	21	0,7
Диметилформамид	18	Конденсация
Гликоль	<1	Конденсация
Вода	95	9

масла вакуум, остаются. Четырехступенчатые диафрагменные насосы с предельным остаточным давлением каждой ступени 0,5 мм рт. ст. позволяют достичь общего остаточного давления примерно $5 \cdot 10^{-2}$ мм рт. ст. при результирующих характеристиках, показанных на рис. 7. Насосная установка может использоваться в качестве сравнительно недорогой форвакуумной установки для обычных турбомолекулярных насосов. Отмечалось значительное уменьшение содержания углеводородов в остаточном газе обычного турбомолекулярного насоса в случае комбинированной установки с насосами Рутса — диафрагменными насосами по сравнению с комбинацией турбомолекулярного насоса с роторным пластинчатым насосом с масляным уплотнением. Турбомолекулярный насос был оснащен постоянным магнитным верхним подшипником и нижним масляным уплотнителем на подушке. Спектрограммы (рис. 8) остаточных газов были получены с помощью квадрупольного масс-анализатора.

Аналогичных результатов можно достичь с помощью гибридных или комплексных турбомолекулярных насосов широкого диапазона с магнитными подшипниками. Эти комбинации позволяют получить полностью свободные от масла виды вакуума.

Были проведены успешные испытания работы диафрагменного насоса в качестве форвакуумного насоса для крионасоса [4]. Диафрагменный насос может использоваться для созда-

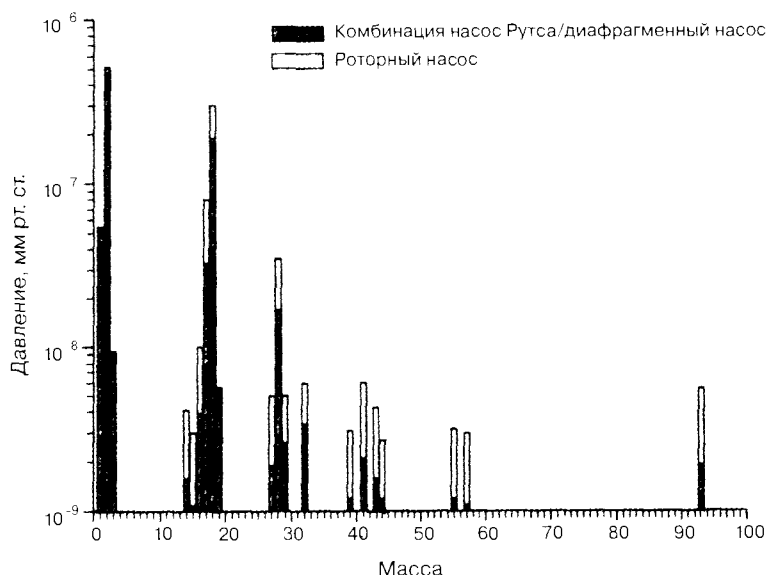


Рис. 8. Анализ остаточных газов при использовании насосной установки, состоящей из турбомолекулярного насоса с диафрагменным насосом/насосом Рутса и роторного насоса в качестве форвакуумного насоса. В обоих случаях содержание углеводородов не учитывается

ния предварительного разрежения перед запуском крионасосов, а также для быстрой регенерации.

Литература:

1. PNEUROP Vacuum Pumps, Acceptance Specifications, No. 6602 Maschinenbau-Verlag, Frankfurt.
2. W. Jitschin et al. *Vacuum in Forschung und Praxis*, 3, 183—193(1995).
3. F. J. Eckle et al. *Vacuum*, 47, 6—8, 799—801 (1996).
4. U. Timm et al. *Vacuum*, 46, 8—10, 875—881 (1995).

2.3. Двухроторные вакуумные насосы (насосы Рутса)

Джей Ричман
Stokes Vacuum Inc.

2.3.1. Введение

Роторные вакуумные системы (системы Рутса) состоят из двухроторных и форвакуумных насосов, они используются почти повсеместно в вакуумных установках, где в условиях среднего вакуума необходимо быстро откачать большую массу или объем газов. Они применяются в линиях первичного разрежения при создании среднего вакуума, как низковакуумные или форвакуумные насосы для высоковакуумных насосов. Некоторые двухроторные системы способны выполнять все три функции. В этом подразделе дано представление о принципах откачки, технических характеристиках и ограничениях двухроторных вакуумных насосов, а также даны рекомендации по их эксплуатации и диагностике неисправностей.

2.3.2. Конструкция двухроторных вакуумных насосов

Двухроторные вакуумные насосы (механические бустерные насосы, или роторные воздуходувки) — это насосы объемного действия, в которых навстречу друг другу вращаются два ротора. Конструкция позволяет им вращаться с малыми зазорами относительно друг друга и корпуса, в котором они находятся. Роторы имеют две или три лопасти со сложным профилем (циклоидальным, спиральным или в виде сложной кривой). На рис. 1 показана типичная конструкция двухроторного насоса. Роторы установлены на подшипниках, хорошо сбалансированы и обычно развивают частоту вращения в пределах от 1800 до 3600 об/мин. Для уплотнения вала используется кромочная или торцевая уплотнительная манжета. Для ответственных видов применения выпускают насосы с герметичным уплотнением непосредственно двигателя. В одном варианте этих двигателей ротор установлен непосредственно на приводной вал и изолирован от статора герметичным уплотнением (рис. 2).

Во время откачки роторы захватывают объем газа при давлении всаска между ними и корпусом и переносят его к выпускному отверстию с более высоким давлением (рис. 3). Двухроторные насосы не имеют клапанов, работают без герметизирующих жидкостей (за исключением особых случаев), а минимальные зазоры гарантируют малый объем обратного натекания

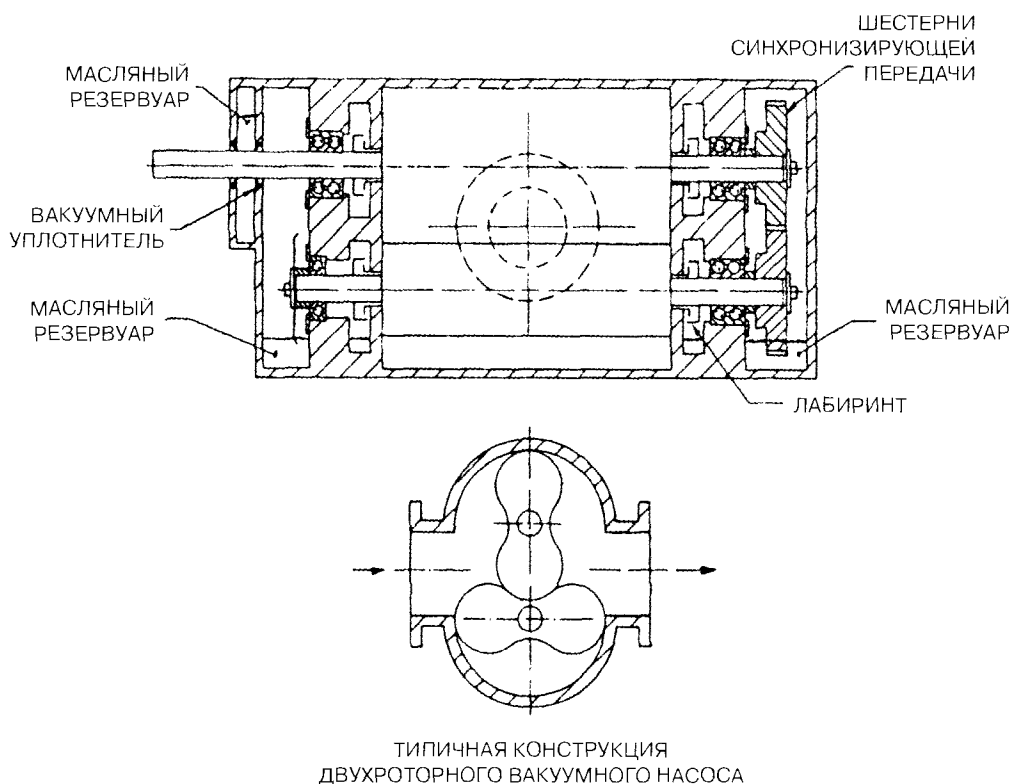


Рис. 1. Вакуумные уплотнительные устройства могут быть кромочного или торцевого типа. Лабиринты и уплотнительные манжеты вала могут заменяться четырьмя торцевыми манжетами для изоляции камеры откачки от подшипников и шестерен

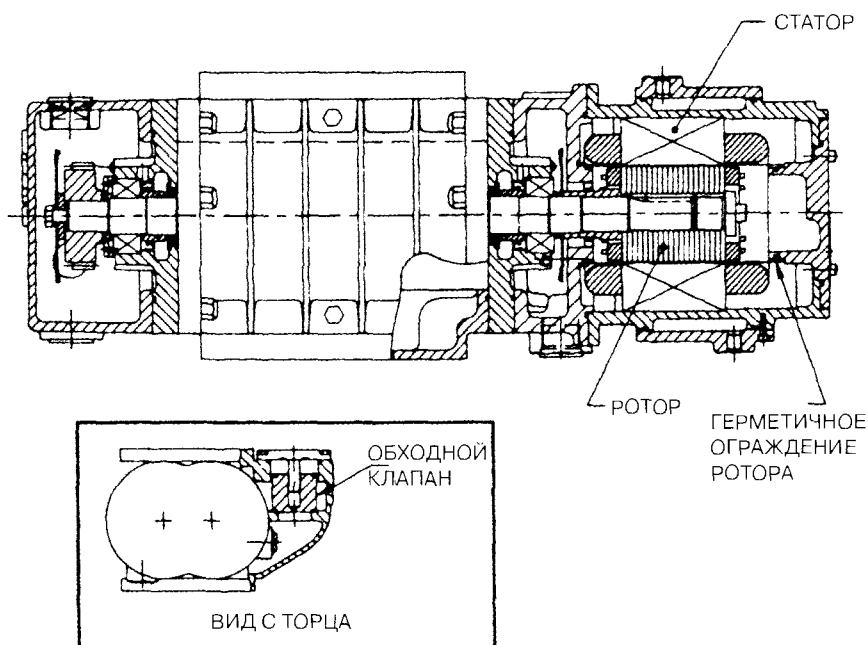


Рис. 2. Привод двухроторного вакуумного насоса без уплотнительного устройства. Ротор, изолированный от статора и атмосферы герметически уплотненной, тонкостенной оболочкой. Насос имеет обходной клапан для облегчения запуска при атмосферном давлении (источник: Stokes Vacuum Inc.)

газа. Зазор между роторами поддерживается шестернями синхронизирующей передачи с минимальным боковым зазором, а зазор между торцами лопастей и торцевыми стенками корпуса контролируется за счет точного позиционирования вала в подшипниках.

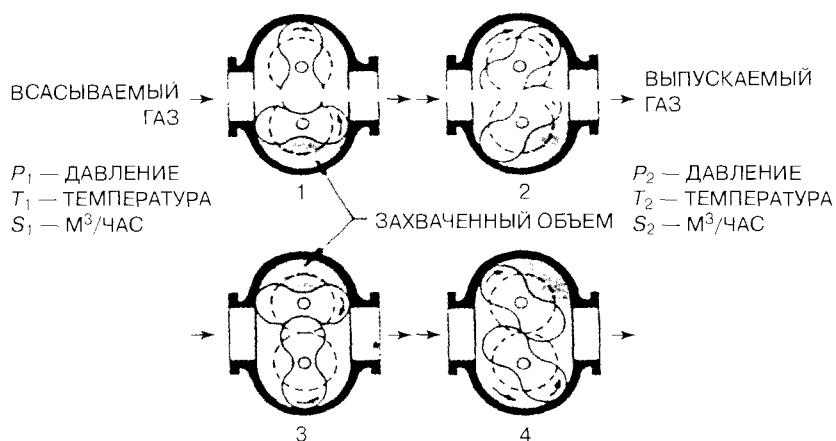


Рис. 3. Принцип откачки двухроторного вакуумного насоса. Двухлопастные роторы выталкивают четыре захваченных объема (на один оборот приводного вала) в область более высокого давления

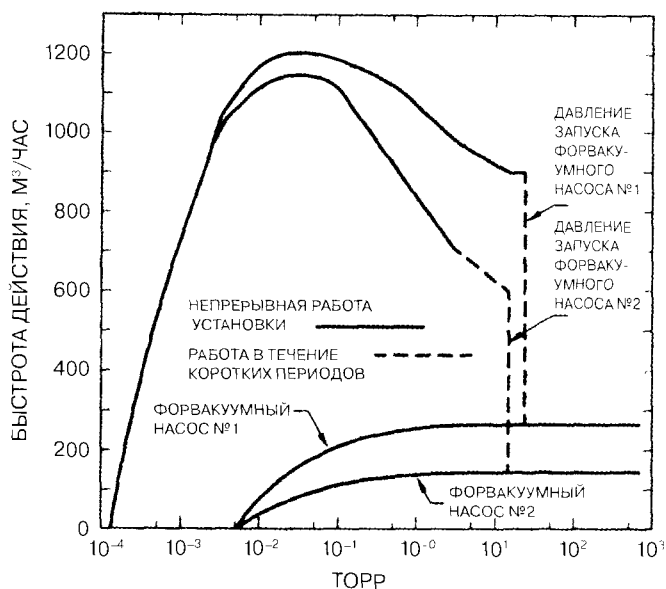


Рис. 4. Эксплуатационные характеристики вакуумной установки, состоящей из двухроторного и форвакуумных насосов с различной быстротой действия

Системы двухроторных насосов состоят из одного или более насосов, соединенных последовательно с механическим вакуумным насосом, имеющим сухой или жидкостный уплотнитель. Механический насос производит выпуск газов в атмосферу. Двухроторные насосы обеспечивают высокую быстроту действия при низком давлении и расширяют рабочий диапазон поддерживаемых насосов в десятки раз. Соотношения ступеней (при замещении двухроторного и форвакуумного насосов) находятся в пределах от 2 до 10 или более в зависимости от рабочего давления. Двухроторные насосы обеспечивают компрессию паров, уменьшая количество обратного потока пара от форвакуумных насосов с жидкостным уплотнением. Значения предельного остаточного давления двухступенчатой системы двухроторного—механического насоса находятся в диапазоне от 10^{-4} до 10^{-2} Торр, что в значительной степени зависит от предельного остаточного давления форвакуумного насоса. Значения быстроты действия находятся в пределах от 170 м³/час до 30 000 м³/час (и выше). На рисунке 4 приведены типичные эксплуатационные характеристики двух систем, в которых используется один и тот же двухроторный насос, но с форвакуумными насосами разной быстроты действия.

2.3.3. Принцип работы двухроторных вакуумных насосов

Как уже было сказано, откачивающее действие обеспечивается путем перемещения объема газа при низком давлении в область более высокого давления. При попадании в область выпускного давления двухроторного насоса сжатый газ диффундирует в вытесняемый объем для выравнивания давления. Повторное сжатие завершается, когда ротор повернется на 90° и межступенчатый объем между двухроторным и форвакуумным насосами вернется к первоначальному. Это действие происходит четыре раза за один оборот приводного вала, когда используются двухлопастные роторы. Вытесненный объем (максимальная теоретическая быстрота действия), м³/час, равен произведению четырех объемов между роторами на их частоту вращения (об/час).

2.3.4. КПД откачки двухроторных вакуумных насосов

Двухроторный вакуумный насос не имеет клапанов и зависит от малых зазоров, благодаря которым минимизируется обратный поток газа от выпуска к впуску. Количество газа, протекающее обратно через зазоры, уменьшает быстроту действия. Коэффициент полезного действия (КПД) насоса измеряется отношением фактического объема откачанного газа к общему объему вытесненного газа или теоретической максимальной скорости действия:

$$E = \frac{S_I}{S_D}, \quad (1)$$

$$E = 1 - \frac{p_2 S_{FB}}{p_1 S_D}, \quad (2)$$

где E — КПД двухроторного насоса; S_D — скорость действия насоса, м³/ч; S_{FB} — общий обратный поток газа, м³/ч; S_I — скорость откачки системы, м³/ч; p_2 — межступенчатое давление, Торр; p_1 — давления на впуске двухроторного насоса, Торр.

Общий обратный поток газа, S_{FB} , (м³/час) состоит из потока, проходящего по зазорам, обратного натекания газа с поверхностей роторов и повторного расширения незначительных объемов, захваченных между роторами.

На КПД двухроторного насоса оказывают влияние следующие факторы: уровень давления, степень сжатия, вид откачиваемого газа, частота вращения роторов и обратное натекание газа с поверхностей роторов.

2.3.4.1. Уровень давления и степень сжатия

Размеры зазоров роторов зависят от размера насоса и, как правило, составляют около 0,25 м. При высоких значениях давления при степени сжатия 2 (или выше) обратный поток имеет скорость звука и является турбулентным, а также зависит от давления на впуске. Когда давление на впуске уменьшается, поток может стать вязкостным, и обратный поток будет равен произведению разности давлений на поток газа через зазор. При дальнейшем уменьшении давления поток становится молекулярно-вязкостным и, наконец, молекулярным. Сопротивление потоку увеличивается, проводимость обратного потока становится почти постоянной, и степень сжатия увеличивается. Результаты этого явления можно наблюдать на рис. 4, где при значениях давления ниже 0,01 Торр скорость действия двухроторного насоса остается постоянной, несмотря на различие в скорости действия форвакуумных насосов.

2.3.4.2. Вид газа

Проводимость зазоров колеблется в зависимости не только от режима давления, но и от типа откачиваемого газа. В режимах турбулентного и вязкостного течения поток обратно пропорционален коэффициенту вязкости газа. В качестве примера коэффициент вязкости воздуха равен 180, а водорода — 87 микропазов, проводимость и обратный поток водорода в два раза больше, чем у воздуха. В пределах молекулярного потока проводимость пропорциональна квадратному корню соотношения молекулярных масс, при этом проводимость обратного потока водорода будет в 3,79 раза больше, чем у воздуха. Влияние увеличения обратного потока (и степени сжатия) на КПД откачки при откачивании воздуха и водорода при двух различных степенях сжатия показано на рис. 5.

2.3.4.3. Частота вращения

Теоретическая скорость действия увеличивается в зависимости от частоты оборотов в минуту, но зазоры и проводимость обратного потока остаются постоянными для данной степени сжа-

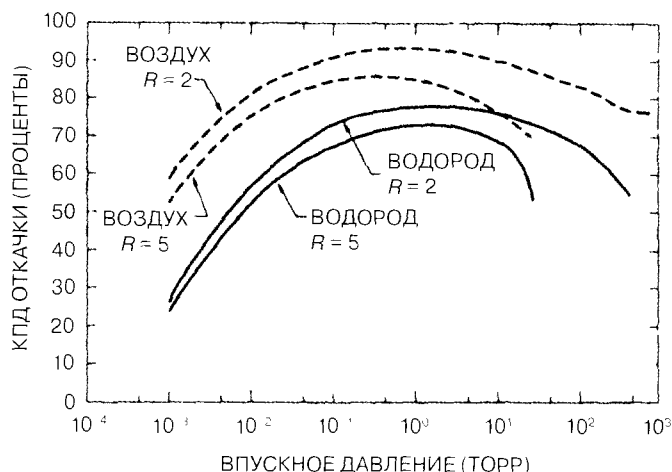


Рис. 5. Зависимость КПД откачки двухроторного насоса от выпускного давления при различных отношениях ступеней системы (R) и видах откачиваемого газа (воздух и водород)

тия. По мере увеличения частоты вращения КПД насоса увеличивается, потому что обратный поток остается меньше вытесненного.

2.3.4.4. Обратный поток газа

Газы, адсорбированные на поверхностях роторов и захваченные в незначительных мертвых объемах, переносятся из межступенчатого пространства высокого давления и выпускаются при низком выпускном давлении. Влияние обратного потока газа при давлении выше 0,1 Торр является минимальным. Полировка поверхностей крыльчаток может значительно сократить обратный поток.

2.3.5. Расчеты быстроты действия двухроторных вакуумных насосов насоса

Общая быстрота действия двухроторного насоса первой ступени в вакуумной системе является функцией КПД самого двухроторного насоса и поддерживающего его работу форвакуумного насоса. В стандартных двухступенчатых системах быстрота откачки системы обычно указывается производителем. Для нестандартных двухступенчатых и многоступенчатых систем указанная быстрота действия форвакуумного насоса — это отправная точка для расчетов. Вначале рассчитывается быстрота действия двухроторного насоса, соединенного с форвакуумным насосом, а затем в случае многоступенчатых систем расчеты продолжают до тех пор, пока не будет определена быстрота действия качки двухроторного насоса первой ступени.

Информация, обычно предоставляемая производителем для расчета быстроты действия, — это кривая максимальной степени сжатия при нулевом потоке (K_0). На рис. 6 показаны типичные кривые степени сжатия при трех значениях частоты вращения. Эти кривые получают, блокируя выпуск насоса (нулевой поток), а затем при работающем двухроторном и форвакуумном насосах выпускают воздух или другой газ в межступенчатый объем между этими насосами. После этого измеряют давления между ступенями и результирующее давление на впуске двухроторного насоса и строят график K_0 (степень сжатия P_2/P_1) как функции межступенчатого давления P_2 .

Согласно уравнению (2), пусть $P_2/P_1 = K$, тогда

$$E = 1 - K S_B / S_B. \quad (3)$$

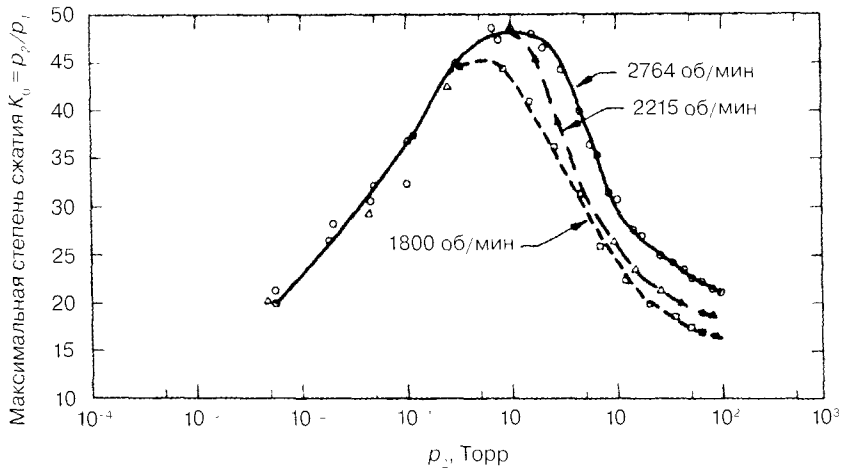


Рис. 6. Типичные кривые степени сжатия K_0 при нулевом потоке. Данные были получены при трех различных частотах вращения роторов. Обратный поток газа снижается пропорционально увеличению частоты вращения

Когда поток на впуске равен нулю, обратный поток уравнивается быстротой действия насоса, общая быстрота откачки системы равна нулю, КПД равен нулю, отсюда

$$K_0 = S_D / S_{IB}. \quad (4)$$

Общее уравнение КПД двухроторного насоса выводят из уравнений (3) и (4):

$$\Gamma = 1 - K / K_0. \quad (5)$$

Устанавливая соотношение между величинами быстрот действия форвакуумного и двухроторного насосов, получаем, пренебрегая влиянием температуры:

$$\begin{aligned} S_2 P_2 &= (E S_D) P_1, \\ K &= (E S_D) / S_2 \quad \text{и} \quad K = E K_0, \\ (S_D / S_2 = K_0 &= \text{теоретическая степень сжатия}). \end{aligned} \quad (6)$$

Из уравнений (5) и (6), получаем:

$$E = \frac{K_0}{K_0 + K_D}. \quad (7)$$

Пример расчета быстроты откачки:

S_D — быстрота действия двухроторным насосом, $S_D = 600 \text{ м}^3/\text{час}$;

S_2 — быстрота действия форвакуумного насоса при $P_2 = 1 \text{ Торр}$, $S_2 = 200 \text{ м}^3/\text{час}$;

$K_0 = 44$ из рис. 6 при данном давлении P_2 и частоте вращения роторов 1800 об/мин для воздуха

$$K_D = S_D / S_2 = 600 / 200 = 3$$

$$S_2 = E S_D = 0,94 \cdot 600 = 563 \text{ м}^3/\text{час}$$

$$E = \frac{K_0}{K_0 + K_D} = \frac{44}{44 + 3} = 0,94$$

$$P_1 = \frac{S_2 P_2}{S_1} = \frac{200 \cdot 1}{563} = 3,6 \cdot 10^{-1} \text{ Торр}.$$

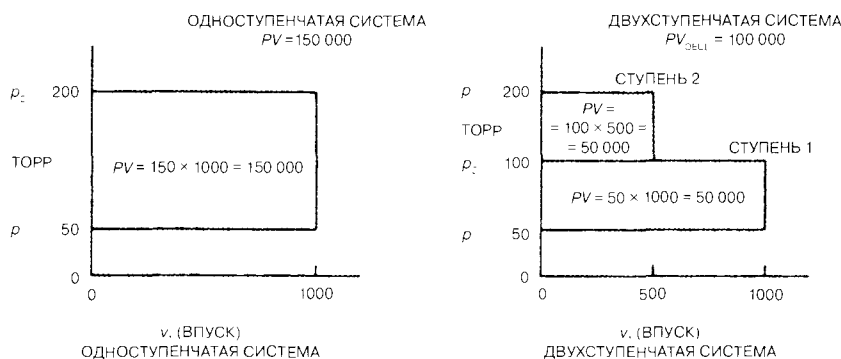
2.3.6. Требования к подводимой мощности

Требования к мощности в системах откачки с двухроторными насосами отличаются от обычных. Многие системы работают при низком рабочем давлении в течение большей части своего рабочего цикла. Время работы при высоком давлении может быть относительно коротким, а большой двигатель, необходимый для откачки большого потока газа, может оказаться незагруженным. Также большие двигатели, работающие при низких нагрузках, могут вызывать проблемы с коэффициентом мощности. В целях сокращения первоначальных и эксплуатационных затрат системы конструировались с использованием двигателей, которые при пиковых нагрузках были значительно перегружены. Двигатели работали удовлетворительно, но для предотвращения повреждения отказов требовалось заранее точно определить безопасное время работы при перегрузке. Приходилось использовать высокотемпературные обмотки и тепловую защиту от перегрузки.

Экономия мощности можно обеспечить благодаря использованию двух двухроторных насосов, соединенных последовательно, или комбинации двухроторный — форвакуумный насосы для получения данного давления. Этому способствует присущая двухроторным насосам зависимость давление—объем.

Двухроторные насосы имеют прямоугольные диаграммы этой зависимости. Если повышение давления происходит при постоянном объеме вытеснения, полученный в результате график зависимости на протяжении одного полного цикла будет прямоугольным при идеальных условиях. На рис. 7 для одного двухроторного насоса при повышении давления до 200 Торр, $PV = 150\,000$. Если используются две ступени с принимаемой степенью сжатия 2, PV будет равняться 100 000. Расход мощности — это прямая зависимость от PV , тогда экономия будет значительной. Стоимость использования двух двухроторных насосов, соединенных последовательно, может быть больше экономии на мощности, но такие системы создавались с учетом других факторов, а не экономии.

Мощность, необходимая двухроторному насосу, является суммой мощности, необходимой для сжатия газа, плюс мощность, необходимая для преодоления трения подшипников, уплотнений, шестерен и т. д. Значения потерь на трение необходимо получать у производителя двухроторных насосов. Мощность для сжатия рассчитывается следующим образом:



$$\begin{aligned}
 KW &= 3,7 \cdot 10^{-5} S_D p_1 [(p_2/p_1) - 1] \\
 P_2/P_1 &= r; \quad p_1[r - 1] = p_2 - p_1 \quad \text{и} \\
 KW &= 3,7 \cdot 10^{-5} S_D (p_2 - p_1).
 \end{aligned}
 \tag{8}$$

Обращаем внимание на то, что мощность для сжатия зависит от объема вытесненного газа и разницы давлений, но не зависит от вида газа. При отсутствии конкретной информации можно прибавить приблизительно 20% к расчетной мощности, необходимой для преодоления трения, но лучше всего для выяснения этого значения обратиться к производителю. Кроме этих потребностей в мощности, каждый двухроторный насос имеет нижний и (как можно предположить) верхний пределы мощности. Нижний предел устанавливается мощностью, необходимой для преодоления трения и инерции роторов при их запуске и доведения до рабочей частоты вращения при отсутствии газовой нагрузки. Верхний предел диктуется механической прочностью рабочих компонентов: роторов, шестерен, валов, подшипников и т. д. Эти данные также следует выяснять у производителя.

2.3.7. Влияние температуры

2.3.7.1. Максимально допустимое повышение температуры

Максимально допустимое непрерывное повышение температуры газа устанавливается производителями двухроторных насосов в целях предотвращения заклинивания, вызванного относительным тепловым расширением роторов и корпуса. Допустимое повышение температуры колеблется в зависимости от размера насоса и производителя, но средней величиной может быть 100 °С, исходя из максимальной впускной температуры 37 °С. Относительное расширение происходит потому, что и корпус, и роторы поглощают значительные количества теплоты сжатия, но роторы частично изолированы вакуумом и расширяются с большей скоростью, чем корпус. Повышение температуры газа можно рассчитать следующим образом:

$$T_1 - T_2 = \frac{(k-1)T_1}{k} \cdot \frac{(r-1)F}{E}, \tag{9}$$

где T_2 — температура на выпуске, К; T_1 — температура на впуске, К; $r = p_2/p_1$; $k = c_p/c_v = 1,4$ для воздуха; F — коэффициент повышения температуры.

Коэффициент повышения температуры F получают эмпирически и учитывают при потерях теплоты вследствие излучения и конвекции. На рис. 8 показаны типичные коэффициенты повышения температуры (для различных насосов), в зависимости от впускного давления, коэффициента сжатия и частоты вращения. Обратите внимание на то, что по мере уменьшения степени сжатия и увеличения частоты вращения коэффициент увеличивается. Эта повышает КПД, что теоретически снижает повышение температуры. Однако увеличение КПД также приводит к меньшим потерям теплоты, отсюда — к увеличению коэффициента.

Когда температура на впуске выше 37 °С, максимальное допустимое скорректированное повышение температуры T_a должно быть уменьшено следующим образом:

$$T_{a\text{корр}} = T_a - 0,66(T_{\text{in}} - 27^\circ\text{C}), \tag{10}$$

где T_{in} — температура на впуске, °С.

Поскольку тепловое расширение зависит от времени, при откачке возможно превышение максимального допустимого повышения температуры, при условии, что давление запуска двухроторного насоса не превышает определенный предел. Для выяснения этого предела сле-

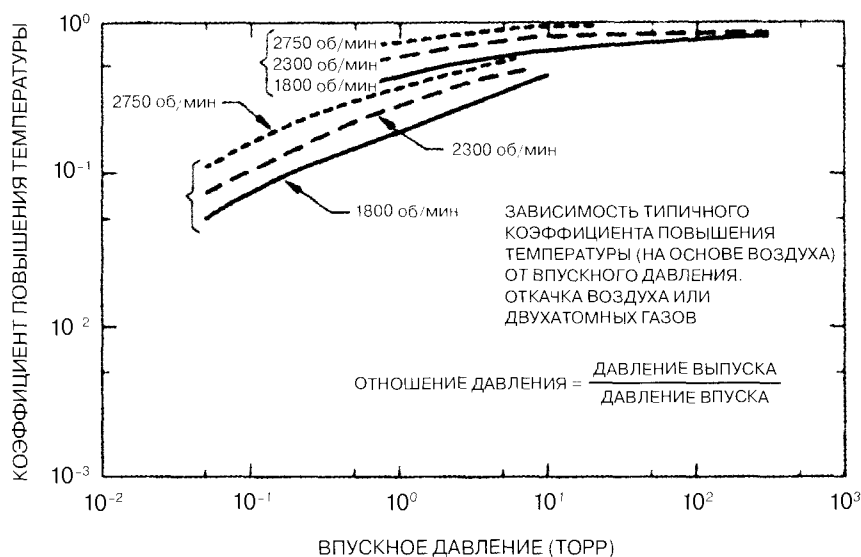


Рис. 8. Коэффициент повышения температуры. Эмпирические данные для коррекции теоретического повышения температуры

дует обратиться к производителю. В качестве предостережения можно сказать, что если время между откачками очень короткое, а цикл повторяющийся, было бы лучше не превышать непрерывный допустимый предел.

2.3.7.2. Максимально допустимая температура на выпуске

Максимально допустимая температура на выпуске зависит от материала конструкции, в частности уплотнительных манжет, смазочных материалов и т. д. Здесь необходимо следовать рекомендациям производителя.

2.3.7.3. Максимальная допустимая степень сжатия

Кривая на рис. 9 и изображает типичную зависимость допустимых степеней сжатия от впускного давления на основе допустимого повышения температуры и средних коэффициентов повышения температуры. Она может использоваться в качестве первого приближения при выборе двухроторных и форвакуумных насосов с последующим более точным анализом их технических характеристик.

2.3.7.4. Охлаждение выпускного газа

Для охлаждения межступенчатого газа в непосредственной близости от роторов могут использоваться охладители с водоохлаждаемыми поверхностями. Получаемый в результате охлаждающий эффект позволяет добиться более высокой степени сжатия.

2.3.8. Контроль потока газа и степени сжатия

Существует несколько систем, позволяющих поддерживать потребление мощности и теплоту сжатия в допустимых пределах.

2.3.8.1. Системы с заданной последовательностью запуска

В системах с заданной последовательностью запуска форвакуумные насосы запускаются первыми, а затем при безопасных значениях рабочего давления включают двухроторные насосы (на-

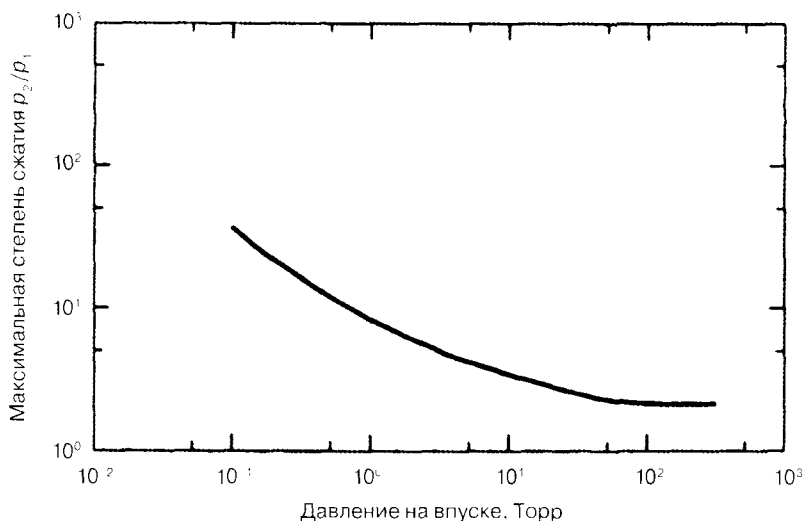


Рис. 9. Наибольшая допустимая степень сжатия (на основе среднего коэффициента повышения температуры)

чина от первого рядом с впуском) посредством реле давления или таймеров. В некоторых вариантах с несколькими ступенями и параллельным соединением при низком давлении могут включаться два двухроторных насоса и более для обеспечения большей скорости действия.

2.3.8.2. Впускное дросселирование

Во впускных дросселирующих системах двухроторный и форвакуумный насосы работают с максимальной скоростью непрерывно. Дроссельный клапан на впуске двухроторного насоса управляет его впускным давлением для поддержания допустимого повышения температуры или, если мощность ограничена, относительного давления. В предыдущем случае по-прежнему необходимы реле температуры. Клапан частично открыт при высоком давлении и полностью открыт при низком давлении.

2.3.8.3. Управление частотой вращения роторов

Системы управления частотой вращения роторов поддерживают допустимые степени сжатия путем постепенного увеличения частоты вращения роторов по мере уменьшения впускного давления. Ниже приводятся некоторые типичные системы управления частотой вращения.

1. Двигатели переменного или постоянного тока с переменной скоростью и приводом.
2. Гидравлическая или магнитная муфта скользящего типа между роторами и приводным двигателем.

2.3.8.4. Обходные клапаны

В системах с обходными клапанами (рис. 10) применяются пружинные или тарельчатые клапаны, а также внешние обходные дроссельные клапаны, которые подают часть выпускаемого газа обратно на впуск двухроторного насоса. Клапан отрегулирован таким образом, чтобы обеспечивать фиксированное безопасное дифференциальное давление в двухроторном насосе. Когда производительность двухроторного и форвакуумного насосов равны, клапан закры-

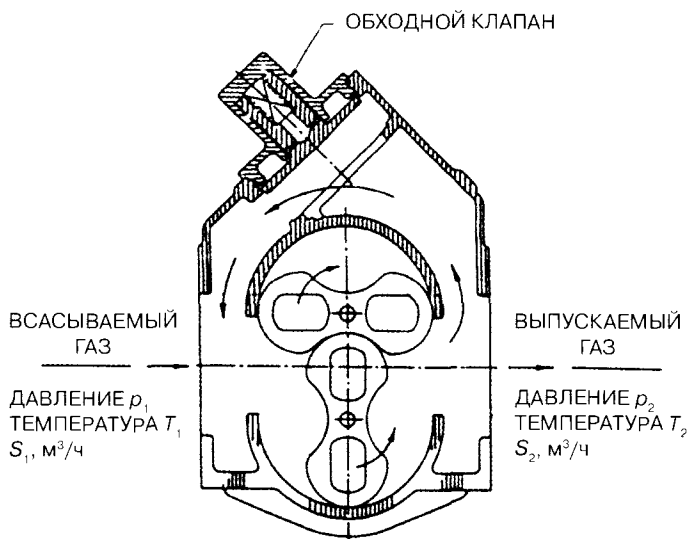


Рис. 10. Двухроторный вакуумный насос с обходным клапаном. Безопасное относительное давление устанавливается путем подбора пружины

ается, т. е. клапан закрывается при давлении $p = (p_2 - p_1)/(p_2/p_1) - 1$. На рис. 10 показан стандартный двухроторный насос с входящим в него обходным клапаном. Двухроторный и форвакуумный насосы работают с полной быстротой, начиная с атмосферного давления до предельного остаточного давления. Требуемая мощность двухроторного насоса зависит от выбранного перепада давления.

Впускное дросселирование, управление частотой вращения роторов и системой обходного клапана могут создавать более высокую быстроту действия при работе от атмосферного до безопасного рабочего давления, чем система с заданной последовательностью запуска (рис. 11). Допустив, что все системы сконструированы таким образом, чтобы обеспечивать одинаковое безопасное относительное давление, увеличение быстроты откачки будет равным для всех трех систем.

2.3.8.5. Двухроторные насосы с обратной подачей холодного газа

Конструкция двухроторных насосов с обратной подачей холодного газа позволяет холодному воздуху входить в захваченный объем, где он смешивается с газом на выпуске и уменьшает его температуру. Эти насосы, как правило, используются при значениях давления 200 Торр и выше. Они также могут применяться и при более низких значениях давления. Преимуществом этих насосов является то, что при более высоких значениях давления они могут поддерживать степень сжатия 4:1 по сравнению с 2,2:1 для неохлаждаемых насосов. Эта особенность позволяет исключить одну ступень из системы двухроторных насосов с выпуском в атмосферу или в случае, когда эти насосы используются в качестве форвакуумных при последовательном соединении. Недостатком является высокое потребление мощности, как об этом говорилось в подразделе 2.3.6.

Для обратной подачи может использоваться атмосферный воздух или специальные газы, которые должны быть сохранены, тогда часть выпущенного газа выпуска подается обратно через охладитель (рис. 12).

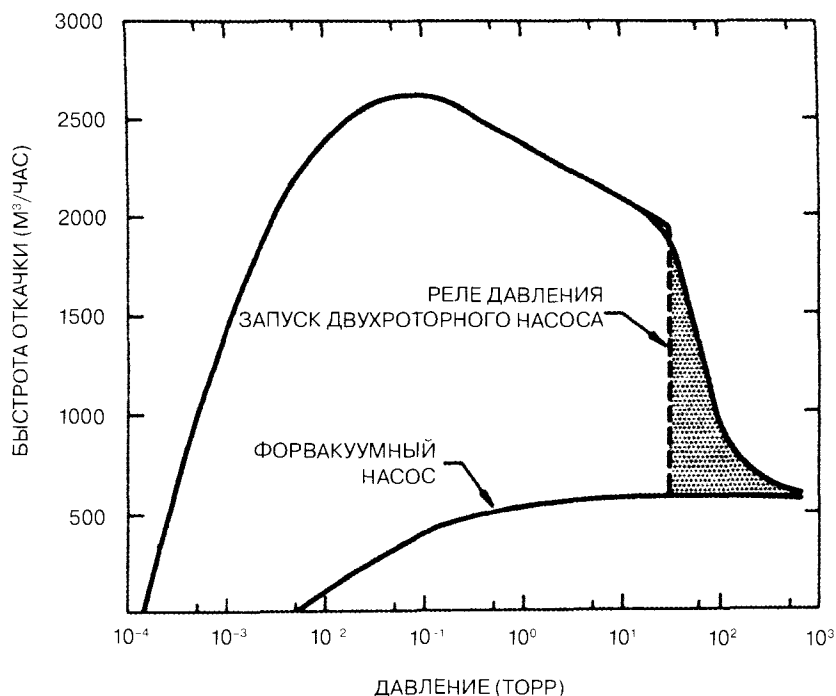


Рис. 11. Типичная быстрота откачки системы, состоящей из двухроторного и форвакуумного насосов с управляемой степенью сжатия. Оба насоса работают от атмосферного давления. Заштрихованная область указывает увеличение быстроты откачки (с помощью управления степенью сжатия)

2.3.9. Двухроторные вакуумные насосы с жидкостным уплотнением

В некоторых роторных насосах используются вода и другие жидкости (в частности масло), впрыскиваемые во впускное окно, где они выступают в роли охлаждающей и герметизирующей среды. При водяном уплотнении рабочее давление одноступенчатого насоса составляет приблизительно 100 Торр, а двухступенчатого — 50 Торр. Предельное остаточное давление, как правило, зависит от давления водного пара при данной температуре. Более низкие значения давления могут быть достигнуты в случае жидкостей с более низким давлением паров. Такие роторные насосы конкурируют с жидкостными кольцевыми насосами. Как правило, они потребляют меньше воды и мощности, чем жидкостные кольцевые насосы, но их первоначальная стоимость может быть выше. Как и в случае жидкостных кольцевых насосов, следует учитывать стоимость утилизации отработанных жидкостей и затраты на системы замкнутого цикла для охлаждения и восстановления дорогостоящих жидкостей или экономии воды.

2.3.10. Некоторые конструкции насосных систем

Широкий диапазон имеющихся типов двухроторных и форвакуумных насосов предоставляет конструктору возможность оптимизации насосных систем в соответствии с требованиями потребителя. Ниже приведены некоторые интересные примеры систем, разработанных для конкретных видов применения.

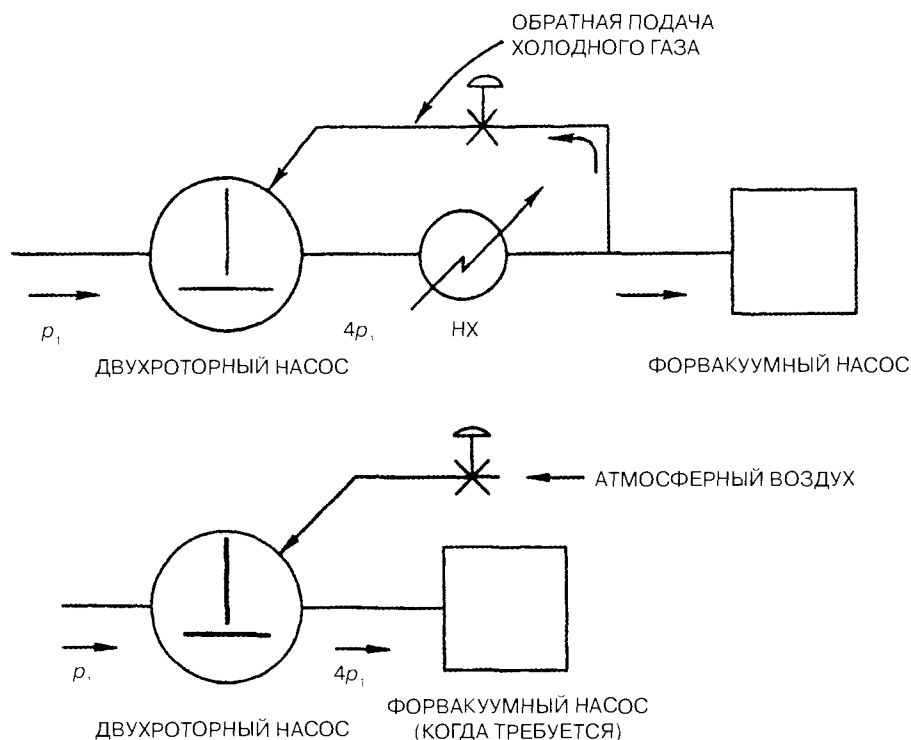


Рис. 12. Вакуумные системы с обратной подачей холодного газа: а — система рециркуляции откачанного газа; б — охлаждение атмосферным воздухом

2.3.10.1. Многоступенчатые насосные системы

Многоступенчатые насосные системы, как правило, используются в тех случаях, когда необходимо откачать большие объемы в относительно короткое время. При начале откачки с уровня атмосферного давления для поддержания допустимой степени сжатия на каждой ступени используется несколько ступеней. В качестве примера приводим трехступенчатую систему последовательно и параллельно соединенных насосов (рис. 13), спроектированную для откачки камеры объемом 1308 м^3 от давления 760 Торр до 0,01 Торр за 2 ч. с утечкой воздуха 20 Торр л/с. Начиная с последней, каждая ступень последовательно запускается с временной задержкой в несколько секунд в целях сокращения первоначального всплеска мощности. При наличии соотношения 2:1 между тремя ступенями межступенчатые перепускные клапаны поддерживают максимально допустимое относительное давление 400 Торр. Избыточный воздух выпускается через клапаны до тех пор, пока не сравняется производительность предшествующей и последующей форвакуумных ступеней. Межступенчатые теплообменники отводят теплоту сжатого газа, поддерживают приблизительно постоянную степень сжатия и ограничивают температуры на впуске для последующих ступеней. В таких системах поддерживается быстрая откачка первой ступени $10270 \text{ м}^3/\text{ч}$ при откачке от атмосферного давления до 2 Торр. При 2 Торр первая и вторая ступени были соединены параллельно клапанами, обеспечивая быстроту действия $15518 \text{ м}^3/\text{ч}$ для того, чтобы справиться с утечкой воздуха, которая при 0,01 Торр составляла $7200 \text{ м}^3/\text{час}$. Фактическое время для достижения давления 0,01 Торр составило 100 мин.

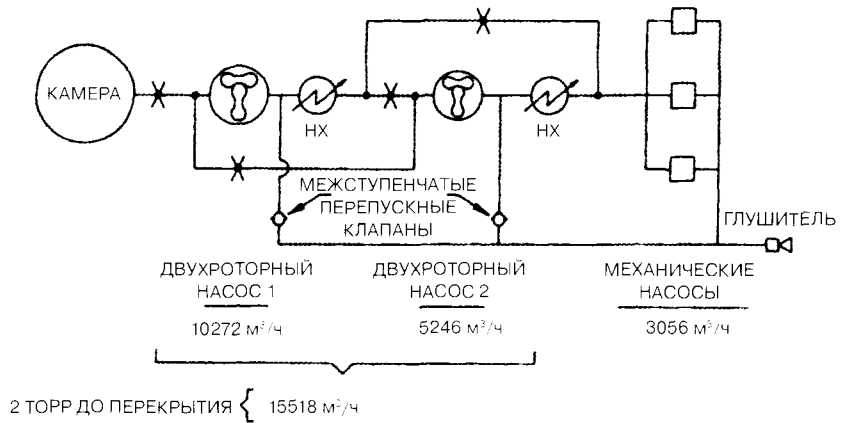


Рис. 13. Трехступенчатая вакуумная система с последовательно-параллельным соединением насосов. Откачка вакуумной камеры $1,308 \text{ м}^3$ от 760 до 0,01 Торр за 100 мин. с утечкой воздуха 20 Торр л/с. Двухроторные насосы соединены параллельно при давлении 2 Торр, чтобы справиться с утечкой воздуха при 0,01 Торр (источник: Stokes Vacuum Inc.)

Пиковое потребление мощности для ступеней 1 и 2 составило 159 и 75 кВт соответственно. Средняя мощность в течение двадцатиминутного периода составила приблизительно 60% пика. Были выбраны двигатели с мощностью 100 и 56 кВт соответственно. Время работы при перегрузке составило приблизительно 3 минуты. Для обмоток использовалась высокотемпературная изоляция, а специальная защита при превышении температуры обеспечивалась датчиками, встроенными в обмотки.

2.3.10.2. Насосная система для откачки жидкого водорода

Насосная система (рис. 14) была разработана для откачки чистого водорода с быстротой $10200 \text{ м}^3/\text{ч}$ при 52 Торр 14 К. Благодаря увеличению теплоты температура на впуске составила приблизительно 249 К. Для перемещения холодного газа была выбрана трехступенчатая насосная система с жидким уплотнением. В качестве уплотнительной жидкости использовался этиленгликоль, который циркулировал в системе замкнутого цикла, где он нагревался до 40°C для того, чтобы поддерживать рабочую температуру роторных насосов. Жидкостное уплотнение увеличивало КПД двухроторных насосов, позволяя использовать насосы меньшего размера и прямой выпуск в атмосферу.

2.3.10.3. Система вакуумной дегидратации продуктов

Система вакуумной дегидратации продуктов (рис. 15) была создана для получения предельного остаточного давления 6 Торр при скорости откачки воздуха $11,4 \text{ кг/ч}$ и водяного пара 100 кг/ч . Для этого применялась система двухроторный насос — конденсатор — механический насос, обеспечивающая общую быстроту откачки системы $18500 \text{ м}^3/\text{ч}$. Двухроторный насос использовался для увеличения давления, при котором работали конденсаторы — в данном случае от 6 до 18 Торр. Двум конденсаторам, каждый с ресиверами, необходимо было сконденсировать и удалить всю воду при подаче холодильником охлажденной воды при 10°C . Автоматически работающий клапан управления давлением, расположенный между конденсаторами и механическим насосом, поддерживал в конденсаторах давление 18 Торр, для того чтобы воспрепятствовать обратному потоку конденсированного пара. Большая часть воды удаля-

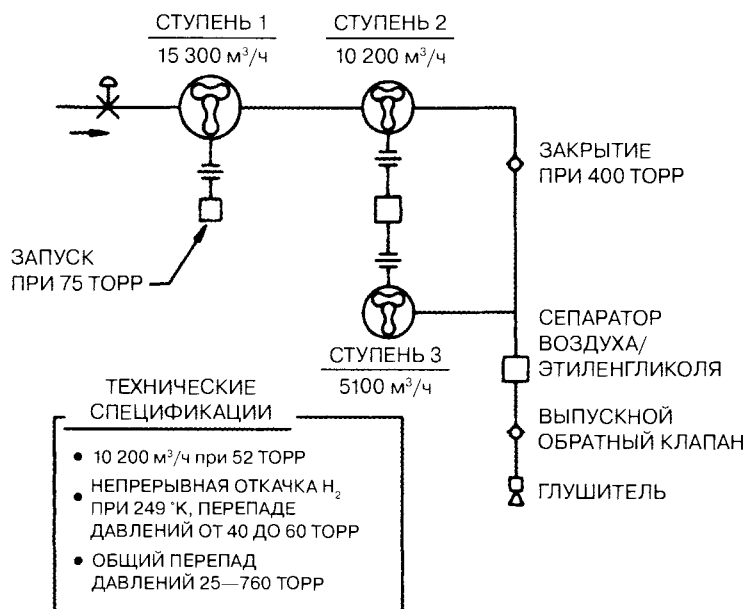


Рис. 14. Насосная система для откачки жидкого водорода. Нагретый этиленгликоль впрыскивался на впуске двухроторных насосов для герметизации и поддержания рабочей температуры (источник: Stokes Vacuum Inc.)

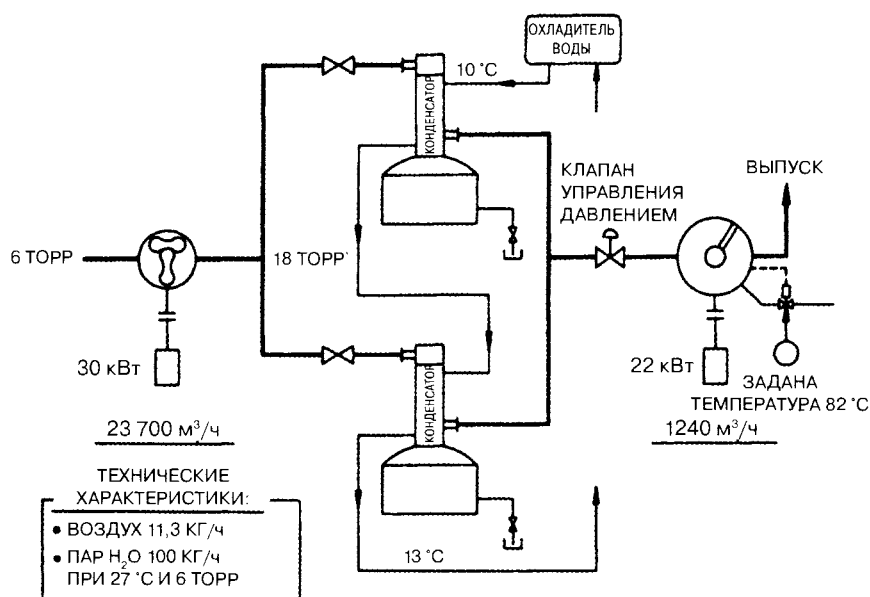


Рис. 15. Система дегидратации продуктов. Большой массовый поток водяного пара (100 кг/ч) при небольшом воздушном потоке (11,3 кг/час) были откачаны при 6 Торр. Форвакуумный насос откачивал воздух и водяной пар при парциальном давлении и температуре конденсатора 10 °С (источник: Stokes Vacuum Inc.)

лась конденсаторами, был использован небольшой форвакуумный насос только для откачки воздуха и небольшого потока водяного пара при давлении, соответствующем парциальному давлению водяного пара в конденсаторе. Форвакуумный насос работал при 82 °С.

Система конденсации предназначалась для работы в течение 8 ч. При добавлении автоматических клапанов для слива воды во время работы данная система может работать непрерывно.

2.4. Пароструйные (диффузионные) насосы

Марсбел Хабланиан
Varian Associates

Многие высоковакуумные насосные системы включают в себя пароструйный и механический насосы.

Механические вакуумные насосы используются для откачки приблизительно 99,99% воздуха из камеры, уменьшая давление в вакуумной системе до нужного рабочего диапазона. Этот процесс широко известен под названием *предварительное разрежение*. После достижения соответствующих условий потока и давления газа (обычно от 10^{-1} до 10^{-3} Торр) запускают пароструйный насос. Механический насос теперь используется для поддержания соответствующих условий выпускного давления для пароструйного насоса у соединения с форвакуумной линией. Этот процесс называется *форвакуумированием*.

Пароструйные насосы обычно используются, когда необходима высокая постоянная бы-строта откачки для всех газов в течение продолжительного времени без необходимости осуществления постоянного контроля. В сущности они представляют собой паровые эжекторные насосы, модифицированные для создания высокого вакуума. В прошлом вопросам диффузии и конденсации паров уделялось неоправданно большое внимание, в результате чего насос получил первоначальное название.

Базовая форма конструкции была создана еще 70 лет назад. Современные насосы направляют паровой поток с высокой скоростью в направлении откачки. Захват откачиваемого газа данным потоком в принципе мало отличается от паровых эжекторов или других паровых насосов и компрессоров. Первоначальной рабочей жидкостью насоса была ртуть. Масла впервые стали использоваться в 1928 году.

Данный подраздел посвящен главным образом рассмотрению масляных пароструйных насосов.

2.4.1. Базовая конструкция насоса

Типичный пароструйный насос состоит из вертикального, обычно цилиндрического корпуса, снабженного фланцевым впуском для подсоединения к вакуумной системе. Дно цилиндра закрыто, образуя кипятильник, снабженный нагревателем. Верхние две трети корпуса окружены охлаждающим змеевиком. Выпускной канал (или линия первичного разрежения) предусмотрен на стороне нижнего корпуса насоса для выпуска откачанных газов и паров в механический насос первичного разрежения. На рис. 1 показана схема одноступенчатого пароструйного насоса.

Струеобразующая конструкция эжектора располагается внутри корпуса насоса. Она состоит из концентрического цилиндра, частично закрытого крышкой и снабженного расширяющимися соплами для образования струй, через которые пары рабочей жидкости могут выхо-

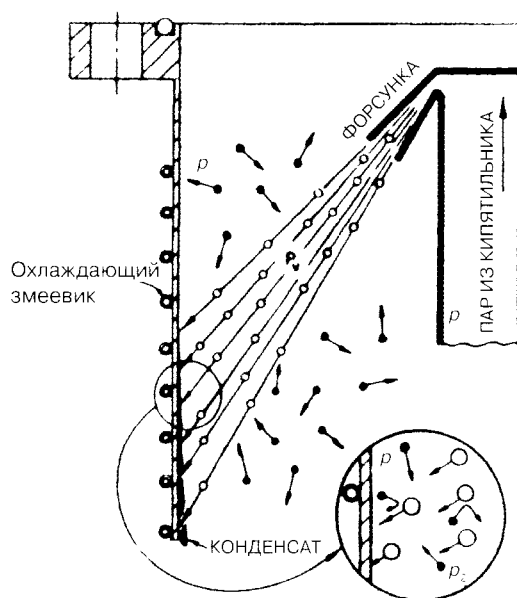


Рис. 1. Схема одноступенчатого пароструйного насоса. Белые кружки — молекулы струи пара; черные кружки — молекулы газа

дуть с высокой скоростью. Конструкция насоса не включает в себя движущихся механических деталей.

Во время эксплуатации рабочая жидкость в кипятильнике насоса нагревается посредством электрического элемента, закрепленного на нижней части корпуса, выпуская поток пара. Этот пар поднимается к эжектору и выпускается через кольцевую форсунку в направлении вниз и наружу по водоохлаждаемой стенке корпуса насоса.

Молекулы газа, поступающие на впуск насоса, вовлекаются в поток пара рабочей жидкости и приобретают импульс, направленный вниз. Поток пара обычно выпускают со сверхзвуковыми скоростями. Смесь пара и газа движется вниз в направлении форвакуумной линии. Когда составляющие масляные компоненты гакон струи ударяются о водоохлаждаемую стенку корпуса насоса, они конденсируются и возвращаются в кипятильник в жидком виде. Захваченные молекулы газа продолжают свой путь в направлении выхода, где они удаляются механическим насосом первичного разрежения.

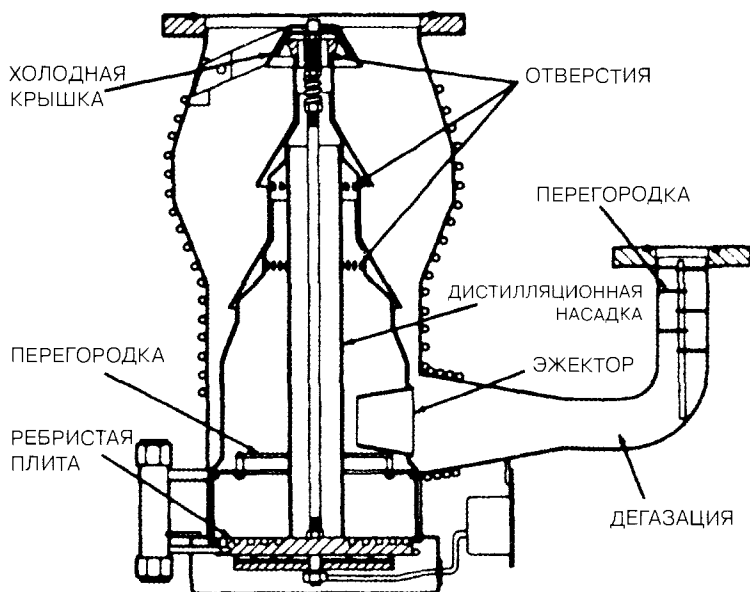
Конденсированные пары масла возвращаются в кипятильник. Масло нагревается снова, происходит его повторное испарение для поддержания потока пара в эжекторе и непрерывности механизма откачки. Вид в разрезе типичного многоступенчатого пароструйного насоса показан на рис. 2.

Откачивающее действие в пароструйном насосе возникает в результате столкновении между молекулами пара и газа. Молекулам газа труднее пересекать поток пара в направлении против потока. Таким образом, в сечении струи пара создается перепад давлений (или молекулярной плотности). Отношение давлений, создаваемых потоком пара, может быть приблизительно выражено следующим образом:

$$p_2/p_1 = \exp(\rho VL/D),$$

где ρ — плотность пара; V — скорость струи пара; L — ширина струи пара; D — постоянная, зависящая от коэффициента диффузии и молекулярной массы (M) и диаметров молекул (σ) пара и газа [1]:

Рис. 2. Многоступенчатый пароструйный насос



$$D = \frac{3}{8(2\pi)^{1/2}} \left(RT \frac{M_1 + M_2}{M_1 M_2} \right)^{0.5} \left(\frac{\sigma_1 + \sigma_2}{2} \right)^{-2},$$

где нижний индекс 1 относится к откачиваемому газу, а 2 — к рабочей жидкости насоса, R — газовая постоянная; T — температура.

Отсюда можно видеть, что отношение давлений гораздо ниже для более легких газов.

Взаимодействие пара и откачиваемого газа можно проиллюстрировать экспериментально путем нахождения распределения плотности обоих газов в области откачки. Распределение плотности газа, измеренной ионизационным вакуумметром, показано на рис. 3, а распределение пара, поступающего на стенку насоса, — на рис. 4. На рис. 3 видно проникновение откачиваемого воздуха в струю пара, его относительное отсутствие в центре струи рядом с выходом из форсунки и постепенное сжатие. Процесс на второй ступени происходит таким же образом.

2.4.1.1. Число ступеней

Число насосных ступеней или паровых сопел зависит от конкретных технических условий. Одноступенчатый насос должен удовлетворять противоречивым требованиям: с одной стороны, необходима высокая быстрота действия, а с другой стороны, — высокая степень сжатия. Обычно первая ступень на впуске характеризуется высокой быстротой действия и низкой степенью сжатия, а последняя ступень — наоборот. Небольшие насосы часто имеют три ступени, а большие — пять или даже шесть. Первоначальные ступени имеют кольцевые сопла; ступень выпуска иногда имеет крупное сопло и называется *эжектором*. Принципиальных отличий подобные варианты насосов не имеют, хотя выбор того или другого варианта позволяет получить некоторые преимущества. Иногда для удовлетворения определенных эксплуатационных требований могут использоваться два пароструйных насоса, соединенных последовательно. Следствием этого является увеличение количества ступеней сжатия, что позволяет использовать различные рабочие жидкости.

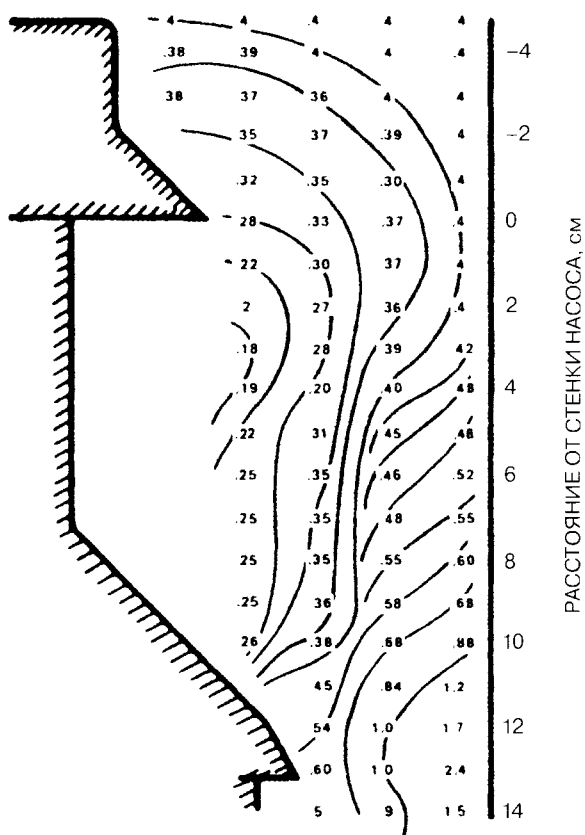


Рис. 3. Распределение плотности газа на основании измерений ионизационным вакуумметром

2.4.1.2. Взаимодействие пара и газа

Как указывалось выше, откачивающее действие пароструйных вакуумных насосов основано на работе масляных или паровых эжекторов. Потенциальная энергия повышенного давления внутри струйного узла (давление в кипятильнике) преобразуется в кинетическую энергию потока или струи пара высокой скорости, после того как поток или струя пройдут через сопло.

Газ откачивается струей посредством передачи импульса в направлении откачки. Поскольку рабочие жидкости, используемые в пароструйных насосах, легко конденсируются при комнатной температуре, в компактном пространстве можно установить многоступенчатую систему, состоящую из сопел и конденсаторов.

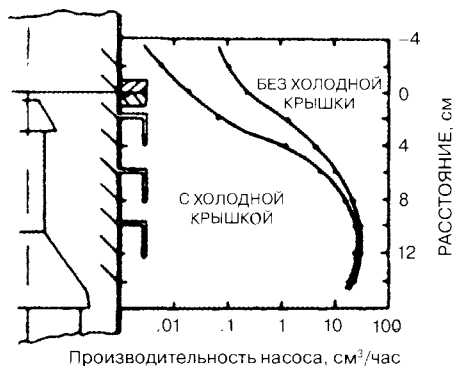


Рис. 4. Распределение плотности пара, поступающего на стенку насоса

2.4.1.3. Диапазон рабочих давлений

Диапазон давлений пароструйных насосов находится в пределах от 10^{-10} до 10^{-1} Торр. При предельном высоком давлении установившееся давление (на выпуске насоса) обычно не должно превышать приблизительно 10^{-3} Торр. Без крио-

тенной откачки и термической обработки самое низкое остаточное давление на впуске составляет приблизительно 10^{-8} Торр. С помощью криоустройств, например ловушек, охлаждаемых жидким азотом, можно получить значения впускного давления ниже 10^{-10} Торр. Как правило, требуется термическая обработка и последующее охлаждение откачиваемых камер и впускных каналов для расширения диапазона давлений, поскольку эти процессы могут сократить газо-выделение и способствовать сорбционной откачке.

2.4.1.4. Основные технические характеристики

Техническая характеристика пароструйного насоса обычно изображается в виде кривой зависимости быстроты действия от впускного давления, как показано на рис. 5. Кривая состоит из четырех характерных участков. Слева можно наблюдать уменьшение быстроты действия по мере приближения к предельному остаточному давлению. Участок постоянной быстроты действия соответствует постоянной скорости газа в условиях молекулярного потока и постоянной диффузии газа в струе пара. Участок перегрузки показывает, что при постоянной производительности насоса достигнут максимальный массовый поток газа. На последнем участке справа видно, что на рабочие характеристики пароструйного насоса оказывает влияние размер форвакуумного насоса. Для режима работы в стабильном состоянии насос не должен эксплуатироваться в области перегрузки.

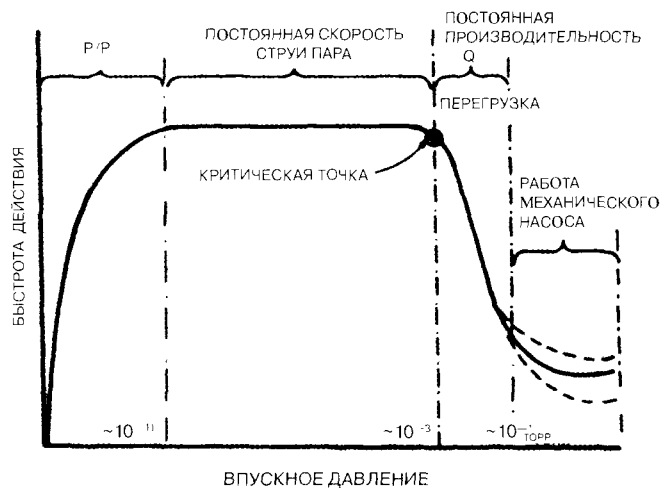
Рабочая характеристика пароструйного насоса в принципе аналогична любому другому насосу, компрессору, воздуходувке, эжектору и подобным устройствам. Существенные элементы взаимной зависимости потока и давления являются аналогичными.

2.4.2. Быстрота откачки

2.4.2.1 Быстрота откачки системы и быстроты действия насоса

Быстроту действия на впуске в насос измеряют методом, предусмотренным Рекомендуемой практикой Американского вакуумного общества (рис. 6). Каналы, соединяющие насос с камерой, перегородки и ловушки, препятствуют потоку, приводя в результате к перепадам давлений. В условиях молекулярного потока широко распространенной является ситуация, когда жалюзи или ловушка имеют проводимость, численно равную быстроте действия насоса. Та-

Рис. 5. Рабочая характеристика пароструйного насоса в виде кривой зависимости быстроты действия от давления на впуске



ким образом, быстрота откачки системы в окне откачки камеры может составлять половину или одну треть быстроты действия насоса.

В установившемся режиме потока производительность остается постоянной, поэтому на максимальную производительность насоса не влияет присутствие перегородок, отверстий и т. д. Более низкая быстрота откачки камеры, конечно, создает более высокое давление для любой данной газовой нагрузки. Из-за газовыделения газовая нагрузка в высоковакуумных системах никогда не равняется нулю, поэтому предельное остаточное давление в вакуумной камере всегда выше предельного остаточного давления самого насоса.

2.4.2.2. Зависимость быстроты действия от размера насоса

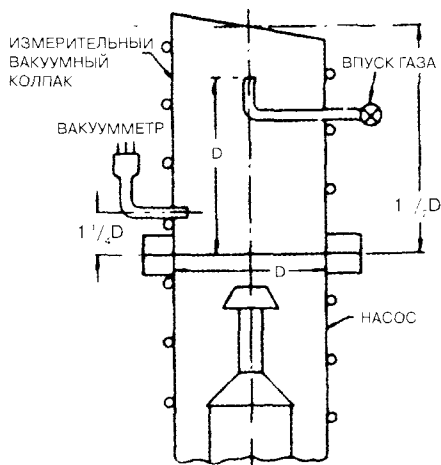


Рис. 6. Рекомендуемая стандартная схема испытания

Согласно рекомендациям Американского вакуумного общества, быстрота действия определяется следующим образом:

$$S = Q / (p - p_0),$$

где Q — поток газа (производительность насоса); p_0 — это предельное давление до эксперимента. На рис. 6 показана стандартная рекомендуемая схема испытания.

Быстрота действия пароструйных насосов почти пропорциональна площади впускного отверстия, но более крупные насосы являются несколько более эффективными, как показано на рис. 7. Геометрические параметры впускных отверстий маленьких и больших насосов не являются строго одинаковыми. Таким образом, возможно, что самые большие насосы с цилиндрическими соплами могут обеспечивать 50%-ное увеличение быстроты действия по сравнению с коническими соплами. Это может стать важным соображением в системах, где желаемая быстрота откачки является настолько высокой, что просто не хватает площади для присоединения дополнительных насосов.

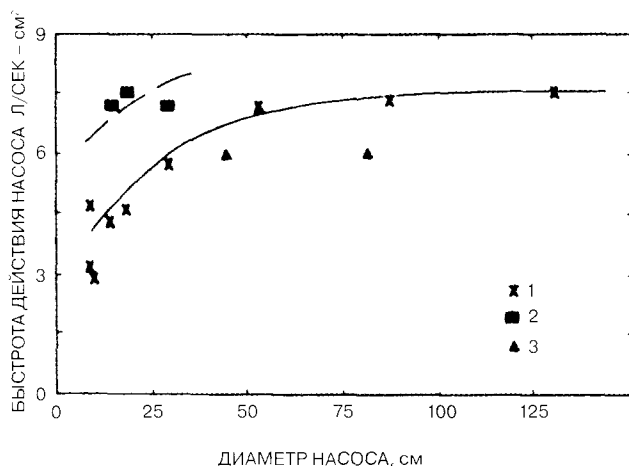


Рис. 7. Быстрота действия больших насосов (позиция 2 — насосы с увеличенным корпусом)

2.4.2.3. Быстрота действия и производительность насоса

Зависимость между быстротой действия насоса и выпускным давлением привела к возникновению некоторого непонимания относительно диапазона давлений, в пределах которого могут использоваться пароструйные насосы. Часто считают, что эти насосы являются нестабильными при значениях давления системы выше 10^{-1} Торр. Такие суждения не следует делать без учета размера насоса и газовой нагрузки системы.

Гораздо проще посмотреть на эту зависимость, обратившись к графику зависимости производительности от выпускного давления (рис. 8). Любое

сочетание производительности и давления, включенное в очерченную область, может быть выбрано для работы, при условии, что выпуск откачиваемого газа ограничивается (дресселируется) при значениях выпускного давления выше приблизительно 10^{-1} Торр. Область установившегося давления может быть расширена даже до 10^{-1} Торр (пунктирная диагональная линия на рис. 8), если уменьшить быстроту действия. Это также зависит в определенной степени от размера форвакуумного насоса (как показано на рис. 5).

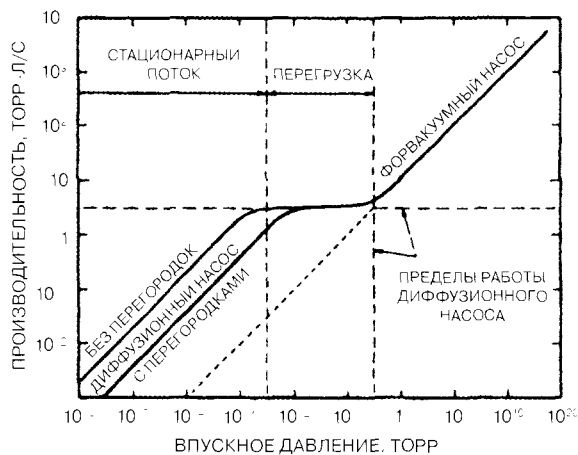


Рис. 8. График зависимости производительности насоса от выпускного давления

2.4.2.4. Влияние размера насоса

Пароструйные насосы изготавливаются с размером фланца от 5 до 120 см. Очевидно, что отличие насосов малого и большого размера заключается в том расстоянии, которое рабочая жидкость насоса (масляный пар) должна проходить от сопла до конденсирующей поверхности или стенки насоса.

Давление в кипятильнике малых и больших насосов приблизительно такое же, поскольку максимальная температура масла ограничена вероятностью его термического разложения. Поэтому плотность пара на выходе сопла практически одинаковая для всех насосов. Однако пар расширяется как в осевом, так и радиальном направлениях, и мы можем допускать, что плотность обратно пропорциональна квадрату расстояния от сопла. Поэтому рядом со стенкой насоса струя бывает достаточно разреженной и менее эффективно захватывает молекулы газа при более высоких значениях давления.

2.4.2.5. Быстрота действия по различным газам

Быстрота действия должна рассматриваться в связи с парциальным давлением каждого вида газа. При измерении быстроты действия значения, получаемые при приближении к предельному остаточному давлению системы, не имеют смысла. Для определения быстроты действия нельзя использовать значения общего давления в силу неопределенностей, связанных с составом газа и состоянием вакуумметра. Общая картина процесса показана на рис. 9. Каждый газ имеет свою быстроту откачки и, что более важно, свое предельное остаточное давление. Обычно измеряемое «предельное остаточное давление» связано с паром рабочей жидкости насоса, газовыми фракциями и, возможно, с водяным паром, остающимся в системе.

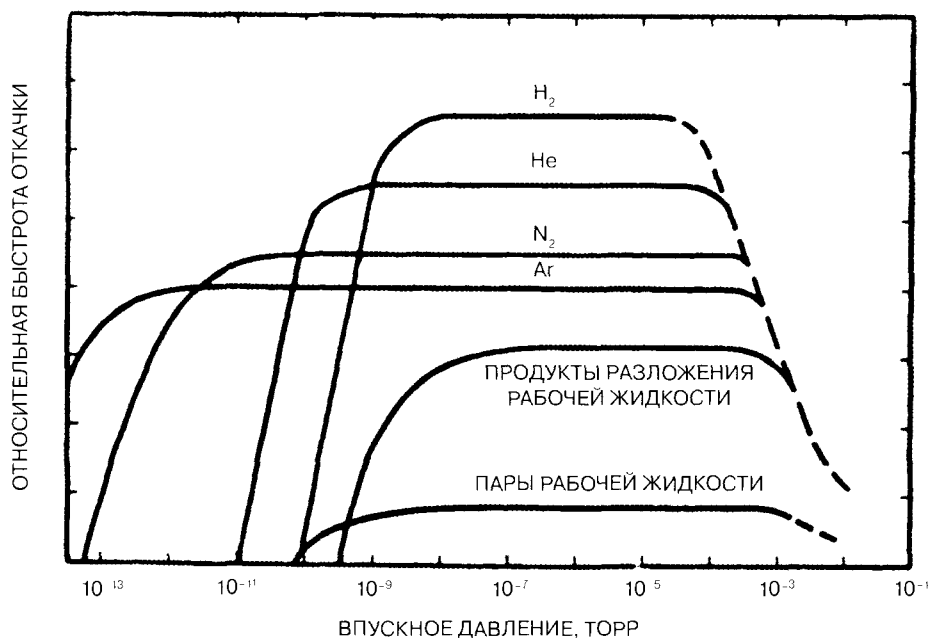


Рис. 9. Быстрота действия по различным газам, которые могут присутствовать в испытательной вакуумной камере

Хотя скорость входящего потока, выраженная в литрах в секунду, должна быть обратно пропорциональной квадратному корню молекулярной массы, более легкие газы не откачиваются с той же быстротой, что и воздух (или азот), и значения быстроты откачки для различных газов не бывают пиковыми при одном и том же значении мощности. Когда необходимы фактические значения, следует сделать отдельные измерения. Обычно газы, присутствующие в вакуумных системах, такие как водный пар, монооксид и диоксид углерода, азот и аргон, откачиваются приблизительно с одинаковой быстротой. Быстрота действия по гелию приблизительно на 20%, а водорода на 30% выше быстроты действия по воздуху. Полное сопротивление жалюзей и ловушек ниже для более легких газов по сравнению с воздухом. Таким образом, значения общей быстроты откачки системы для более легких газов относительно выше значений, полученных для воздуха. На рис. 10 показана типичная рабочая характеристика большого насоса при откачке гелия и водорода. Обратите внимание на то, что максимальная производительность для водорода почти в 3 раза выше, чем для воздуха, что соответствует квадратному корню отношения молекулярной массы. Таким образом, максимальная производительность насоса для аргона на 15% ниже по сравнению с воздухом.

2.4.3. Производительность пароструйного насоса

2.4.3.1. Максимальная производительность

Следует сказать, что максимальная производительность насоса, а не быстрота его действия часто является самой важной характеристикой эффективности работы пароструйного насоса. Значение максимальной производительности определяет величину мощности, необходимую для работы данного насоса. Производительность и мощность имеют аналогичные единицы измерения. Для насосов существующих конструкций, в которых используются современные

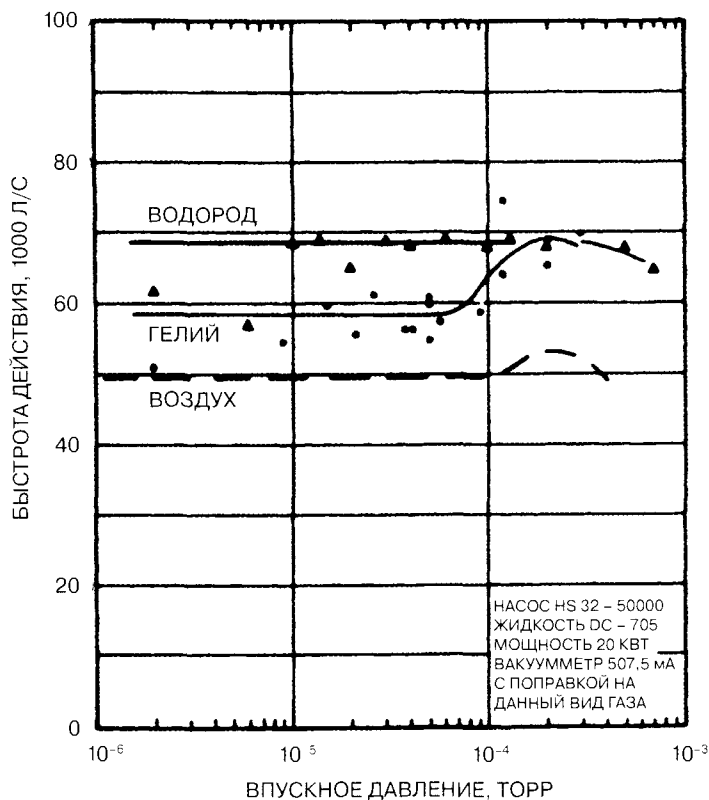


Рис. 10. Типичная характеристика большого насоса при откачке гелия и водорода. Насос Varian-HS 32-50 000; рабочая жидкость — DC-705; мощность — 20 кВт; вакуумметр Varian (507,5 мА) с поправкой на данный вид газа

рабочие жидкости, для получения максимальной производительности 1,2 Торр · л/с требуется приблизительно 1 кВт.

Для систем, остающихся в условиях высокого вакуума в течение продолжительных периодов времени, максимальная производительность не имеет значения. В таких случаях можно предусмотреть уменьшение мощности после первоначальной откачки или использовать нагреватели более низкой мощности. Работа насоса при половинной мощности возможна без изменений конструкции насоса. Специальные конструкции могут быть созданы для режима работы с низкой мощностью (низкой производительностью) с должным учетом соответствующего уменьшения допустимого давления предварительного разрежения.

Для быстрой откачки и высокой газовой нагрузки значение максимальной производительности будет определять размер насоса.

Если перестроить график на рис. 8, поменяв оси, то можно получить более привычное расположение зависимых и независимых переменных (рис. 11). Тогда проще будет увидеть пределы диапазонов максимальной производительности и установившегося давления, а также перегрузки, если эти пределы будут превышены. Более удобным параметром оценки насоса в данном случае при существующей газовой нагрузке системы является впускное давление. Это поможет в выборе необходимого размера насоса, а также поможет провести различие между

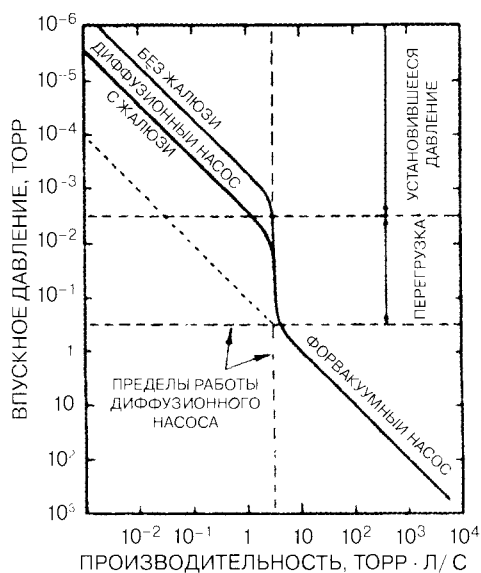


Рис. 11. Характеристика насоса в виде кривой зависимости выпускного давления от производительности

как правило, меньше 0,5 Торр на выпуске пароструйного насоса.

Допустимое выпускное давление пароструйного насоса равно максимальному допустимому давлению на линии предварительного разрежения.

Откачивающее действие пароструйного насоса полностью нарушается, когда превышено допустимое выпускное давление [2]. В сущности, пар выпускной ступени насоса не обладает достаточной энергией и плотностью, чтобы создать барьер воздуху из линии предварительного разрежения, когда его давление превышает определенное значение (обычно около 0,5 Торр). Затем этот воздух будет протекать по насосу в обратном направлении, унося с собой пар рабочей жидкости.

Первоначальное давление восстанавливается примерно на 50% в виде допустимого выпускного давления. При измерении допустимого выпускного давления в обычной системе, не создающей сверхвысокий вакуум, зависимость между выпускным и всасываемым давлением обычно не обнаруживается. Это связано с тем, что максимальное относительное давление воздуха обычно не превышает при отсутствии давления сверхвысокого вакуума на впуске.

2.4.4.2. Требования к форвакуумному насосу

Для того чтобы подобрать соответствующий форвакуумный насос для данного пароструйного насоса, следует ответить на несколько вопросов. Во-первых, каков размер первоначального форвакуумного насоса и будет ли он использоваться как для предварительного разрежения, так и для форвакуумной линии? Во-вторых, ожидается ли, что форвакуумный насос будет работать при максимальной производительности пароструйного насоса? В-третьих, каково допустимое выпускное давление диффузионного насоса? Также каков объем каналов линии предварительного разрежения (или специального резервуара или балластной камеры, которая могла бы использоваться в линии в качестве буфера во время предварительного разрежения)?

требованиями откачки камеры и поддержания необходимого рабочего давления при данной технологической газовой нагрузке.

2.4.4. Допустимое выпускное давление

2.4.4.1. Давление на выпуске

Пароструйный насос предназначен для создания высокого вакуума. Следовательно, давление в его кипятыльнике обычно равняется 1—1,5 Торр. Это означает, что максимальный перепад давлений, который, как ожидается, может создавать насос, равняется 1,5 Торр. Кроме того, рабочие жидкости пароструйного насоса нельзя кипятить при высоких давлениях, поскольку создаваемые в результате температуры будут вызывать разложение жидкости с недопустимой скоростью. Поэтому такие насосы всегда должны поддерживаться другим насосом, создающим давление,

Номинальная быстрога действия требуемого форвакуумного насоса при режиме полной нагрузки получается из следующей формулы:

$$S = Q_{\max} / (TFP),$$

где Q_{\max} — максимальная производительность пароструйного насоса, TFP означает допустимое выпускное давление.

Не учитывая факторы безопасности и проводимости линий предварительного разрежения, следует отметить, что механические насосы часто имеют уменьшенную быстроту действия, когда их выпускное давление равняется допустимому выпускному давлению пароструйного насоса. Может потребоваться коэффициент безопасности 2 для того, чтобы не превысить допустимое выпускное давление, если механический и пароструйный насосы работают в неблагоприятном режиме. Ниже приводится пример расчета давления. Предположим, что имеется насос с максимальной производительностью 4 Торр·л/с и допустимым выпускным давлением (максимальное допустимое выпускное давление) 0,5 Торр при полной нагрузке (при максимальной производительности). Тогда необходима следующая быстрота действия форвакуумного насоса:

$$S = \frac{4}{0.5} = 8 \frac{\text{л}}{\text{с}}.$$

Следовательно, в качестве форвакуумного насоса нужен насос с номинальной быстротой действия 14 л/с (30 куб. футов/мин), при условии, что проводимость между двумя насосами не будет сильно ограничена.

2.4.4.3. Коэффициенты безопасности

Наиболее важным правилом работы пароструйного насоса является следующее: нельзя превышать допустимое выпускное давление! Другими словами, в работающем насосе максимальное допустимое выпускное давление не должно превышать ни при каких обстоятельствах. Соблюдение этого основного требования исключит большинство тех трудностей, с которыми приходится сталкиваться при работе с пароструйными насосами, в особенности, проблемы, связанные с заметным обратным потоком пара откачки в вакуумную систему. Высоковакуумные системы должны проектироваться с блокировками, схемами клапанов, предусматривающими безопасность в случае отказов, или четкими инструкциями, препятствующими возможности превышения допустимого выпускного давления. При установлении максимального допустимого выпускного давления во время проектирования следует учитывать коэффициент безопасности. Оптимальной общей рекомендацией мог бы служить коэффициент безопасности, равный 2. При приближении к режиму максимальной производительности (полной нагрузке) можно ожидать сокращения допустимого форвакуумного давления до 25%, а также некоторого уменьшения мощности нагревателя. Выбор механического форвакуумного насоса должен выполняться с учетом этих моментов. Также следует отметить, что желаемое выпускное давление должно поддерживаться около пароструйного насоса во избежание ошибок, вызываемых ограниченностью проводимости форвакуумных линий и уменьшением быстроты действия механического насоса при более низких значениях давления.

2.4.4.4. Допустимое выпускное давление и перепад давлений

Не следует путать допустимое форвакуумное давление (максимальное допустимое выпускное давление) и максимальный перепад давлений, достигаемый данным насосом. Допустимое

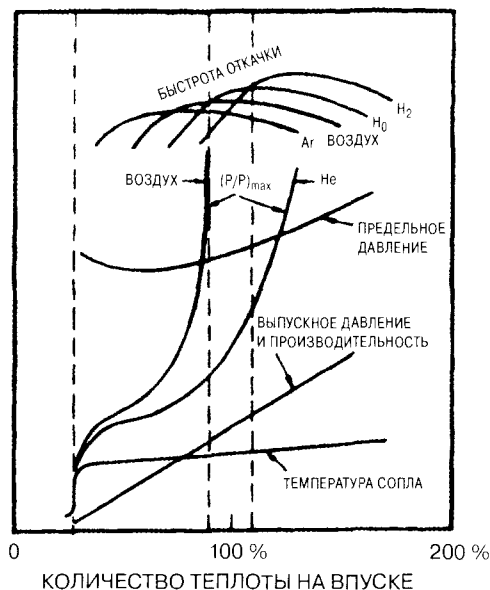


Рис. 12. Зависимость между давлением на выпуске и в кипятильнике и логарифмическая зависимость перепада давления от плотности пара в струе

давление более легких газов, необходим постоянный мониторинг. Обычные насосы часто демонстрируют колебания выпускного давления, превышающие в случае гелия 5 %. Это неприемлемо для некоторых случаев применения, в частности таких, как высокочувствительные вакуумные теческаты (детекторы утечки) масс-спектрометра и аналитические масс-спектрометры, где гелий используется либо в качестве радиоактивного индикатора или газа-носителя. Таким образом, могут потребоваться специальные конструкции насосов, имеющие очень высокое стабильное давление кипятильника с контролем мощности и стабильным откачивающим действием.

Если рассматривать быстроту действия, можно отметить, что рабочие характеристики насосов для гелия и водорода могут характеризоваться довольно-таки большим углом наклона при значениях, близких к величине теплоты пара на выпуске (100%). Поэтому если происходят колебания плотности пара, они могут приводить к заметным колебаниям скорости действия по этим газам.

2.4.4.5. Допустимое выпускное давления для различных газов

Допустимое выпускное давление для различных газов является приблизительно одинаковым, если предполагается полное разрушение паровой струи (последняя ступень). Однако при входе более легких газов во впуск насоса, а затем в форвакуумную линию воздействие максимального перепада давления становится заметным.

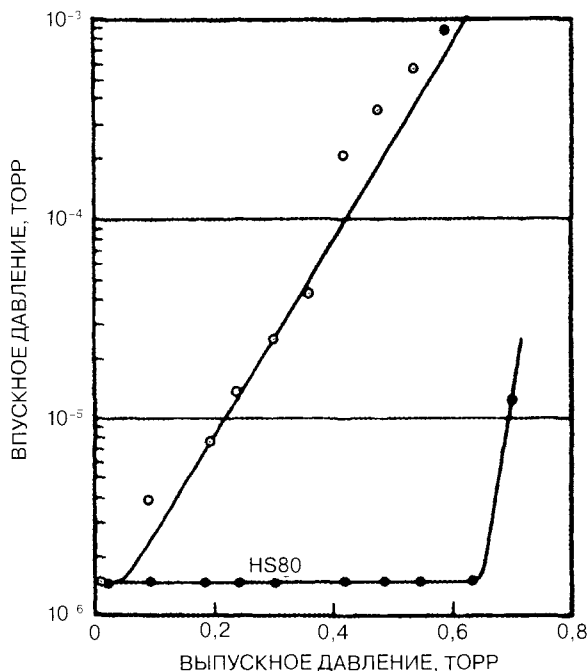
Результаты измерений перепада давлений показаны на рис. 13. Данные были получены путем напуска гелия в форвакуумную линию насоса и наблюдения результирующего воздействия на выпускное давление. Верхняя кривая представляет более старый 5-сантиметровый насос. Сравнение двух насосов показывает тысячекратное улучшение максимального перепада давлений, которое может сохраняться в насосе.

выпускное давление прямо связано с давлением пара в кипятильнике, в то время как перепад давлений характеризуется логарифмической зависимостью от плотности пара в струе. Это различие представлено на рис. 12. Для воздуха максимальный перепад давлений обычно является таким высоким, что его нельзя измерить при нормальных обстоятельствах. Только когда выпускное давление меньше 10^{-10} Торр, можно проследить зависимость между выпускным и впускным давлением. Однако для водорода и гелия зависимость может существовать в условиях высокого вакуума.

Воздействие колебания давления в кипятильнике на эффективность работы насоса представлено на рис. 12. В силу прямой зависимости небольшие изменения плотности струи пара могут вызвать сильные колебания максимального перепада давления.

В тех случаях, когда требуется стабильное

Рис. 13. Результаты измерений перепада давления



Для старого насоса трудно установить допустимое выпускное давление гелия при значениях впускного давления ниже 10^{-6} Торр. По данным для нового насоса можно сделать предположительный вывод о допустимом выпускном давлении для гелия 0,6 Торр. Для воздуха этот насос имеет почти такое же значение допустимого выпускного давления.

2.4.5. Предельное остаточное давление

2.4.5.1. Понятие перепада давлений

В отношении предельного остаточного давления насоса можно сделать два конкретных замечания. Предельное давление можно считать пределом газовой нагрузки или пределом перепада давления. И то и другое имеет значение на практике, последнее обычно только в отношении легких газов. Откачивающее действие пароструйных насосов не прекращается при любом давлении, каким бы низким оно ни было. Предельное остаточное давление насоса зависит от отношения удаленных и вернувшихся (диффундировавших) молекул, а также от отношения газовой нагрузки к скорости откачки. Кроме этого, сам насос может внести свою газовую нагрузку через обратный поток пара рабочей жидкости, ее распавшихся фракций и выделения газа из элементов насоса. Таким образом, на практике наблюдаемое полное предельное остаточное давление представляет собой сложную величину, состоящую из нескольких элементов. На практике широко наблюдаемый первый предел связан с рабочей жидкостью насоса, хотя при наличии жидкости с лучшими свойствами может потребоваться определенная дегазация (термическая обработка) системы, для того чтобы поддержать это предельное давление, если оно ниже 10^{-8} Торр.

Когда используются ловушки с жидким азотом, ограничительное давление обычно создается различными газовыми нагрузками в системе, даже если система состоит только из измерительного колпака и вакуумметра. При давлении ниже $5 \cdot 10^{-9}$ Торр обычно требуется тщательная термическая обработка.

В случае гелия и водорода можно ограничить перепад давлений большинства насосов, хотя могут быть разработаны специальные конструкции, в которых улучшены показатели предельного остаточного давления.

2.4.5.2. Жалюзи и ловушки

Перегородки комнатной температуры у впуска в насос не влияют на предельное остаточное давление, за исключением экранирования вакуумметра от прямого воздействия пара рабочей жидкости насоса. Водоохлаждаемые жалюзи подавляют скорость повторного испарения конденсата или перехваченной жидкости, уменьшая тем самым плотность пара в пространстве между жалюзи и ловушкой. Для веществ, в частности таких, как рабочие жидкости пароструйного насоса, каждое изменение температуры на 20°C в сторону комнатной температуры приводит к изменению давления пара приблизительно на порядок и отсюда — к изменению скорости испарения. Сниженная плотность пара уменьшает возможность взаимных столкновений молекул и их последующего обхода через ловушку без контакта охлажденной поверхности.

Криоловушки, или охлаждаемые ловушки, в сущности оказывают два воздействия. Они выступают в качестве барьера для потока конденсируемых паров из насоса в систему, но они также действуют в качестве криогенных насосов для конденсируемых паров, исходящих из системы. Последнее может оказывать главное воздействие на предельное давление во многих случаях. В высоковакуумной области и для необработанных герметически систем, в которых используются современные рабочие жидкости с низким давлением паров, уменьшение давления (когда охлаждаются ловушки) главным образом связано с откачкой водяного пара. В необработанных термически системах после предварительного разрежения на воду может приходится 90% оставшихся газов, и охлаждение ловушки просто увеличивает быстроту откачки водяного пара (обычно на коэффициент 2 или 3).

2.4.5.3. Перепад давлений для более легких газов

Как отмечалось ранее, перепад давлений при откачке легких газов может оказаться слишком малым, чтобы обнаружить зависимость между впускным и выпускным давлениями. Измеренный перепад давлений для различных газов можно представить в следующем порядке: водород — $3 \cdot 10^2$ — $2 \cdot 10^6$, гелий — 10^4 — $2 \cdot 10^6$, неон — $(1-2) \cdot 10^8$, СО и аргон — 10^7 , кислород и криптон — $(3-5) \cdot 10^7$ и углеводороды — $7(C_n H_{2n+2}) \cdot 10^8$. В современных насосах перепад давлений гелия ближе к 10^7 , и его можно увеличить даже до 10^{10} путем удвоения подвода теплоты. На практике даже ионизационный вакуумметр, используемый в форвакуумной линии, может производить достаточно водорода, вызывающего увеличение впускного давления (то же самое явление было отмечено в турбомолекулярной насосной системе).

Что касается предельного остаточного давления, водород может составлять значительную часть остаточного газа и из-за его присутствия в металлах, рабочей жидкости насоса и водяном паре. На это следует обратить особое внимание при работе со сверхвысоким вакуумом, где некоторым диффузионным насосам может потребоваться второй, подключенный последовательно насос. Те же факторы следует учитывать при использовании гелия в детекторах течей, масс-спектрометрах, экспериментах с молекулярным лучом и т. д.

2.4.5.4. Выбор рабочей жидкости насоса

В качестве рабочей жидкости в пароструйных насосах использовались самые разнообразные органические жидкости. Критериями для выбора жидкости являются низкое давление паров

Таблица 1. Свойства рабочих жидкостей диффузионных насосов

Торговое название	Химическое название	Молекулярная масса	Давление пара при 20 °С (мм рт. ст.)	Температура вспышки (°С)	Вязкость при 20 °С (сСт)	Коэффициент поверхностного натяжения при 20 °С (дин/см)
Октоил	Дигтил тейселфта-лат	391	10^{-7}	196	75	<30
ДС -704	Тетрафенил тетра-метил трисилоксан	484	10^{-8}	216	47	30,5
Аппезон С	Парафиновый угле-водород	574	4×10^{-9}	265	295	30,5
ДС -705	Пентафенил триме-тил трисилоксан	546	5×10^{-10} (25 °С)	243	170 (25 °С)	<30,5
Сантовак-5	Смешанный полифе-нил эфир пятичлен-ного кольца	447	$1,3 \times 10^{-9}$	288	2500	49,9
Неовак SY	Алкилфенил эфир	405	$<1 \times 10^{-8}$	230	250	<30
Фомблн 25/9	Перфторированный полиэфир	~3300	2×10^{-9}	Отсут-ствует	270	20 (25 °С)
Криокс 1625	Перфтор полиэфир	~4600	2×10^{-9}	Отсут-ствует	250	19

при комнатной температуре, тепловая стабильность, химическая инертность, нетоксичность, высокий коэффициент поверхностного натяжения, высокие температуры вспышки и возгорания, умеренная вязкость при температуре окружающей среды, низкая теплота парообразования и, конечно, низкая стоимость. Список рабочих жидкостей для современных насосов и их свойства приведены в табл. 1. Выбор рабочей жидкости должен производиться с учетом ее эксплуатационной стабильности в кипятыльнике насоса. Прорыв в выборе рабочих жидкостей был сделан благодаря использованию полифенил эфиров с пятичленным кольцом, состоящих из цепочек атомов углерода, соединенных промежуточными связями из кислорода [3]. Эта рабочая жидкость обеспечивала исключительную термическую и химическую стабильность и позволяла добиться значения предельного остаточного давления, равного 10^{-9} Торр (приближаясь к ее давлению пара при температурах окружающей среды) при наличии только водоохлаждаемых жалюзи или экранов.

Эксплуатационные характеристики другой силиконовой жидкости низкого давления пара (ДС-705) рассматривались Кроли и др. [4]. Сообщалось о значениях предельного давления 10^{-9} Торр с водоохлаждаемыми жалюзи и 10^{-10} Торр с жалюзи при 20 °С [5].

Какая бы жидкость ни использовалась, ее пар может проникать в откаченную систему, в зависимости от давления, конструкции насоса и типа используемых ловушек. Пар может попадаться в результате присутствия горячих волокон и бомбардировки заряженными частицами. Полимеризация силиконовых жидкостей в результате бомбардировки заряженными частицами может вызывать образование изолирующей пленки на поверхностях электрода, изменяя характеристики электронных приборов. Обычно рекомендуется применять октоил или полифенил эфиры для устранения этой проблемы в тех случаях, когда используются масс-спектрометры и другие электронные оптические устройства.

2.4.5.5. Анализ состава остаточного газа

При конденсации газов с высокой молекулярной массой крайне трудно установить корреляцию между потоками ионов, регистрируемыми масс-спектрометром, и скоростью обратного потока через ловушку. Как правило, анализ остаточного газа, задержанного системой диффузионного насоса, не может быть выполнен точно, если спектрометры не могут работать при давлениях ниже 10^{-9} Торр. Термообработка трубки спектрометра и других частей системы негативно влияет на точность результатов. Могут потребоваться многие недели, прежде чем установится равновесие.

Однако качественная оценка может выполняться без особых дополнительных трудностей по сравнению с измерениями сверхвысокого давления, выполняемыми с помощью обычных манометров, в частности ионизационного манометра.

Типичный масс-спектр системы пароструйного насоса с перегородкой, без термической обработки, работающего в области сверхвысокого вакуума с рабочей жидкостью DC-705, показан на рис. 14. Массовые числа 16, 19 и 35 необычно высокие в связи с характерными свойствами конкретной трубки спектрометра, и водородный пик не показан. Пики 50, 51, 52, 77 и 78 являются характерными для рабочей жидкости насоса. Кроли [4] также приводит анализ остаточного газа системы пароструйного насоса, в котором используется силиконовая жидкость DC-705 как при условиях без термообработки, так и после термообработки. Вул и Ресник [6], а также Кливер и Файвэш [7] приводят масс-спектры, из которых для обнаружения рабочей жидкости могут быть выбраны значительные идентифицирующие пики.

2.4.5.6. Разложение и очистка рабочей жидкости

Предельное остаточное давление в вакуумной системе складывается из значений парциальных давлений различных газов. Газовые компоненты, выделяющиеся из других источников помимо пароструйного насоса (включая впускную прокладку), здесь не рассматриваются. Из компонентов остаточного газа, присутствующих в насосе, основными являются пары рабочей

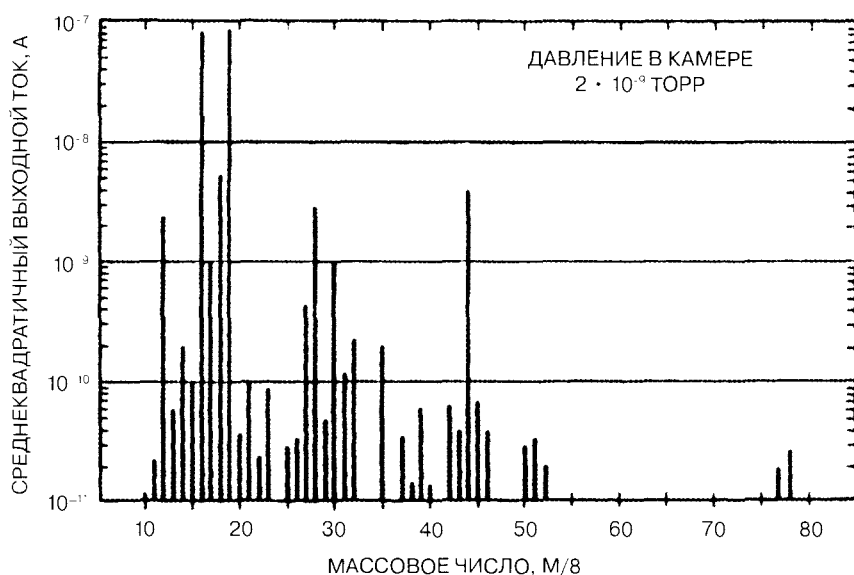


Рис. 14. Типичный масс-спектр насоса с ловушкой. Давление в камере $2 \cdot 10^{-9}$ Торр

жидкости, продукты ее разложения в кипятильнике, загрязняющие пары от других частей системы и газы, попавшие в камеру в результате обратной диффузии. В системе без криоловушек предельное остаточное давление, обусловленное давлением паров рабочей жидкости при температуре окружающей среды, — это минимально достижимое давление. В насосах, имеющих эжекторную ступень в форвакуумной линии, кроме увеличения допустимого выпускного давления, эжекторная ступень поддерживает низкие значения давления в кольцевой ступени. При этой схеме летучие компоненты возвращающегося конденсата легче удалить в область форвакуума. Насосы с мощной боковой эжекторной ступенью находятся под очень незначительным влиянием, оказываемым добавлением бустерного пароструйного насоса для улучшения значений предельного давления даже при давлении 10^{-10} Торр [8].

При использовании криоловушек и современных рабочих жидкостей, в частности таких, как DC-705 или Сантовак-5, значений предельного выпускного давления, равных 10^{-10} Торр и ниже, можно достичь при контроле выделения загрязняющих веществ от источников, помимо пароструйного насоса.

Увеличение подвода теплоты обычно увеличивает перепад давления, получаемого с помощью насоса. Однако в зависимости от конструкции насоса более высокая мощность может либо улучшить, либо ухудшить предельное остаточное давление. Это зависит от отношения между скоростью термического распада жидкости и очищающей способностью конкретного насоса.

2.4.6. Обратный поток газа

Любое перемещение рабочей жидкости насоса в вакуумную систему может быть названо обратным потоком. Вероятность появления обратного потока, возможно, самая нежелательная характеристика пароструйных насосов. Именно в этой области существует большая часть недоразумений и ложной информации. Производители насосов обычно указывают скорость обратного потока во входном сечении насоса без ловушки. Конструкторы системы часто беспокоятся об обратном потоке стабильного состояния выше азотных ловушек. Потребителей часто беспокоит непроизвольный вход воздуха высокого давления в выпускное сечение насоса. В этих случаях количество жидкости в обратном потоке увеличивается на несколько порядков.

Внутри самого насоса может быть несколько источников обратного потока.

1. Чрезмерно расходящийся поток пара с края верхнего сопла.
2. Просачивание через плохо герметизированную верхнюю крышку сопла.
3. Столкновения молекул пара между собой в верхнем слое потока пара из верхнего сопла.
4. Столкновения между молекулами газа и пара, в особенности при высоких нагрузках (при давлении от 10^{-3} до 10^{-4} Торр).
5. Кипение возвращающегося конденсата непосредственно перед входом в кипятильник (между эжектором и стенкой насоса), в результате которого капельки жидкости взлетают вверх через струю пара.
6. Испарение конденсированной жидкости со стенки насоса.

2.4.6.1. Первичный и вторичный обратные потоки

Обратный поток из приведенных выше источников, который может быть прекращен или прерван посредством перегородки с комнатной температурой, называется первичным обратным потоком. Повторное испарение откачиваемой жидкости (рабочей жидкости) с жалюзи и ее

перемещение через жалюзи называется вторичным обратным потоком. Первичный обратный поток может эффективно контролироваться за счет использования холодных дисков, окружающих верхнее сопло. Холодные диски — это водоохлаждаемые экраны, расположенные над верхними струями насоса.

В системах с ловушками, охлаждаемыми жидким азотом (исключающих несчастные случаи и работу с высокой газовой нагрузкой), уровень обратного потока может контролироваться при таком низком уровне, когда будут преобладать загрязняющие вещества от источников, помимо пароструйного насоса [9]. Соответствующим образом эксплуатируемые и защищенные системы пароструйного насоса могут считаться свободными от загрязнения рабочей жидкости насоса для большинства видов применения.

2.4.6.2. Скорость обратного потока

Скорости обратного потока, согласно рекомендуемой практике Американского вакуумного общества и спецификациям производителя, измеряют во входном сечении насоса. Важно понимать, что эта скорость быстро уменьшается на некотором расстоянии от входа в насос. На расстоянии от впуска, эквивалентном двум диаметрам насоса, скорость сокращается, как правило, в 50 раз (рис. 15). Колено с изгибом 90° во впускном канале будет выступать в качестве экрана и сокращать обратный поток до уровня скорости естественного испарения жидкости при температуре окружающей среды. Без криоловушек и прочих аналогичных устройств эта скорость не может быть уменьшена намного больше.

На рис. 16 показано качественное соотношение между противоположными друг другу требованиями минимального обратного потока и максимальным сохранением быстроты откачки в системе с экранами при температуре окружающей среды. Если над насосом вводится серия элементов, сокращающая обратный поток, скорость обратного потока приближается к скорости испарения жидкости. Можно отметить, что во многих случаях применения полностью непроницаемые экраны являются избыточными. При наличии эффективных холодных дисков и рабочих жидкостей с низким давлением паров система может эксплуатироваться в течение

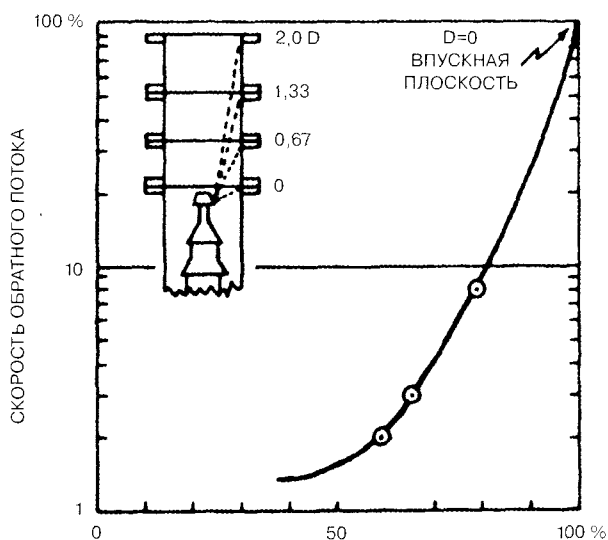


Рис. 15. Снижение скорости обратного потока газа

одного и более лет с непрерывным охлаждением ловушки жидким азотом. Сконденсированная рабочая жидкость будет возвращаться в насос, и количество конденсата в ловушке будет вполне допустимым.

В нормальной практике оптимальная конструкция для комбинации пароструйного насоса и ловушки может составлять почти 40% быстроты откачки системы и сокращать обратный поток до уровня менее 10^{-10} г/см²·мин (во входном сечении ловушки). Измерения данной величины были приведены в работе [10].

2.4.6.3. Поверхностная миграция газа

Некоторые рабочие жидкости могут иметь тенденцию растекаться по металлическим поверхностям в виде тонкой пленки. Это растекание рассматривается в литературе, касающейся смазки небольших приборов [11]. Присутствие жидкости можно иногда заметить в виде влаги на грубых поверхностях (после пескоструйной обработки). Современные рабочие жидкости с низким давлением паров, имеющие значения коэффициента поверхностного натяжения выше 30 дин/см, не растекаются на обычных металлических поверхностях. Это так называемые автофобные жидкости, поскольку они не растекаются по металлическим поверхностям с образованием мономолекулярного слоя.

Маловероятно, что поверхностная диффузия будет значительным источником обратного потока на поверхностях при комнатной температуре или ниже для рабочих жидкостей со значениями давления пара около 10^{-9} Торр и высоким поверхностным натяжением.

2.4.6.4. Случайный обратный поток

Важно помнить, что неисправность насоса и нарушение его работы могут возникать даже в совершенных конструкциях. Самые распространенные причины общего обратного потока — это случайная разгерметизация пароструйного насоса и воздействие на нее давления выше допустимого форвакуумного давления, высокого впускного давления, превышающего максимальную производительность насоса на протяжении долгих периодов времени, запуск в неправильный момент и несовершенные процедуры термической обработки.

2.4.6.5. Зависимость скорости обратного потока от давления

Начиная с самых низких значений давления до 10^{-4} Торр, скорость обратного потока, по всей видимости, не зависит от давления, что свидетельствует о незначительном влиянии молекул масла и газа в этой области. В диапазоне от 10^{-4} до 10^{-3} Торр может быть замечено небольшое увеличение числа столкновений [12]. Выше критической точки давления, когда достигается максимальная производительность (быстрота откачки начинает уменьшаться), скорость обратного потока может заметно повыситься.

Измерения скорости обратного потока при различных значениях впускного давления, выполненные при неблагоприятных условиях, представлены на графике (рис. 17). Указанные испытания были проведены с использованием собирающей поверхности, расположенной в непосредственной близости от верхнего сопла. Если бы измерения были выполнены во вход-

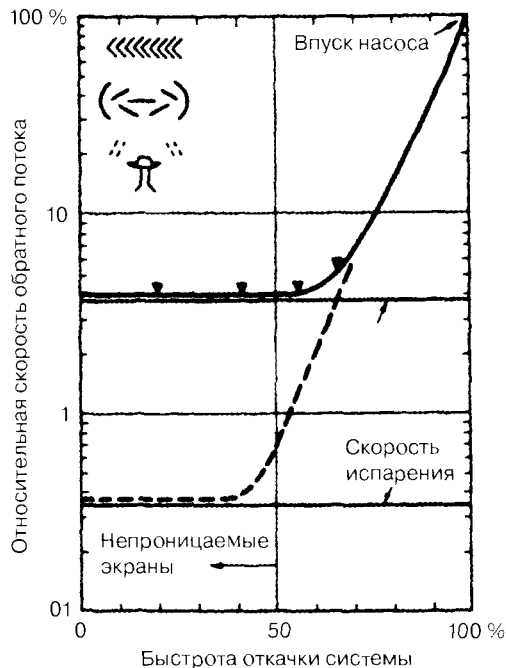


Рис. 16. Качественное соотношение между требованиями минимального обратного потока и максимальной скоростью откачки системы с экранами при температуре окружающей среды

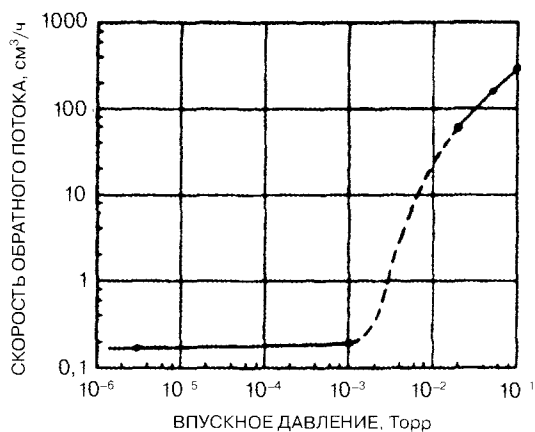


Рис. 17. Измерения скорости обратного потока при различных значениях впускного давления

в этом диапазоне только короткое время. При эксплуатации вакуумной системы широко распространенной практикой является открытие высоковакуумного клапана после того, как камера будет откачана в режиме предварительного разрежения приблизительно до 10^{-1} Торр, после чего подключают высоковакуумный насос. Продолжительная эксплуатация при высоком давлении может направить недопустимо большие количества масла в вакуумную систему (см. подраздел 2.1.9).

Условия более высокого давления существуют на впуске в насос в течение короткого промежутка времени после того, как будет открыт высоковакуумный клапан. Если пароструйный насос сильно не перегружен, пик соответствующего обратного потока обычно длится только несколько секунд.

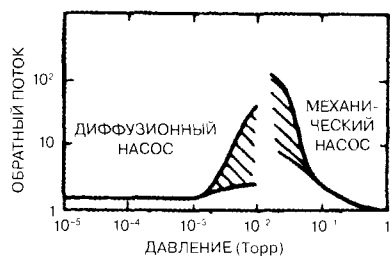


Рис. 18. Условия более высокого давления, существующие на впуске в насос

Же самое состояние будет существовать, когда насос будет первоначально нагрет. В этом случае продолжительность пика составляет несколько минут, а амплитуда в несколько раз выше, чем установившийся обратный поток при более низких значениях давления. Обобщенная картина показана на рис. 18. При значениях давления выше 0,5 Торр в зависимости от давления и длины каналов пар рабочей жидкости может проникать обратно в насос. Это можно использовать для уменьшения первоначального обратного потока и предотвращения обратного потока механического насоса путем нагнетания потока воздуха (или другого газа) через напускной клапан.

2.4.6.6. Влияние работы механического насоса

Другая возможность загрязнения углеводородами связана с насосом предварительного разрежения. Такой насос не должен оставаться подсоединенным к системе на продолжительные периоды времени. После первоначального разрежения форвакуумный клапан нужно закрыть и откачку переключить на пароструйный насос.

ном сечении, как предусмотрено Рекомендуемой практикой Американского вакуумного общества, скорость была бы в 10 или 100 раз ниже (см. рис. 15). Можно видеть, что скорость значительно не уменьшится, пока впускное давление ниже приблизительно 10^{-3} Торр. Это именно та точка, где у большинства пароструйных насосов происходит внезапное уменьшение быстроты действия, свидетельствующее о том, что верхняя струя, в сущности, прекращает откачку.

Неожиданное увеличение обратного потока при значениях впускного давления выше 10^{-3} Торр показывает, что пароструйный насос должен эксплуатиро-

В системах, где используется только механический насос для поддержания вакуума в пределах от 10^{-2} до 10^{-1} Торр, иногда рекомендуется вести откачку периодически, а не постоянно. Для запуска и остановки откачки всякий раз, когда необходимо, требуется клапан и вакуумметр. Это предотвращает непрерывную обратную диффузию смазочного масла, и, кроме этого, поддерживает масло в холодном состоянии, уменьшая давление его паров.

2.4.6.7. Потери рабочей жидкости

Поддержание уровня рабочей жидкости в хорошо сконструированном насосе не требует точного контроля. Как правило, допустимым является 30%-ное превышение или снижение нормального уровня. Когда уровень слишком низкий, процесс кипения может переходить от пузырькового к частичному пленочному кипению, что ведет к перегреву нагревательной поверхности кипятильника. Если это состояние продолжается в течение продолжительного периода времени, в особенности для больших насосов, оно может вызывать деформацию дна кипятильника. Это в свою очередь может приподнять поверхность дна над уровнем жидкости и привести к дальнейшему перегреву. Возникающий в результате слабый контакт между нагревателями и котельной плитой может также перегревать нагревательные элементы и вызывать их выход из строя.

Если уровень жидкости слишком высокий, процесс кипения может привести к пенообразованию в жидкости и повысить ее уровень до высоты отверстия форвакуумной линии.

Если исключить обычный обратный поток, потери рабочей жидкости могут быть обусловлены следующими причинами: продолжительная работа на уровне или с превышением максимальной производительности; случайное повышение давления и возникновение потока воздуха с высокой скоростью через насос в любом направлении; испарение жидкостей с более высоким давлением пара из-за неправильного распределения температур.

При относительно низких газовых нагрузках, современных рабочих жидкостях и правильной конструкции и эксплуатации системы пароструйные насосы могут эксплуатироваться в течение нескольких лет без добавления или замены рабочей жидкости. В литературе сообщается о работе ускорителя частиц свыше 10 лет [13]. Большие насосы обычно обладают средствами контроля уровня жидкости. Для уменьшения потерь жидкости некоторые насосы имеют встроенные ловушки форвакуумной линии.

2.4.6.8. Пленки жидкости на ловушках, охлаждаемых жидким азотом

Необычный механизм возникновения полного обратного потока наблюдался в системах пароструйного насоса с азотными ловушками. Он иногда имеет место во время или после заправки ловушки жидким азотом и может быть определен по появлению маленьких капель в направлении против потока от ловушки и сопутствующим колебаниям давления. Явление обусловлено разрушением замерзшей пленки рабочей жидкости из-за неравных температурных коэффициентов линейного расширения между ней и металлическими поверхностями, на которых она первоначально появилась. Сила упругости, сохраняющаяся в пленке, достаточна для передачи высокой скорости фрагментам, получающимся в результате разрушения. Конструкция может быть улучшена путем отказа от определенных геометрических конфигураций, имеющих тенденцию накапливать пленки жидкости и создавать пленки с высоким поверхностным натяжением, способствующим их последующему разрушению.

Азотные ловушки, как правило, не следует помещать слишком близко от незащищенных пароструйных насосов. Экраны при температуре окружающей среды или водоохлаждаемые экраны, частичные экраны или эффективные холодные крышки в сущности удаляют первичный об-

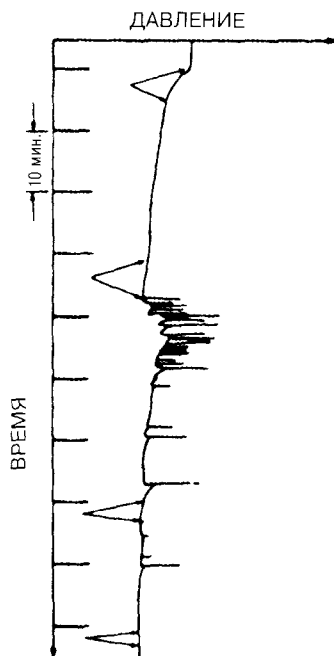


Рис. 19. Протокол типичного колебания давления при десорбции ловушки. Стрелками показаны периоды заполнения ловушки

ратный поток. Ловушки, имеющие съемные внутренние конструкции, должны периодически чиститься. Частота очистки будет зависеть от давления паров рабочей жидкости и, возможно, от степени скопления других конденсирующихся веществ, в частности таких, как водяной пар, исходя из того, что ловушка постоянно охлаждается. Тонкая пленка (толщиной менее 10^{-3} мм), вероятно, не будет разрушаться. В этой связи в частности рекомендуются ловушки, имеющие продолжительное время выдержки в жидком азоте.

Если требуется, чтобы происходила периодическая десорбция ловушки, например в течение выходных дней, на ее перезапуск следует обратить определенное внимание. Высоковакуумный клапан нужно оставить закрытым во время и после заполнения ловушки. Таким образом, можно помешать частицам разрушенной замерзшей пленки и продуктам десорбции проникнуть в вакуумную камеру. Открытие клапана должно быть отложено до повторного охлаждения ловушки, чтобы дать время выполнить повторную откачку конденсируемого вещества.

При сочетании правильной конструкции и упомянутых процедур можно избежать описанных выше проблем. На рис. 19 показан протокол типичного колебания давления, вызванного десорбцией ловушки.

2.4.7. Другие аспекты работы насосов

2.4.7.1. Особенности конструкции

В своих спецификациях производители пароструйных насосов традиционно указывают только быстроту действия насоса, предельное остаточное давление, допустимое выпускное давление (измеряемое на форвакуумной линии), производительность и иногда скорость обратного потока (относительно входного сечения насоса). Однако другие аспекты работы, указанные далее, можно использовать в качестве руководства при выборе насосов для конкретных видов применения:

- *быстрота действия на единицу площади сечения впускного отверстия.* Эту величину можно назвать «эффективной быстротой действия», которая вряд ли может превысить 50% по сравнению с гипотетическим насосом со 100%-ной вероятностью захвата молекул, пересекающих входное сечение насоса;
- *мощность, необходимая для получения данной максимальной стабильной производительности без перегрузки и подключения форвакуумных насосов большого размера;*
- *отношение максимальной производительности и допустимого выпускного давления* — определяет минимальную быстроту действия форвакуумного насоса, которая должна быть обеспечена на выпуске пароструйного насоса (при его полной нагрузке);
- *максимальный перепад давлений для легких газов.* Особый интерес представляют гелий и водород (быстрота откачки гелия и водорода по сравнению с воздухом должна быть в 1,2 раза выше);

- *отношение скорости испарения рабочей жидкости при температуре окружающей среды и фактического обратного потока насоса без ловушек.* Это отношение приближается к единице в некоторых современных насосах, имеющих эффективно работающие холодные крышки, окружающие верхнее сопло;
- *отношение давления паров рабочей жидкости при температуре окружающей среды и предельном остаточном давлении насоса без криоловушек.* Ориентиром для этого отношения также должна быть величина, близкая к единице. Для достижения этого насос должен иметь низкий уровень разложения рабочей жидкости и высокую степень ее очистки;
- *отношение допустимого выпускного давления и давления в кипятильнике.* Это отношение обычно равняется приблизительно 0,5. Значение этой величины заключается в том, чтобы поддерживать температуру жидкости как можно ниже для уменьшения термического разложения рабочей жидкости, сохраняя при этом наиболее высокое допустимое выпускное давление;
- *отношение диаметра и высоты насоса.* Высота обычно сводится до минимума в целях компактности, но определенные улучшения эффективности работы могут быть реализованы, если допустить увеличение высоты насосов;
- *стабильность давления при постоянной скорости действия.* Эта величина представляет собой колебания относительно средней скорости действия, выраженные в процентах. Нестабильность давления больше распространена в более мелких насосах и при откачке более легких газов;
- *чувствительность к колебаниям подвода теплоты.* Кроме колебаний мощности нагревателя, может иметь некоторое значение скорость потока охлаждаемой воды и температура.

О низкой степени разложения жидкости и качествах самоочистки насоса можно судить по степени, с которой предельное остаточное давление насоса следует за ожидаемым давлением пара рабочей жидкости при комнатной температуре. На рис. 20 показана работа различных жидкостей в насосе при данном давлении в кипятильнике (например 0,5 Торр). В современных насосах давление масляного пара внутри эжекторного узла может составлять приблизительно 1,5 Торр. На рис. 20 можно видеть, что при температуре выше 250 °C работа насоса по достижению предельного остаточного давления ухудшается. Как правило, бесполезно использовать жидкости с очень низким давлением паров, что приводит к избыточному повышению температуры кипятильника.

При использовании жидкостей с крайне низким давлением паров (например Сантовак-5) иногда необходимо регулировать скорость водяного охлаждения или мощность для получения оптимальной эффективности работы. Некоторым насосам, возможно, потребуется работать с более эффективным подводом теплоты, некоторым с меньшим, в зависимости от того, находится ли их предельное остаточное давление ниже или выше «впадины» кривой на рис. 20.

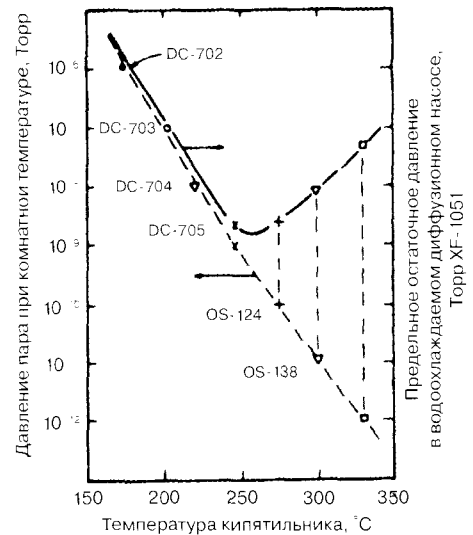


Рис. 20. Работа различных жидкостей в насосе при данном давлении кипятильника

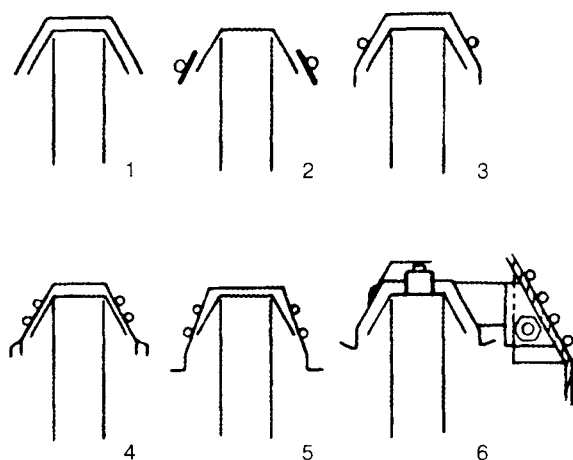


Рис. 21. Эволюция конструкций холодных крышек насоса

2.4.7.2. Холодные крышки

Холодные крышки, окружающие верхнее сопло насоса, сокращают скорость обратного потока в 50 раз и более [14—18]. В насосах среднего размера они обычно изготовлены из меди и охлаждаются посредством излучения или проводимости через опоры, касающиеся стенки водоохлаждаемого насоса. Это позволяет каплям жидкости с холодной крышки падать в насос, не допуская испарения в области за пределами насоса. На рис. 21 показана эволюция конструкций холодных крышек.

2.4.7.3. Стабильность давления

Нестабильность давления, иногда наблюдаемая в системах пароструйных насосов, может быть обусловлена как работой самого насоса, так и источниками за его пределами. Источники за пределами насоса следующие.

1. Пузырьки газа из эластомерных уплотнений.
2. Жидкость, капающая с экрана.
3. Высокое давление форвакуумной линии, откачка легких газов.
4. Превышение предельной производительности.
5. Размораживание ловушки.
6. Взрывное разрушение замороженного слоя в ловушке.

Источники внутри насоса следующие.

1. Взрывное или нестабильное кипение.
2. Кипение за пределами струйного узла.
3. Малый перепад давлений, откачка легких газов.
4. Капли жидкости в соплах.
5. Холодное верхнее сопло.
6. Течи рядом с кипятильником.

Энергичное кипение в вакууме приводит к тому, что капли выбрасываются вверх и выдуваются через сопло, вызывая его мгновенное перекрытие, а также вытекание жидкости из сопла. Брызгозащитная перегородка, расположенная внутри кипятильника, используется для устранения этого эффекта. Низкий перепад давлений для легких газов может вызывать нестабильность рабочего давления. Положительный эффект имеет повышение мощности нагревателя, а также увеличение числа ступеней.

За пределами насоса газовые пузырьки, исходящие из эластомерных уплотнений, являются основным и частым источником всплесков давления. Газ, возникающий в эластомерных уплотнениях, иногда захватывается пленками масла. По мере нарастания давления в пузырьках они прорываются через масляную пленку и выпускают газ в систему. Впускной фланец насоса — это наиболее уязвимое место. Тщательно продуманная конструкция канавки уплотнительного

кольца может минимизировать эту нестабильность давления. Жидкость, капаящая с перегородок на горячую поверхность крышки верхней струи может испаряться, создавая пар и оказывая временное воздействие на быстроту откачки. В литературе упоминаются насосы, имеющие колебания давления для легких газов, составляющие $\pm 1\%$ на впуске насоса [19, 20].

Литература

1. R. Jaeckel. *KleinsteDrucke* (Springer-Verlag, Berlin and New York, 1950).
2. H. G. Noller, Physical events in diffusion pumps, *Vacuum*, 5 (10) (1955) 59.
3. K. C. D. Hickman. *Trans. Am. Vac. Soc.* (Pergamon, New York, 1961), p. 307.
4. D. J. Crawley, E. D. Tolmic, and A. R. Huntress. *Trans. Am. Vac. Soc.* (AIP for AVS, New York, 1967), p. 67.
5. H. Okamoto and Y. Murakami. *Abs. Am. Vac. Soc. Symp.* (AIP for AVS, New York, 1967), p. 67.
6. G. M. Wood, Jr. and R. J. Roenigk, Jr. *J. Vac. Sci. Technol.*, 6 (1969) 871.
7. J. S. Cleaver and P. N. Fiveash. *Vacuum*, 20 (1970) 49.
8. B. D. Power. *High vacuum pumping equipment* (Van Nostrand-Reinhold, New York, 1966).
9. M. H. Hablanian. *J. Vac. Sci. Technol.*, 6 (1969), p. 265.
10. G. Rettinghaus and W. K. Huber. *Vacuum*, 24 (1974) 249.
11. F. M. Fowkes. *Contact angle*, Adv. Chem. Ser. 43, Am. Chem. Soc. (1964).
12. D. H. Holkeboer, D. W. Jones, F. Pagano, and D. J. Santeler. *Vacuum Engineering* (Technical Pub-Ushers, Boston, 1967).
13. J. Moenich and R. Trecka. *Trans. Am. Vac. Soc. and Int. Congr. Vac. Sci. Technol.* (Pergamon, New York, 1961), p. 1133.
14. B. D. Power and D. J. Crawley. *Vacuum*, 4 (1954) (published 1957) 415.
15. S. A. Vekshinsky, M. I. Menshikov, and I. S. Rabinovich. *Proc. Int. Cong. Vac. Tech. Ist.* (Pergamon, London, 1958), p. 63.
16. N. Milleron and L. Levenson. *Trans. Am. Vac. Soc.* (Pergamon, New York, 1960), p. 213.
17. M. H. Hablanian and H. A. Steinherz. *Trans. Am. Vac. Soc.* (Pergamon, New York, 1961), p. 333:..
18. M. H. Hablanian and A. A. Landfors. *Trans. Am. Vac. Soc.* (Pergamon, New York, 1960), p. 555.
19. M. H. Hablanian and A. A. Landfors. *J. Vac. Sci. Technol.*, 13 (1976) 494.
20. J. D. Buckingham and N. Dennis. *Vacuum*, 21, 5 (1975).

2.5. Крионасосы

Гэри С. Эш

CTI-Cryogenics Division

Helix Technology Corporation

2.5.1. Введение

Криовакуумные насосы обеспечивают чистую высокоскоростную откачку всех газов. Они функционируют благодаря сочетанию конденсации и адсорбции газов и паров на поверхностях, охлаждаемых до очень низких температур. В большинстве криогенных насосов используются наборы поверхностей (панелей), поддерживаемых при двух конкретных диапазонах

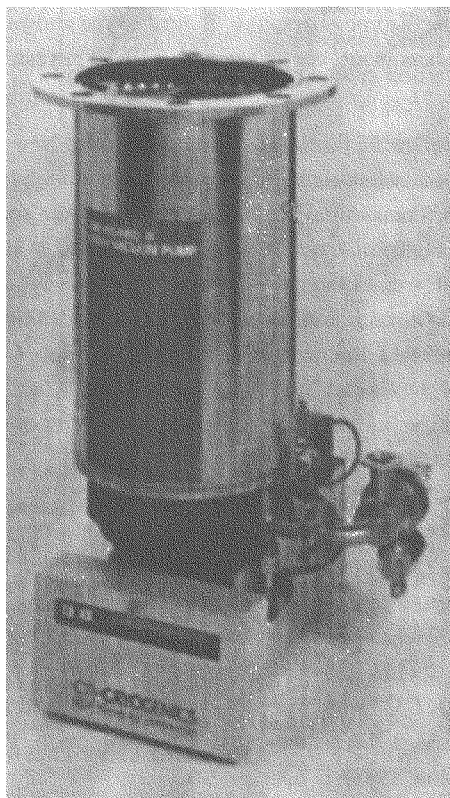


Рис. 1. Криовысоковакуумный насос диаметром 200 мм. (Фотография предоставлена СТИ-Cryogenics)

температур посредством работающего обратного-поступательно механического охладителя, где используется гелий в качестве хладагента. Гелий подается под высоким давлением и комнатной температуре дистанционным компрессором и возвращается в компрессор при низком давлении, но при температуре несколько выше комнатной. Все холодные (но не движущиеся) детали охладителя находятся в пределах вакуумной среды насоса. В результате такого подхода создается надежный, экономичный вакуумный насос, подходящий для многих видов применения.

Корпус крионасоса, в частности такого, как на рис. 1, представляет собой вакуумный сосуд из коррозионностойкой стали или алюминия с высоковакуумным фланцем для установки высоковакуумного клапана. Двухступенчатый криоохладитель прикреплен болтами или соединен с сосудом посредством сварки. Поверхности охладителя, находящиеся под действием вакуума, выполнены из нержавеющей стали. Массивные медные нагревательные станции, иногда имеющие никелевое покрытие для антикоррозийной защиты и улучшения внешнего вида, припаяны к цилиндру охладителя для эффективной отдачи теплоты на конденсирующие криопанели. Медный тепловой излучающий экран, представляющий собой большую ем-

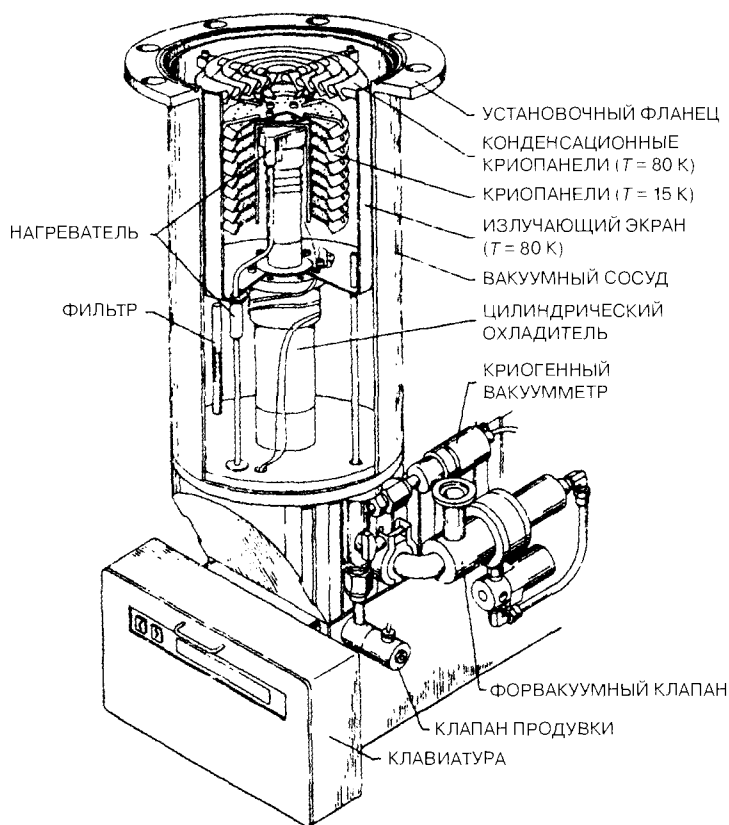


Рис. 2. Конструкция крионасоса (источник: СТИ-Cryogenics)

кость с черной внутренней поверхностью, присоединен к станции нагревания первой ступени. Тепловой излучающий экран, покрытый черной краской, поддерживаемый посредством охладителя при температуре приблизительно 65 К, поглощает входящую из системы теплоту. Наружная сторона экрана имеет никелевое покрытие для уменьшения передачи теплового излучения от вакуумного резервуара, находящегося при комнатной температуре. Впускной массив медных криопанелей с никелевым покрытием прикрепляется к отверстию теплового излучающего экрана и также поддерживается при температуре, близкой 65 К. Впускной массив действует в качестве насоса для водяного пара (см. рис. 2).

Внутри объема, заключенного между впускным и излучающим экраном, находятся криопанели второй ступени. Присоединенные к станции нагревания более низкой температуры (10–20 К), медные криопанели в виде медных дисков, пластин или конусов используются в качестве второго насоса для аргона, кислорода, азота и других газов, которые откачиваются посредством конденсации. Эти криопанели также имеют никелевое покрытие. Над большей частью поверхности криопанелей второй ступени находится слой активированного или древесного угля. Он обеспечивает третий тип откачки внутри крионасоса: сорбционный насос для легких газов — водорода, гелия и неона. Размер, форма и число этих поверхностей определяют быстроту откачки и емкость для всех газов, откачиваемых на второй ступени.

2.5.1.1. История создания криогенных насосов

В первых крионасосах, начиная с 1930-х гг., для охлаждения использовались жидкие хладагенты, в частности жидкий азот при 77 К и жидкий гелий при 4,2 К. Несмотря на простую конструкцию, они требовали постоянного пополнения хладагентов [1]. Наиболее значимыми прорывами в технологии крионасосов была разработка цикла охлаждения Джиффорда — Макмагона и использование активированного древесного угля для сорбции водорода, гелия и неона в 1960-х гг. Первоначально разработанные в компании Arthur D. Little, Inc. для конденсации водорода при 20 К и охлаждения микроволновых приемников для наземных станций спутниковой связи, охладители Джиффорда — Макмагона доказали свою способность работать в течение многих лет при незначительном объеме технического обслуживания или даже при его отсутствии на удаленных площадках во всем мире. Другие модели охладителей были первоначально разработаны для охлаждения инфракрасных датчиков и твердотельных лазеров, используемых в военных программах.

2.5.1.2. Работа охладителя

Цикл Джиффорда—Макмагона — это цикл термодинамического расширения «без совершения работы» с использованием регенеративных теплообменников. В криовакуумных насосах конфигурация охладителя обычно состоит из двух ступеней разных диаметров, одна над другой (см. рис. 3). Поршень-вытеснитель, состоящий из двух частей разного диаметра, вставляется в цилиндр охладителя [2]. Часть, имеющая больший диаметр, уплотняется сотнями дисков, которые составляют металлический экран. Часть меньшего диаметра добавочного поршня уплотнена свинцовыми шариками или подобными материалами. Экраны и шарики являются матрицей теплообменника. Сам корпус поршня изготовлен из прочной пластмассы с низкой теплопроводностью. Несколько отверстий в поршне направляют через него поток газа. Экраны и шарики уплотнены таким образом, чтобы стимулировать относительно свободный поток газа через матрицу, открывая поверхности шариков и экранов действию газа для оптимального обмена теплотой.

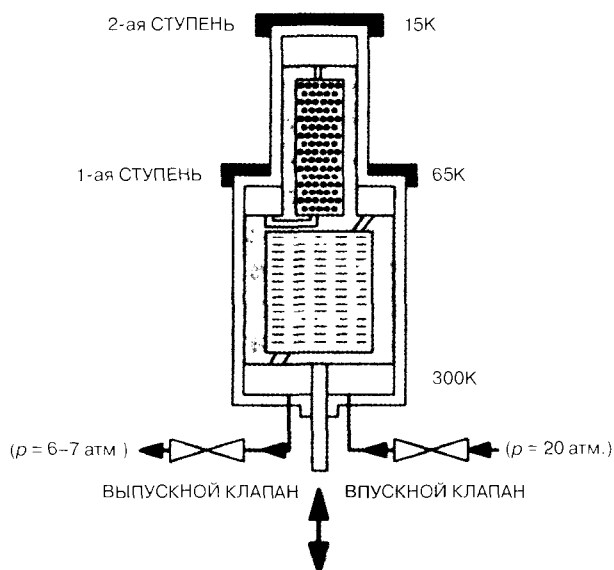


Рис. 3. Охладитель Джиффорда—Макмагона

Низкоскоростной двигатель или пневматический привод перемещает поршень вверх и вниз внутри расточного отверстия цилиндра с номинальной частотой 60—72 хода в минуту. Когда охладитель работает, торцы большого цилиндра первой ступени рядом с привольным механизмом находятся при комнатной температуре. Другой конец цилиндра первой ступени, к которому прикреплена станция нагревания первой ступени, имеет температуру приблизительно 65 К. Цилиндр меньшего диаметра второй ступени приварен к торцу первой ступени. Противоположный торец цилиндра второй ступени имеет температуру приблизительно 10—15 К. Точные температуры ступеней определяются создаваемой на них термической нагрузкой, конструкцией поршней-вытеснителей в охладителе, значением давления подачи и возврата гелия из компрессора и рядом других переменных.

Газ из компрессора под давлением приблизительно 20 атм. выпускается в теплый торец цилиндра посредством механически синхронизированного впускного клапана. Гелий проходит через матрицу добавочного поршня и заполняет весь объем цилиндра до получения давления подачи. По мере того, как газ проходит через экраны и шарики, он охлаждается в процессе движения. В свою очередь, каждый экран или шарик становится немного теплее. Перемещающийся поршень-вытеснитель проходит через газ, уменьшая в конечном итоге объем газа на теплом торце почти до нуля. В результате этого также создаются малые объемы газа при 65 К и 10 К на другом конце цилиндра по мере того, как поршень доходит до конца своего хода. В этой точке впускной клапан закрывается, а открывается выпускной клапан, который соединен с линией возврата, идущей в компрессор. Поскольку линия возврата имеет давление приблизительно 6—7 атмосфер, газ внутри цилиндров расширяется, охлаждается и движется обратно через поршни. При каждом ходе удаляется небольшое количество теплоты с каждой станции нагревания (и присоединенного массива криопанелей) для поддержания рабочих температур. Холодный газ, идущий обратно над шариками и экранами, охлаждает их снова до своей предыдущей температуры. По мере того, как поршень продолжает свое возвратно-поступательное движение, небольшие холодные объемы уменьшаются, принудительно заставляя оставшийся холодный газ перемещаться через матрицу поршня. Газ, выходящий из выпускного клапана охладителя, несколько теплее газа, вошедшего в цилиндр. Поскольку цилиндры охладителя — это сварная трубка, гелий вообще не попадает в вакуумное пространство. Аналогичным образом ни один из газов, конденсирующихся в криогенном насосе, никогда не попадает в поток гелия.

2.5.1.3. Компрессоры

Компрессор выполняет одну основную функцию: он забирает обратный газ из охладителя при давлении 6—7 атм. и повышает давление до 20 атм. перед возвращением его в охладитель. При сжатии гелия выделяется большое количество теплоты, которая должна передаваться либо охлаждающей воде, либо воздуху, подаваемому снаружи. Поскольку компрессор — это механическое устройство, требующее смазки, в возвращающийся гелий впрыскивается масло и передается в компрессорный насос. Масло также служит в качестве эффективной охлаждающей и теплопередающей среды. После сжатия и охлаждения через теплообменник поток гелия освобождается от масла посредством сепаратора тумана. Дополнительный патрон адсорбера обеспечивает окончательную очистку гелия, прежде чем он выйдет в охладитель. Типичная схема замкнутой системы циркуляции компрессора показана на рис. 4. Чистота газа поддерживается на уровне десятков — сотен частей на миллион.

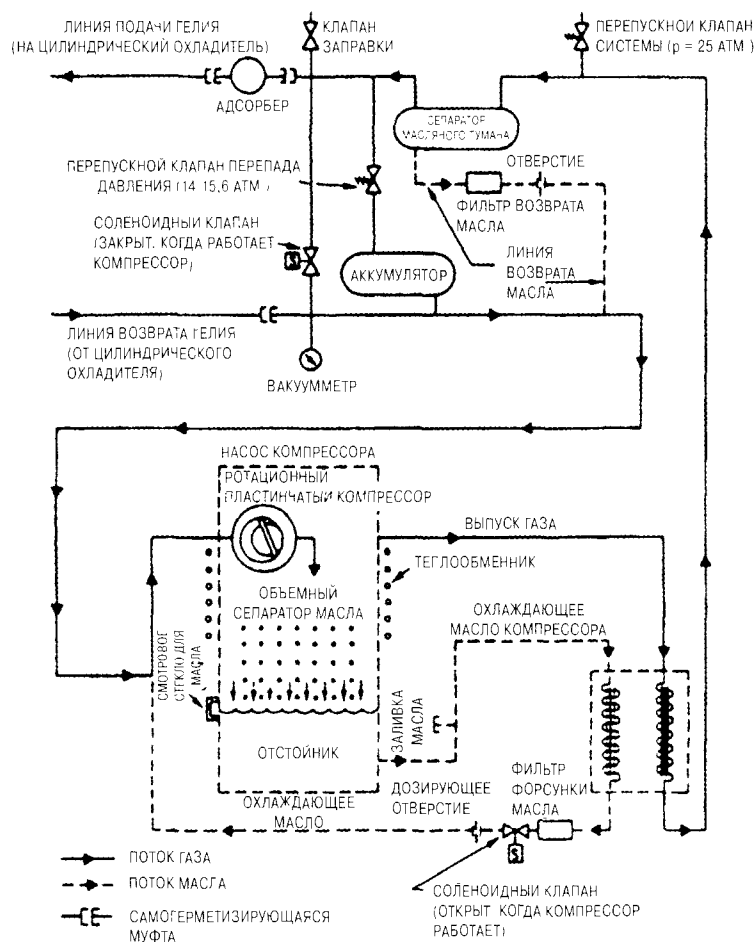


Рис. 4. Система циркуляции гелия, масла и охлаждающей воды в компрессоре крионасоса (источник: СТИ-Cryogenics)

Поскольку компрессор только забирает и выдает относительно постоянный объем гелия, предела расстояния сепарации компрессора и присоединенных криогенных насосов нет. Широко распространены участки линии гелия длиной 3—18 м, а компрессор может устанавливаться за десятки или сотни метров от насосов, когда используются линии соответствующего диаметра. Расстояние сепарации не создает никаких потерь в эффективности работы охладителя.

Основными факторами эффективности работы крионасоса, управляемого компрессором, являются следующие: абсолютное давление и перепад давлений в линиях подачи и возврата. При остальных равных условиях более высокая охлаждающая способность создается более высоким перепадом давлений. Эффективность работы несколько лучше при более низких значениях абсолютного давления. Более высокая охлаждающая способность обеспечивает более короткое время охлаждения и регенерации, а также большую способность справляться с тепловыми нагрузками при постоянной температуре. Поскольку компрессоры изготавливаются с механическими насосами объемного действия, увеличение выходного потока гелия со-

крапает перепад давления. Это означает, что когда большее количество малых насосов соединяется к одному большому насосу, способность охлаждения каждого насоса уменьшается, увеличивая время охлаждения. Для ограничения максимального перепада давления и абсолютного давления до разумного уровня обходной клапан с пружиной в компрессоре ограничивает перепад давлений, когда компрессора включен, но ничего не выдает на выходе (криогенные насосы в состоянии регенерации) или только выдает газ с низким давлением на выходе. В зависимости от вида применения эффективность работы крионасосов может быть увеличена путем обеспечения такой величины мощности компрессора, которая является экономически целесообразной. В многонасосных системах с автоматизированными органами управления на компрессоры может приходиться только 15–20% всех затрат на откачку, таким образом, существует большой потенциал использования небольших инвестиций для обеспечения значительной дополнительной компрессорной мощности.

Как правило, компрессоры требуют незначительного технического обслуживания. С периодическими интервалами от одного до трех лет следует заменять адсорбер для поддержания высокой чистоты газа. Если количество гелия уменьшилось и статическое давление гелия (при выключенном компрессоре) упало, следует добавить гелий с чистотой 99,999%. В случае загрязнения гелия, о чем свидетельствует появление стука при каждом ходе охладителя, компрессор и каждый из присоединенных криогенных насосов должны быть продуты и перегазованы. Кроме этого, в этот момент следует поменять адсорбер. Компрессоры будут работать в течение многих лет, не требуя никакого другого технического обслуживания. Срок службы в пределах 50 000–100 000 ч. является вполне обычным явлением.

2.5.1.4. Виды применения

Высоковакуумные испарители — это первый вид коммерческого применения крионасосов, когда они пришли на смену диффузионным насосам. Отсутствие обратного потока масляно-го пара и способность достигать значения давления около 10^{-7} Торр и ниже делают крионасосы привлекательными для использования при нанесении разнообразных электронных и оптических тонких пленок путем испарения или металлизации напылением. Модели крионасосов сверхвысокого вакуума работают в пределах от 10^{-8} до 10^{-11} Торр в системах, изучающих физику поверхности и молекулярно-пучковую эпитаксию. При производстве полупроводников крионасосы работают в системах для напыления металлизированных покрытий при $5 \cdot 10^{-3}$ Торр и на конечных станциях установки полной имплантации и линий пучка. Процессы полной травления с помощью инертных газов, в частности таких, как аргон, а также реактивных газов, проходят в вакууме при откачке крионасосами. Промышленное оборудование, в частности электроннолучевые сварочные аппараты, вакуумная пайка, а также печи термообработки, основаны на свободной от масла среде камер с откачкой криогенными насосами для высококачественной обработки металла. НАСА и аэрокосмические компании пользуются большими крионасосами 90–120 см в диаметре для откачки имитационных камер космического пространства длиной 33 м до 10^{-5} Торр, хотя при этом используются насосы гораздо большего размера с несколькими охладителями и LN_2 для части охлаждения. Малые криогенные насосы диаметром 100 мм используются на грузочном шлюзе вакуумных систем и в аналитических приборах, в частности таких, как системы вторичного ионного масс-спектрометра.

Наиболее популярные криовакуумные насосы имеют диаметр 200 мм, и большинство из них используются в коммерческих полупроводниковых производственных системах. Типичные характеристики крионасоса диаметром 200 мм приведены ниже:

Характеристики крионасоса диаметром 200 мм

Быстрота откачки водяного пара	4000—4500 л/с
Быстрота откачки азота	1500 л/с
Быстрота откачки аргона	1200 л/с
Быстрота откачки водорода	2200—2500 л/с
Сорбционная емкость (по аргону)	1000 л
Сорбционная емкость (по водороду)	12—18 л
Производительность по аргону	700 см ³ /мин
Переходная характеристика	150 Торр·л
Время охлаждения	90–100 мин.
Время полной регенерации	2,5—3 ч.

2.5.2. Основные характеристики крионасосов

2.5.2.1. Режимы потока

Крионасосы могут работать в широком диапазоне значений давления, как правило, начиная приблизительно с $5 \cdot 10^{-3}$ Торр на стороне высокого давления и заканчивая 10^{-11} Торр на стороне низкого давления. Лабораторные насосы достигали даже еще более низких значений давления. При этом диапазоне давления, как правило, поток газа находится в режиме молекулярного потока для систем средних размеров. В молекулярном потоке траектории молекул — это прямые линии с очень большой средней длиной свободного пути по сравнению с размерами системы. Молекулярная плотность достаточно низкая, поэтому можно пренебречь всеми межмолекулярными взаимодействиями и рассеянием. Это упрощает конструкцию элементов крионасоса. Кроме того, теплоотдачей посредством теплопроводности газа можно пренебречь при давлении ниже 10^{-3} Торр. Однако при значениях давления для металлизации напылением при давлении 10^{-3} Торр рассеяние на молекулах газа и проводимость могут быть значительными [3].

Особенность молекулярного потока, являющаяся важной для всех высоковакуумных насосов, заключается в том, что насос не втягивает или «всасывает» молекулы в направлении впуска. Насос должен дожидаться прибытия молекулы, находящейся в квазипроизвольном движении и затем «поймать» ее. Поскольку крионасос захватывает молекулу в ловушку посредством адсорбции и конденсации холодной поверхности, его можно считать своеобразной «криолипучкой для мух». Молекула попадает на холодную поверхность и больше ее не покидает. Другие молекулы оседают на поверхности и образуют все более и более толстые слои конденсата.

2.5.2.2. Давление пара

Крионасосы конденсируют все газы с очень высокой скоростью. Способность поверхности захватывать газ зависит от характеристики давления газа. Почти все газы удовлетворяют основному уравнению Клапейрона—Клаузуса [4] для давления пара p и температуры T в Кельвинах

$$\log p = -A(1/T) + \text{constant}.$$

Наклонная часть линии ($-A$) — это теплота парообразования газа. Пример графика Клайпейрона—Клаузиуса показан на рис. 5. Многим читателям больше знакомо альтернативное изображение данных давления пара, предложенное Хонигом и Хуком [5]. Данные с рис. 5 заново представлены в виде графика Хонига и Хука на рис. 6. Для поверхности при данной температуре в закрытом объеме равновесие будет достигаться при равновесных значениях давления пара для различных газов в объеме. Результирующее общее давление будет составлять сумму равновесных значений парциального давления отдельных компонентов газа. Для значений давления системы более чем в 100 раз больше равновесного давления пара в крионасосах достигается полная быстрота откачки. По мере падения давления системы ниже уровня в 10 раз большего равновесного давления быстрота откачки начинает падать. Нулевая быстрота откачки имеет место, когда базовое давление постепенно приближается к равновесному давлению пара на поверхности криопанелей или предельному остаточному давлению газа в крионасосе. В большинстве случаев эти значения предельного остаточного давления находятся значительно ниже 10^{-11} Торр для конденсируемых газов.

Нормальный сухой комнатный воздух состоит из 78% азота, 21% кислорода, 1% аргона и других газов, содержание которых доходит приблизительно до 7 частей на миллион, как в случае гелия. В зависимости от относительной влажности водяной пар может составлять 1 или 2% воздуха. В вакуумной системе азот, кислород и другие газы быстро удаляются посредством первоначального процесса откачки, оставляя водяной пар в качестве основной составляющей части вакуумной атмосферы. Водяной пар устанавливает полярные связи с поверхностями в виде 50–100 мономолекулярных слоев, в то время как другие газы на них не задерживаются.

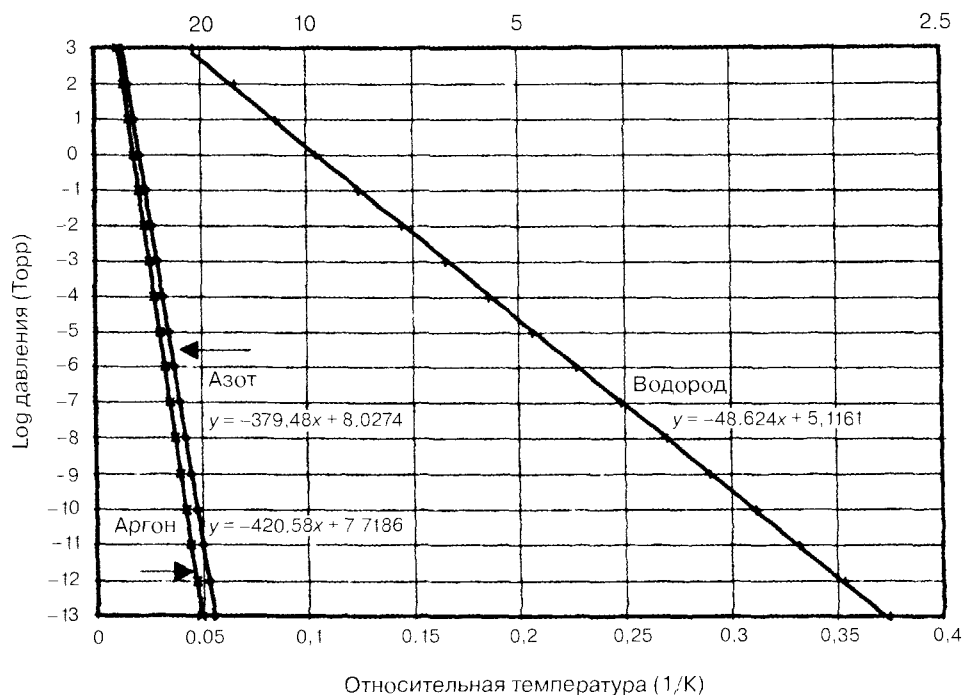


Рис. 5. Зависимость давления газа от температуры (график Клаузиуса—Клайпейрона для аргона, азота и водорода)

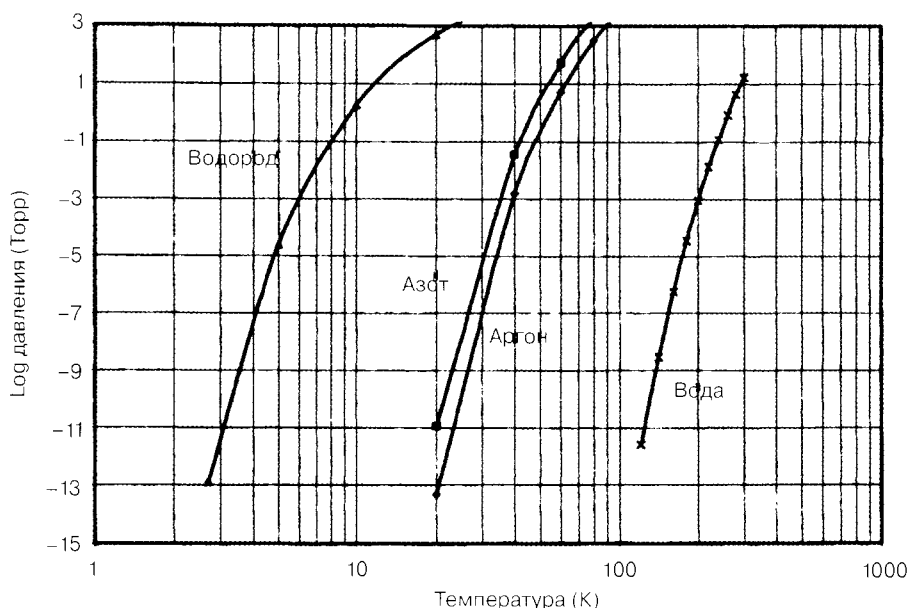


Рис. 6. Зависимость давления газа от температуры (график Хонига и Хука для аргона, азота, водорода и водяного пара)

Вода может составлять 98% газовой нагрузки вакуумной системы при 10^{-7} Торр. Следовательно, высокая быстрота откачки для водяного пара является критической во всех вакуумных системах.

2.5.2.3. Конденсация

Вода относительно легко улавливается криогенными поверхностями. При 130 К достигается равновесное давление пара 10^{-10} Торр, обеспечивающее почти 100%-ную эффективность откачки до значений давления ниже 10^{-11} Торр. Поверхность с температурой ниже 113 К обеспечивает эффективность больше 99% при откачке до давления ниже 10^{-11} Торр. Следовательно, функционирование поверхности криогенного насоса в диапазоне от 65 до 90 К характеризуется 100%-ной эффективностью при откачке воды и газов с высокой молекулярной массой, а также паров в любой вакуумной системе. Температура ниже 20 К необходима для конденсации азота, кислорода, аргона и большинства других конденсируемых газов. При этой температуре конденсаты представляют собой плотные твердые вещества, подобные льду. Следует отметить, что нецелесообразно конденсировать водород, гелий и неон даже при температурах в диапазоне от 6 до 20 К. Эти три газа должны откачиваться специальными адсорбирующими поверхностями внутри крионасоса.

Для всех других газов, однако, поверхности конденсации в диапазоне от 10 до 20 К обеспечивают 100%-ную эффективность откачки при постоянной скорости на протяжении всего диапазона — от давления ниже 10^{-10} Торр до давления выше 10^{-4} Торр. По мере повышения давления и достижения 10^{-5} Торр быстрота действия увеличивается приблизительно на 20–40% вследствие появления переходного потока. В большинстве случаев применения быстрота действия крионасоса может считаться постоянной при всех значениях давления.

Процесс конденсации требует отвода теплоты газа через соприкосновение его молекул с холодными поверхностями. Следует отметить, что количество теплоты, удаляемой из газов при температуре, близкой к комнатной, весьма низкое. Для азота конверсия газа при 300 К в твердое вещество при 20 К — это сложный, хотя и мгновенный процесс.

Общее количество теплоты конденсации азота

Процесс охлаждения	Количество теплоты (калории/моль)
Газ охлаждается от 300 К до 77 К	1600
Сжижение газа при 77 К	1300
Охлаждение жидкости от 77 до 63 К	189
Переход жидкости в твердое состояние I	172
Охлаждение твердого вещества I от 63 К до 36 К	267
Переход твердого вещества I в твердое вещество II	54
Охлаждение твердого вещества II до 20 К	123
Итого	3700

Это соответствует приблизительно 1 Вт энергии, который требуется отвести для охлаждения каждых 100 см³/мин азота в систему, что приблизительно соответствует потоку в системе ионного распыления при $2 \cdot 10^{-3}$ Торр. Для одного и того же насоса, работающего в диапазоне 10^{-6} Торр или ниже, общая нагрузка конденсации меньше 1 милливатта. Именно по этой причине даже очень большие крионасосы могут конструироваться с относительно небольшой охлаждающей способностью при 20 К и ниже. Для совершения же механической работы по перемещению 100 см³/мин (0,2 Торр·л/сек) газа в вакуумной системе требуется мощность, равная только приблизительно 30 милливатт.

Часто бывает целесообразно контролировать рабочую температуру криопанелей и экрана теплового излучения при заранее заданном значении. Как правило, температура устанавливается в диапазоне от 65 до 90 К для того, чтобы предотвратить частичную адсорбцию Ar, N₂, CO и других газов на элементах криопанелей первой ступени. Например, температура первой ступени может падать до 40—50 К в криогенном насосе при очень низких тепловых нагрузках. Если насос затем используется для полного распыления аргона при 10^{-3} Торр, некоторая часть аргона адсорбируется в виде очень тонкого слоя на поверхностях впускного массива криопанелей. Когда газовый поток выключается в конце процесса, давление камеры может в течение долгого времени восстанавливаться до диапазона 10^{-6} — 10^{-7} Торр по мере того, как слегка адсорбированный газ выделяется из криопанелей. Присутствие толстого слоя волевого льда на криопанелях может ухудшить проблему из-за большей эффективной площади поверхности микрокристаллических конденсатов льда. Повышение температуры массива криопанелей первой ступени до диапазона 65—90 К сокращает адсорбцию Ar и ускоряет восстановление давления до базовых значений.

В принципе температура первой ступени в диапазоне 90—105 К необходима для некоторых процессов, в которых требуются повторяющиеся циклы перепада давления в пределах большого диапазона. Однако поскольку первая и вторая ступени охладителя имеют термодинамическую связь, обычно не представляется возможным довести температуру первой ступени до таких высоких значений, не повысив также температуру второй ступени значительно выше оптимального диапазона 10—14 К.

2.5.2.4. Адсорбция

Три легких газа H_2 , He и Ne нельзя откачивать посредством конденсации, поэтому их приходится адсорбировать. Для этой цели используется активированный или древесный уголь, полученный из скорлупы кокоса, древесины или других органических материалов. Обработка древесного угля паром при высоких температурах создает огромные эффективные площади, равные $1000 \text{ м}^2/\text{г}$ или более. После этого уголь имеет взаимосвязанную сеть мельчайших каналов или трещин с жестко контролируемым размером пор в пределах от 10 до 30 ангстрем. Молекула газа, применяющая посадку на наружной поверхности угля, теряет кинетическую энергию по мере охлаждения до 10—12 К. Такие слабо удерживаемые молекулы затем быстро диффундируют во внутренний объем древесного угля. При этих значениях температуры молекулы водорода могут удерживаться при очень низких равновесных значениях давления пара, в таких случаях на поверхности угля адсорбируется до одного мономолекулярного слоя газа. Хотя такие результаты не впечатляют, но 10^{15} атомов/ см^2 , адсорбированных граммом древесного угля (приблизительно одна чайная ложка), составляют 200 см^3 водорода. Количество древесного угля, умещающегося в руке человека, может адсорбировать 10—20 л газа. Слой гранул древесного угля или шариков прикрепляется к листам меди с помощью совместимой с вакуумом эпоксидной смолы или других клеев.

Удивительная способность холодного активированного угля адсорбировать газ демонстрируется уменьшением давления пара. Плоская медная поверхность при 12 К будет удерживать только небольшую долю мономолекулярного слоя водорода, выходя на равновесное давление, равное приблизительно 20 Торр. Если добавить 50—100 граммов древесного угля на поверхность меди, можно адсорбировать многие литры газа, прежде чем будет достигнуто равновесное давление, равное приблизительно 10^{-10} — 10^{-8} Торр. Это означает уменьшение давления на 12 порядков с помощью такого простого приема.

Уголь используется вместо цеолитов, поскольку он гидрофобен. Другими словами, во время регенерации крионасоса любой адсорбированный водяной пар может быть удален из древесного угля посредством нагревания до 30—40 °С вместо 200—250 °С — температуры, которая требуется для цеолитов. Активированный уголь, используемый в криогенных насосах, обрабатывают при очень высоких температурах для получения почти чистого углерода с небольшим количеством примесей. Поскольку и уголь, и клеи имеют температуру приблизительно 12 К, всякий раз, когда открывается высоковакуумный клапан и насос соединяется с остальной частью вакуумной системы, эти поверхности всегда являются газопоглотителями и никогда не являются источниками выделения газа.

Рабочая температура древесного угля влияет на то количество газа, которое может быть удержано при данном равновесном давлении. При 10—15 К грамм древесного угля будет удерживать приблизительно 200 см^3 водорода при $5 \cdot 10^{-6}$ Торр или приблизительно 100 см^3 при $5 \cdot 10^{-8}$ Торр. Это нормальные условия использования криогенного насоса при максимальной сорбционной емкости. Температуры ниже 10 К не улучшают сорбционную емкость, хотя более низкие предельные значения можно получить в чистых, герметически обработанных системах сверхвысокого вакуума при малых водородных нагрузках. При высоких водородных газовых нагрузках, создающих значения парциального давления 10^{-5} Торр и выше, очень низкие температуры углерода являются вредными. Водород не способен диффундировать внутрь гранул угля достаточно быстро, чтобы сохранить низкие значения давления. Вместо этого сорбционная емкость древесного угля в диапазоне от 12 до 14 К является оптимальной для сохра-

нения постоянной быстроты действия [6]. Однако при температурах выше 25 К сорбционная емкость угля по водороду быстро падает, но он обладает способностью адсорбировать (откачивать) многие другие газы, в частности такие, как азот или аргон, при температурах значительно выше 90 К.

Гелий адсорбируется труднее водорода. Насос, который может адсорбировать до 20 литров водорода, удерживая значения давления ниже $5 \cdot 10^{-6}$ Торр, может адсорбировать только 5 см³ гелия при том же максимальном уровне давления. К счастью, гелий представляет собой всего лишь незначительную часть нашей атмосферы. Очень низкая сорбционная емкость по гелию препятствует использованию криогенных насосов для любых процессов, в результате которых гелий выделяется в вакуумную камеру. Также необходимо, чтобы гелий оставался всего лишь незначительной примесью в любом другом технологическом газе, — условие, которое не всегда выполняется. В частности коммерческие поставщики баллонного газа и сепараторных установок воздуха не могут считать гелий или неон в качестве примесей, когда сертифицируют чистоту аргона и азота. Присутствие 10—100 частей на миллион в технологическом потоке газа может быстро вызвать проблемы с базовым давлением в системах крионасосов.

2.5.2.5. Тепловые нагрузки

Нагрузки теплового излучения также играют роль в конструкции и эксплуатации криовысоковакуумных насосов. Насосы обычно установлены на входе вакуумной камеры с тонким вакуумным затвором в отверстии. Вакуумная камера действует как большая оптическая поглощающая полость или «черное тело» при температуре стенки, если нет других тепловых нагрузок в камере. При комнатной температуре (295 К) тепловая нагрузка от инфракрасного излучения на впуск насоса составляет приблизительно 0,05 Вт/см² или приблизительно 16 Вт на стандартном насосе с диаметром 20 см (8 дюймов). При более горячих поверхностях камеры тепловая нагрузка повышается пропорционально T^4 (в Кельвинах). Это ограничивает эксплуатацию большинства крионасосов использованием при температурах стенки в пределах от 50 до 100 °С.

Большая часть тепловой нагрузки поглощается первой ступенью охладителя по мере того, как и излучение попадает на впускной массив криопанелей насоса. Впускной массив криопанелей насоса имеет, как правило, никелевое покрытие для уменьшения поглощаемой тепловой нагрузки на насос во время процесса охлаждения, когда насос не содержит никаких газов. Как только насос проработает в течение нескольких часов или дней, на впускном массиве криопанелей образуется тонкий слой поглощающего инфракрасное излучение водяного льда. Некоторая часть теплового излучения проходит через или вокруг впускного массива криопанелей и попадает на черный экран теплового излучения, который также охлаждается первой ступенью охладителя приблизительно до 65—80 К. Поскольку охлаждающая способность первой ступени при 65 К, как правило, в три раза больше по сравнению со второй ступенью при 12 К, впускной массив криопанелей также служит в качестве экрана для массива второй ступени, предотвращая тепловую перегрузку низкотемпературных поверхностей.

Источники теплоты в вакуумной камере, в частности такие, как тепловые лампы и источники осаждения, добавляют дополнительные тепловые нагрузки крионасосу. Стенки вакуумной камеры из нержавеющей стали на 90% отражают инфракрасное излучение, в то время как отражательная способность алюминиевых поверхностей может приближаться к 98% при больших значениях длины оптических волн. Это позволяет излучению многократно отражаться от

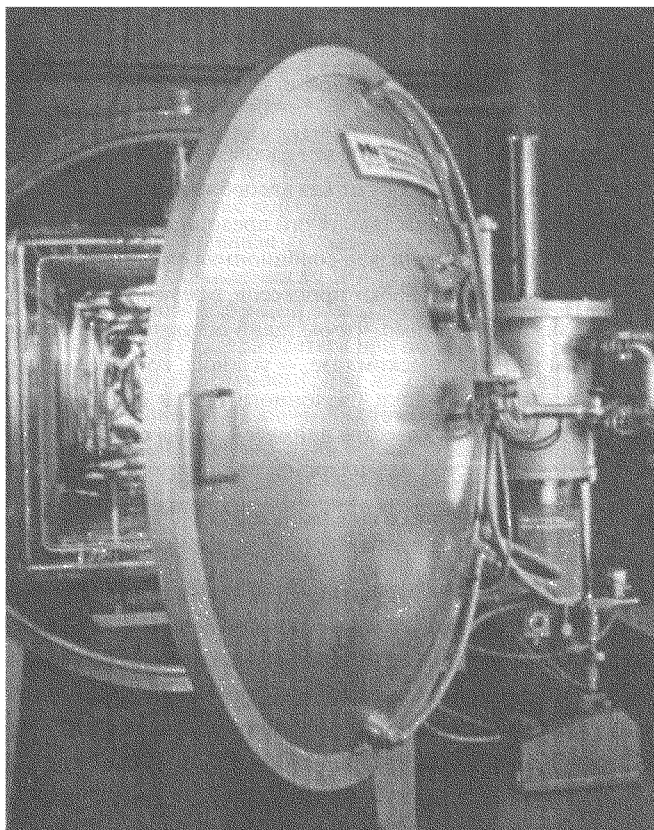


Рис. 7. Крионасос диаметром 320 мм с 2000 литров аргонового льда и некоторым количеством водяного пара. (Фотография вакуумной печи с крионасосом предоставлена СТИ-Cryogenics)

камеры при незначительном ослаблении. Инфракрасное излучение, невидимое человеческому глазу, оказывается в конечном итоге в «черной дыре» криогенного насоса. Следовательно, может быть необходимым уделить внимание тепловому экранированию источников теплоты в камере или на входе в крионасос. То, что этот процесс экранирования может быть эффективным, демонстрируется использованием криогенных насосов на вакуумных печах (рис. 7), где имеются горячие зоны, работающие при 2000 °С и выше.

2.5.2.6. Переходная характеристика

Другая тепловая нагрузка на крионасос — это переходная нагрузка во время первоначального открытия вакуумного затвора в вакуумную камеру. Как правило, вакуумная камера откачивается насосом предварительного разрежения до 0,1–1 Торр, затем происходит открытие клапана высоковакуумного насоса. Внезапный впуст воздуха и водяного пара создает импульсную тепловую нагрузку на охлажденные поверхности насоса по мере конденсации газа, пропорциональную произведению давления в камере на ее объем. Давление в камере падает до 10^{-5} Торр или ниже за несколько секунд. Количество теплоты, отводимое от газа во время охлаждения, на мгновение превосходит способность охладителя поддерживать температуру. Теперь теплоемкость охлажденных частей определяет, насколько сильно будет повышаться температура. *Переходная характеристика* насоса, обычно выражаемая в Торр-л, является именно тем произведением давления камеры на объем газа, который может быть впушен в камеру без повы-

шения температуры криопанелей второй ступени выше 20 К. Это условие гарантирует отсутствие выхода адсорбированного водорода в систему, следовательно, отсутствие роста давления вместо его снижения. Интересно, что продолжение использования крионасоса улучшает переходную характеристику, поскольку конденсированный газ нагрузки обладает собственной теплоемкостью. Например, 300 л аргона, конденсированные приблизительно в 375 см^3 аргонового льда, имеют массу 535 г. Этот лед при 12 К имеет теплоемкость, сравнимую с теплоемкостью меди и нержавеющей стали деталей крионасоса при 12 К, что удваивает величину переходной характеристики.

2.5.2.7. Сорбционная емкость крионасоса

Сорбционная емкость криогенного насоса по конденсированным газам зависит от габаритных размеров насоса. Водяной пар — и другие газы Типа I, имеющие низкие значения давления паров при 65 К, — конденсируется на верхних поверхностях впускного массива криопанелей и на внутренней части теплового излучающего экрана. В крионасосе диаметром 200 мм почти 1 л воды может храниться в виде льда, распределенного по этим поверхностям слоями до нескольких сантиметров толщиной. Предел сорбционной емкости по водяному пару определяется тем, что лед в конечном итоге препятствует другим газам достигать внутренних частей насоса, сокращая тем самым их быстроту откачки. В большинстве видов применения несколько десятков кубических сантиметров воды будут собираться в течение нескольких недель работы насоса. В условиях сверхвысокого вакуума насос не будет собирать и наперстка воды или других газов в год! Криогенный насос с небольшим количеством сконденсированной воды показан на рис. 8.

Аргон, азот, кислород и другие газы Типа II, конденсирующиеся при 20 К, адсорбируются на поверхностях второй ступени при 10—20 К. По мере того, как они образуют слои льда в не-

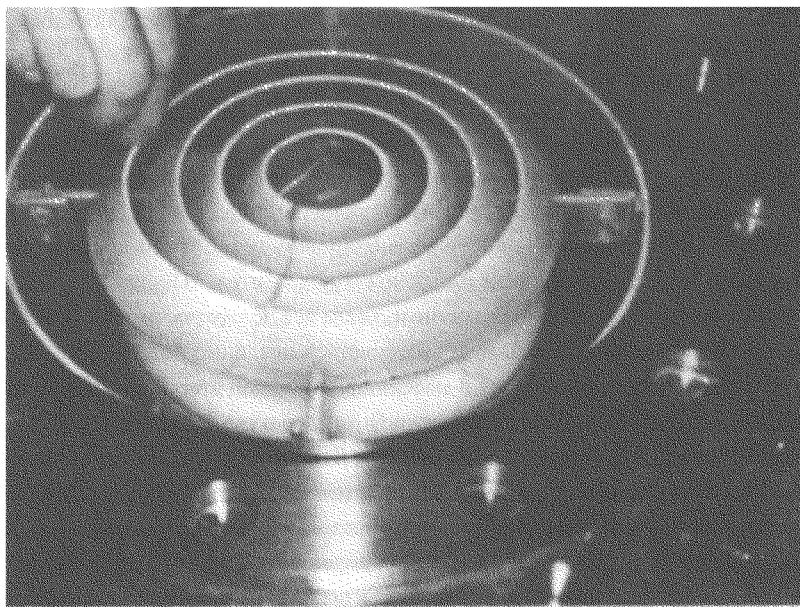


Рис. 8. Крионасос диаметром 305 мм во время регенерации. Виден слой тающего аргонового льда толщиной 2—3 см (фотография предоставлена СТИ-Cryogenics)

сколько сантиметров толщиной, начинаются следующие процессы. Слой льда растет вверх до тех пор, пока не достигнет впускного массива криопанелей, работающих при 65 К. Поскольку газы Типа II не конденсируются при 65 К, лед продолжает разрастаться вверх через впускной массив, фактически не касаясь более теплых поверхностей. Шар из льда газов Типа II также начинает блокировать доступ газов Типа III, которые не конденсируются при 20 К (водород, гелий, неон) на поверхностях, покрытых углем. Более того, лед газов Типа II больше не экранируется впускным массивом криопанелей, поэтому на второй ступени охладителя тепловые нагрузки увеличиваются. Вследствие увеличенной тепловой нагрузки и растущего теплового градиента льда равновесное давление начинает повышаться. Этим устанавливается практический предел сорбционной емкости крионасоса диаметром 200 мм для газов Типа II на уровне приблизительно 1000 л газа, прежде чем равновесное давление не повысится до 10^{-5} Торр. Для систем, которые должны иметь быстрые и часто повторяющиеся циклы смены давлений, начиная с уровня выше 10^{-5} для ионного распыления до уровня ниже 10^{-7} Торр для очистки камеры, уменьшение сорбционной емкости может наблюдаться по мере того, как увеличивается время восстановления до базового давления.

С практической точки зрения крионасос может использоваться в течение продолжительного времени до того, как будет достигнута предельная сорбционная емкость. Для статической высоковакуумной откачки при 10^{-6} Торр насос диаметром 200 мм мог бы работать в течение одного—трех лет, прежде чем потребуется регенерация. В видах применения, предусматривающих использование загрузочного шлюза или периодический режим без дополнительных технологических газовых нагрузок, можно получить 2000—5000 циклов откачки между регенерациями. Системы ионного распыления имеют типичные газовые нагрузки по аргону, равные 50—150 см³/мин. В сочетании с требованиями быстрого восстановления время между регенерациями ограничивается 1—2 неделями. Аналогичным же образом в условиях полномасштабного производства для установок ионной имплантации с газовыми нагрузками по тяжелому водороду требуется регенерация с интервалами в 5—15 дней.

2.5.2.8. Регенерация насоса

После того, как предельная сорбционная емкость крионасоса достигнута, необходима его регенерация для восстановления полной быстроты откачки и базового давления. Поскольку для сбора газов использовались три типа адсорбции, во время регенерации происходят несколько различных процессов. Самый простой способ регенерировать насос заключается в том, чтобы просто закрыть высоковакуумный клапан и выключить охладитель. Поскольку насос первоначально будет находиться под высоким вакуумом, когда все поверхности холодные, массивы криопанелей и сконденсированные газы будут нагреваться медленно по мере того, как теплота пропускается через цилиндр охладителя в массив криопанелей второй ступени. Поскольку температура массива криопанелей второй ступени (и температура древесного угля этого массива) поднимается выше 25 К, водород и другие газы Типа III выпускаются в объем насоса, повышая давление. Когда давление насоса поднимается выше 10^{-3} Торр, теплопроводность газа возрастает, создавая большую тепловую нагрузку на массивы криопанелей. При 30 К значения равновесного давления паров газов Типа II, сконденсированных на второй ступени, начинают возрастать, а азот и аргон дополнительно повышают растущее давление в насосе. В течение нескольких минут по-прежнему холодный древесный уголь адсорбирует газы Типа II, которые затем перетекают на прогретый тепловой экран излучения и внешние поверхно-

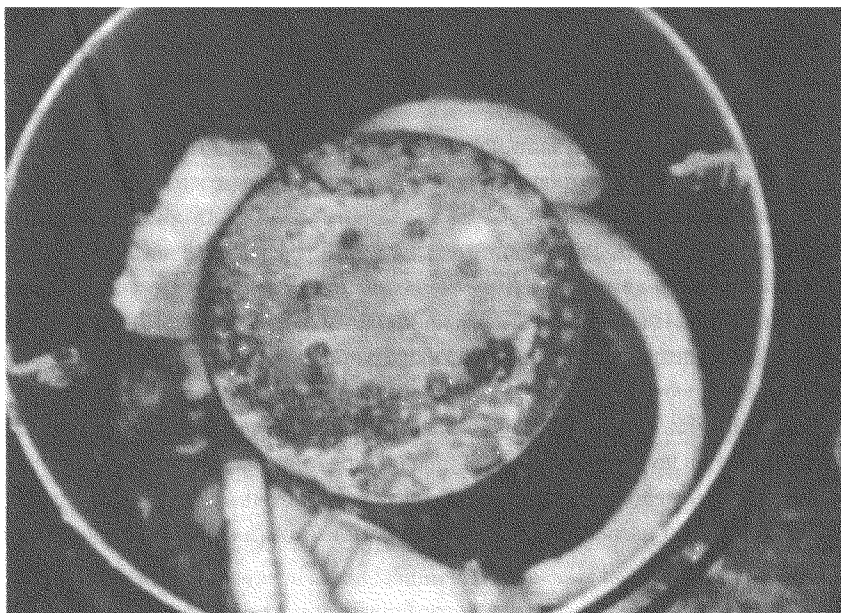


Рис. 9. Фотография внутренних деталей крионасоса с тающим льдом во время регенерации (фотография предоставлена СТИ-Cryogenics)

сти вакуумного сосуда. Крионасос в середине процесса регенерации показан на рис. 9. При некоторых положениях насоса поток жидкого хладагента может направляться к вакуумному затвору или в другие части камеры. Внешний резервуар насоса становится очень холодным, конденсируя водяной пар из воздуха комнаты на наружной поверхности в виде капель жидкости или изморози.

Теперь возросшая скорость парообразования препятствует способности древесного угля адсорбировать какое-либо дополнительное количество газа, и давление возрастает до уровня выше 1 атм. Пружинный перепускной клапан давления открывается для выпуска холодных газов и поддержания внутреннего давления насоса несколько выше атмосферного. Если бы перепускной клапан давления отсутствовал, 1000 л конденсированного аргона могли повысить давление в объеме 10-литрового вакуумного резервуара до 100 атм., вызывая повреждение насоса, высоковакуумного клапана или самой вакуумной системы. По этой причине важно обеспечить свободный поток от перепускного клапана для газов, выпущенных во время регенерации.

Во многих процессах используются или генерируются пожароопасные, токсичные или другие опасные газы. Газы от крионасоса должны, как правило, выпускаться в сертифицированные трубы или системы обработки. Поскольку 1000 л газа могут превращаться в пар за несколько минут в течение регенерации насоса, выпускная система должна подбираться по размеру с учетом пиковых значений расхода (скорости потока). В тех случаях, когда газы в результате нескольких одновременных процессов могут соединиться в вентиляционной системе, следует обратить внимание на возможные неблагоприятные химические реакции и пожароопасность. Например, насосы, используемые в установках ионной имплантации, во время регенерации могут выпускать десятки литров водорода, а также токсичные побочные продук-

ты типа бора, мышьяка или фосфора. Эти газы не следует выпускать в помещении, где находятся насосы.

В конечном итоге температура впускного массива криопанелей и теплового экрана излучения насоса поднимается выше 0°C (273 K), и замерзшая на массивах криопанелей вода начинает таять. Вода течет в низкие участки и начинает испаряться. Древесный уголь на массиве второй ступени адсорбирует большое количество водного пара и даже капли жидкости, которые доходят до него, хотя теперь температура древесного угля может приближаться к комнатной. Внутренние поверхности охлажденного вакуумного резервуара также конденсируют водяной пар до образования капель или льда. Давление в насосе падает до 1 атм. по мере того, как конечные газы Типа II вытекают, а перепускной клапан давления автоматически закрывается. Если не производится продувка насоса каким-либо другим газом, все части насоса в конечном итоге возвращаются к комнатной температуре. Если в насосе имеется значительное количество воды, то при 100%-ной относительной влажности древесный уголь может адсорбировать водяной пар в количестве до половины собственной массы. Прежде чем насос можно будет перезапустить, необходимо полностью удалить остаточные газы и всю воду из насоса. Это можно сделать путем нагревания, продувки сухим азотом и форвакуумирования вакуумного резервуара.

2.5.3. Современные системы контроля

2.5.3.1. Индикаторы температуры

Хотя стабильная эксплуатация крионасосов обеспечивается на протяжении очень широкого диапазона рабочих температур массива криопанелей, полезно знать фактические значения температуры этого массива. В старых насосах использовалась система с индикатором давления паров водорода (H_2VP) с заполненной газом колбой, установленной на низкотемпературной ступени. Поскольку нормальная точка кипения водорода равняется $20,2\text{ K}$, показание давления 760 Торр (1 атм.) механическим манометром свидетельствовало, что массив достиг температуры 20 K . По мере того, как температура падала ниже 12 K , показание манометра опускалось ниже 10 Торр. Будучи простым и надежным, индикатор H_2VP не так полезен, когда необходимо измерение других диапазонов температур и электрических характеристик.

В большинстве крионасосов в качестве температурных датчиков используются кремниевые диоды. При подаче постоянного тока силой несколько микроампер падение напряжения обеспечивает точные и повторяемые измерения температуры. Высокая чувствительность, стабильность и низкая стоимость делают эти приборы особенно привлекательными для контроля. Хотя их показания являются почти линейными в диапазоне температур $25\text{--}330\text{ K}$, при более низких температурах они отклоняются от линейной зависимости. Благодаря цифровым электронным цепям преобразование напряжения диодов в очень точные значения температуры становится относительно простым делом.

2.5.3.2. Измерение давления

Термопарный вакуумметр можно присоединить к резервуару крионасоса для измерения давления в диапазоне от 1 до 10^{-3} Торр. Хотя абсолютная точность вакуумметров не выше $\pm 20\text{--}30\%$ в конце их рабочего диапазона, ее достаточно для хорошей работы насоса. Это объясняется тем, что они фактически измеряют теплопроводность присутствующего газа, т. е. характеристику, являющуюся наиболее важной для регенерации криоенного насоса. Учитывая их

механическую прочность и низкую возбуждающую силу тока, термпарные вакуумметры зарекомендовали себя как очень стабильные и надежные устройства. Обычно бывает достаточным переустановить вакуумметр на нуль, когда насос имеет рабочую температуру, и клапан высокого вакуума закрыт, т. е. режим, который обязательно создаст вакуум значительно ниже самого низкого предела чувствительности вакуумметра.

Обычно конструкция трубки вакуумметра подбирается таким образом, чтобы температура нити накала была ниже точки возгорания водорода для предотвращения взрыва в случае, если насос запускается для выполнения регенерации при включенном вакуумметре. По аналогичным причинам, связанным с требованиями безопасности, настоятельно рекомендуется не устанавливать ионизационный вакуумметр с нитью накала рядом с высоковакуумным клапаном насоса.

2.5.3.3. Электрические нагреватели

Прикрепленные к двум тепловым станциям охладителя электрические нагреватели могут не пользоваться для обеспечения двух важных функций: сохранения точных значений температуры во время работы и быстрого нагревания внутренних частей насоса во время регенерации. Поскольку в большинстве случаев желательно поддерживать значения температуры первой ступени на уровне 65 K, для увеличения мощности нагревателя первой ступени на несколько ватт используется контрольная цепь замкнутого контура, подсоединенная к одиночному температурному датчику. Таким образом предотвращаются проблемы задержки аргона. Обычно не требуется повышать температуру второй ступени, поскольку другие тепловые нагрузки будут добавлять 1 Вт или более, столь необходимые для перевода охладителя в диапазон температур 10—14 K.

Во время регенерации нагреватели могут работать на полной мощности для того, чтобы за несколько минут обеспечить 100—200 Вт или более для вывода температуры массивов криопанелей на уровень значительно выше комнатной температуры. Опять-таки важное значение имеет контроль замкнутого контура, чтобы не допустить перегрева охладителя и криопанелей. Если долгое время нагревать насос выше 80—100 °C, можно повредить охладитель. Нагреватели обеспечивают ту энергию, которая необходима для парообразования жидкого аргона или азота, замороженного на второй ступени, и таяния водяного льда на первой ступени. Разогретые массивы криопанелей также нагревают поток продувочного газа (азота), который поступает в насос во время регенерации. Тепло передается на внешний вакуумный резервуар посредством теплопроводности и конвекции. Цепь управления медленно уменьшает мощность, подаваемую на нагреватели, по мере того как различные части насоса нагреваются до 40—60 °C.

Поскольку массивы криопанелей, температурные датчики и нагреватели подключены к тепловым станциям охладителя, кожухи нагреватели не достигают очень высоких значений температуры, т. е. максимально они нагреваются до 40—60 °C. Кожухи герметично закрыты для того, чтобы предотвратить попадание воды или газа, а также воздействие вакуума насоса на нагреватели. Эти характеристики нагревателя важны потому, что не допускают превращение самого нагревателя в источник возгорания пожароопасных газов во время регенерации.

2.5.3.4. Автоматизированная регенерация

В крионасосах самого последнего поколения используются процессы автоматизированной регенерации, включающие внутренние нагреватели для массивов криопанелей, наблюдение

за давлением и температурой, контроль продувки газом, а также управление форвакуумным клапаном. Цель автоматизированной регенерации заключается в том, чтобы выполнить процесс за минимально короткое время и обеспечить удаление всей остаточной воды и газов с поверхностей насоса и активированного угля. За счет предварительного разрежения до заданного базового давления и увеличения скорости действия можно удалить всю воду и десорбировать активированный уголь до повторяемого уровня чистоты.

В начале цикла автоматизированной регенерации запускается поток азота — газа продувки, чтобы быстро довести вакуумный резервуар до атмосферного давления в целях усиления теплоотдачи от окружающей среды. Кроме того, поток газа продувки с расходом 20—60 л/мин разбавляет водород в течение первоначальных стадий регенерации и уносит его из насоса. Электрические нагреватели, присоединенные к станциям нагрева охладителя или непосредственно к самим массивам криопанелей, быстро растапливают замерзший газ и способствуют быстрому парообразованию. Нагреватели доводят массивы и древесный уголь до температуры, близкой к 40 °С. Нагретые массивы разогревают поступающий газ продувки для ускорения испарения воды и нагрева стенок вакуумного резервуара. Поток газа продувки должен продолжаться до тех пор, пока не испарится жидкая вода, поверхности криопанелей и резервуара насоса не высохнут и не станут теплыми, а большая часть водяного пара не десорбируется из активированного угля. Когда присутствует всего лишь небольшое количество воды, как в случае насосов с камерами в вакуумных системах с загрузочными шлюзами, за 20 мин. можно произвести достаточную продувку. Однако в случае крионасосов на камерах, регулярно испытывающих воздействие атмосферы и влажности, в частности таких, как сами загрузочные шлюзы, в насосе могут присутствовать многие десятки кубических сантиметров воды, для удаления которых требуется продувка в течение 1 ч. и более. Для получения наилучших результатов работы линии продувки должны быть изготовлены из металлических труб, а встроенные в линию сушилки должны использоваться в целях предотвращения загрязнения газа продувки водяным паром.

Форвакуумная откачка резервуара начинается, когда все поверхности будут теплыми и сухими. Базовое давление на уровне 0.05 Торр, как правило, выбирается в качестве обязательного требования. При форвакуумировании удаляют газы и воду, адсорбированные древесным углем при атмосферном давлении, и большую часть водяного пара с металлических поверхностей. Нагреватели для массивов поддерживаются во включенном состоянии в течение процесса форвакуумирования для предотвращения испарительного охлаждения активированного угля. При высоких температурах вода будет переходить из одного состояния в другое с гораздо более высокой скоростью. Например, давление водяного пара почти в 4 раза выше при 40 °С, чем при 20 °С [7]. На рис. 10 показано давление водяного пара в диапазоне температур от 0 до 80 °С.

В некоторых программах регенерации возможно выполнение одновременного нагрева, продувки и форвакуумирования для ускорения удаления воды и тяжелых органических осадков в насосе, в частности светоотверждаемых побочных продуктов в установках ионной имплантации. За счет поддержания давления выше 10 Торр возможна быстрая возгонка воды без вероятности ее замерзания и превращения в лед путем испарительного охлаждения. Одновременный поток газа продувки прогоняет воду через форвакуумный насос и предотвращает реконденсацию в сухих форвакуумных насосах. Если давление в крионасосе снижается ниже 10 Торр, когда присутствует жидкая вода, происходит быстрое образование льда без испаре-

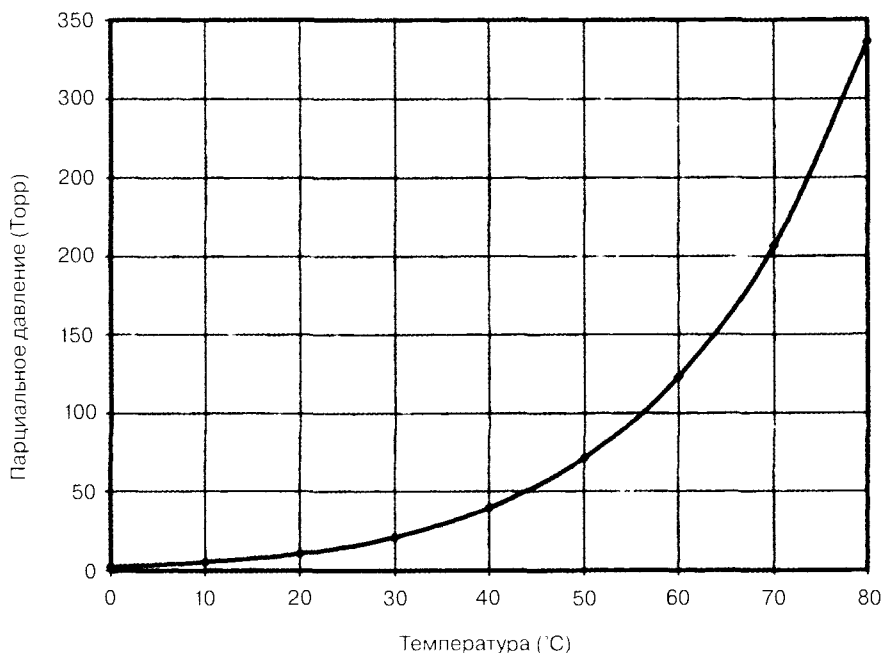


Рис. 10. Зависимость давления водяных паров от температуры. (Нагревание большой вакуумной печи с криооткачкой, тепловым экранированием, высокотемпературной горячей зоной)

ния. В этом случае при наличии достаточно большого форвакуумного насоса может быть получена ложная индикация оптимального базового давления, ведущая к неполной регенерации.

После достижения базового давления закрывается форвакуумный клапан и ведется наблюдение за скоростью роста давления. Если вся жидкая вода будет удалена и древесный уголь будет достаточно чистым, скорость роста давления будет не превышать 10^{-2} Торр/мин. Если не будет достигнута нужная скорость роста давления, форвакуумный клапан открывают снова. Если число циклов форвакуумирования превысит предварительно заданное, выполняется дополнительный цикл продувки в целях испарения любой оставшейся воды. Затем цикл форвакуумирования начинается снова.

Как только базовое давление и скорость роста давления будут достигнуты, нагреватели выключают и включают охладитель, тем самым запуская процесс охлаждения крионасоса. При внутреннем давлении насоса $0,05\text{--}0,1$ Торр большая часть остаточного газа представляет собой водяной пар. Как только охлаждение металлических поверхностей достигнет 150 K , на них начнется эффективная конденсация водяного пара, и давление начинает падать. Кроме этого, древесный уголь также начнет эффективно адсорбировать газы, удаляя весь остаточный воздух или азот — газ продувки. По мере того, как давление снова падает ниже 10^{-3} Торр, достигается изолирующий вакуум, который ускоряет отвод тепла из массивов криопанелей и сам процесс охлаждения. Когда температура массива криопанелей второй ступени достигнет приблизительно 17 K , а на первой ступени температура будет ниже приблизительно 130 K , насос снова будет готов к использованию. В большинстве случаев камера вакуумного процесса вентилируется воздухом во время процесса регенерации крионасоса, поэтому высоковакуум-

ная откачка может начинаться, даже когда сам насос продолжает охлаждаться до своих предельных низких значений температуры.

При работе с камерами сверхвысокого вакуума, которые не были провентилированы атмосферным воздухом во время регенерации крионасосов, желательно подождать и не открывать высоковакуумный клапан вторично сразу после того, как насос охладится до самых низких температур. Это делается для того, чтобы убедиться в том, что любой остаточный водяной пар был выпущен из резервуара криогенного насоса и поверхностей высоковакуумного клапана и скопленевровался на холодных поверхностях насоса.

2.5.3.5. Частичная регенерация

Во многих видах применения, например камерах ионного распыления в системах производства полупроводников, быстрая регенерация криогенного насоса является необходимой с экономической точки зрения. К счастью, эти системы имеют загрузочные иллузы, препятствующие поступлению воды в технологические камеры и криогенные насосы, расположенные на них. В этом случае нужны только регенерация поверхностей с температурой 12 К, а также удаление скопленевовавшихся технологических газов аргона или азота, равно как и удаление адсорбированных газов Типа III в древесном угле. Поскольку вода присутствует в малых количествах, нет необходимости повышать температуру массивов первой ступени от 65 К до комнатной температуры для таяния льда.

При частичной регенерации охладитель работает для сохранения температуры на первой ступени приблизительно на уровне 65 К. Нагреватель на второй ступени включается для повышения температуры массива второй ступени приблизительно до 180 К. В то же самое время производят короткую продувку небольшим количеством азота для повышения давления в насосе. По мере того, как температура массивов второй ступени поднимается выше 60—80 К, замерзший азот и аргон тают и попадают на экран теплового излучения (с температурой по-прежнему на уровне, близком 65 К) или стенку вакуумного резервуара. Через несколько минут жидкий азот или аргон испаряется. Температура выпускного массива криопанелей и экрана теплового излучения поддерживается достаточно низкой для предотвращения возникновения водяного пара с этих поверхностей и адсорбции активированным углем. Пары способствуют поддержанию экрана теплового излучения в холодном состоянии, несмотря на теплопередачу через пары от более теплого вакуумного резервуара. Пар выходит из перепускного клапана давления. Активированный уголь быстро заполняется большим количеством азота и аргона. Спустя несколько минут открывается форвакуумный клапан. Если газы остаются в жидкой фазе, давление сохраняется высоким. Если все жидкости испаряется, давление быстро упадет ниже 1 Торр. Если при открытии форвакуумного клапана быстрый перепад давления не обнаруживается, клапан снова закрывается, и выпускается короткая очередь газа продувки для того, чтобы еще раз повысить давление и стимулировать парообразование жидкости.

Как только перепад давления подтвердит отсутствие жидкостей, форвакуумная откачка продолжается до базового давления, в то время как массив активированного угля поддерживается при температуре приблизительно 180 К. Десорбция азота и аргона из активированного угля при данной температуре и базовом давлении 0,05 Торр является достаточной для полного восстановления сорбционной емкости по водороду до его исходной величины. Нагреватель второй ступени выключается, и охладитель возвращает массив второй ступени на уровень температур 10—20 К для эксплуатации. В большинстве случаев быстрый процесс регенерации



может быть выполнен приблизительно за 1 ч. или меньше. При правильном выполнении десяти или более последовательных быстрых регенераций могут быть проведены без каких-либо ощутимых потерь скорости действия или сорбционной емкости по водороду. Если в системах присутствуют более высокие нагрузки водяного пара, в этом случае, возможно, между полными регенерациями следует выполнить только от двух до четырех быстрых регенераций, поскольку увеличивающаяся нагрузка водяного пара добавляет тепловую нагрузку на насос. Следствием использования быстрой регенерации является увеличение продолжительности продувки, поскольку после ряда быстрых регенераций в насосе может присутствовать в 4–10 раз больше воды по сравнению с теми случаями, когда на каждом цикле осуществлялись полные регенерации.

Варианты быстрой регенерации могут быть целесообразными для конкретных видов применения, например, ионной имплантации. Большие количества водорода, получаемые посредством процесса имплантации [8] по сравнению с относительно низкими количествами азота или другими газами Типа II, могут требовать дополнительных циклов продувки — форвакуумирования во время быстрой регенерации для удаления всего водорода. Полная регенерация может потребоваться намного чаще, чем при ионном распылении для удаления более значительных количеств воды и светоотверждаемых побочных продуктов.

2.5.4. Применение крионасосов

2.5.4.1. Откачка вакуумных камер

Даже при откачке самых простых вакуумных камер требуется мониторинг работы высоковакуумного насоса, если необходимо достичь предусмотренный уровень рабочего давления. После запуска системы, начиная от атмосферного давления, механический насос используется для создания предварительного разрежения. Точка перехода на высоковакуумный насос зависит от типа используемого насоса предварительного разрежения, его скорости действия и переходной характеристики криогенного насоса. Рассмотрим вакуумный колпак диаметром 500 мм и высотой 760 мм (объемом 155 литров) с криогенным насосом диаметром 220 мм. Переходная характеристика криогенного насоса, 150 Торр-л показывает, что высоковакуумный клапан может быть открыт, когда давление в камере объемом 155 л опустится ниже 1 Торр. При откачке большинства камер данного размера используются насосы с производительностью ~30–60 м³/ч, что равно скорости действия всего лишь 8–16 л/с. Следовательно, нужно как можно скорее переключить систему на откачку криогенным насосом с скоростью действия 1200–4000 л/с. Кроме того, насосы предварительного разрежения с масляным уплотнением имеют тенденцию к образованию обратного потока масла при давлении ниже 0.2 Торр. Сухие насосы не допускают возникновения обратного потока, но тем не менее по-прежнему страдают от относительно низких значений скорости действия. При переходе давление быстро падает до точки, в которой его значение определяет выделение газа в камере. В случае камер, которые находились под действием воздуха при комнатной температуре, это означает, что камера, вероятно, достигнет давления в диапазоне от 10^{-4} до 10^3 мм рт. ст. в течение первой минуты.

После перехода давление будет медленно уменьшаться при условии отсутствия утечек. В большинстве случаев скорость газовыделения, в особенности водяного пара, уменьшается пропорционально $1/t$ [9]. Это означает, что требуется в 10 раз больше времени для того, чтобы снизить давление на один порядок. Например, если от точки перехода до достижения давле-

ния 10^{-4} Торр требуется 1 минута, то для достижения вакуума 10^{-5} Торр потребуется 10 минут, для достижения 10^{-6} Торр — 100 минут и 1000 минут (17 часов), чтобы выйти на 10^{-7} Торр. Если имеют место течи системы или используется большое количество уплотнительных манжет, вызывающих газовыделение, низкие базовые значения давления так и не смогут быть получены.

Значение анализатора остаточного газа типа масс-спектрометра на всех вакуумных системах нельзя переоценить. Это единственный способ узнать, какой тип газа определяет давление [10]. Положительная новость для потребителей крионасосов заключается в следующем. Если насос холодный, то, вероятно, он ведет откачку со своей максимальной номинальной скоростью. Причинами проблем с давлением, как правило, являются выделение газа и утечки в камере, а не уменьшение скорости действия криогенного насоса. Давление в камере p определяется соотношением скорости выделения газа Q и скорости откачки S для конкретного газа:

$$p = Q/S.$$

Иногда Q можно оценить, если сделать допущение, что скорость откачки является постоянной с учетом всех потерь проводимости между насосом и камерой и построенным графиком уменьшения давления в зависимости от времени. К сожалению, когда преобладает выделение водяного пара, как это обычно имеет место, скорость газовыделения *невозможно* определить путем закрытия высоковакуумного клапана и регистрацией повышения давления в зависимости от времени. Это происходит потому, что скорость выделения водяного пара будет сразу же уменьшаться при повышении давления в камере, приводя в результате к общему недооценке газовыделения.

Проверка герметичности систем с крионасосами иногда может быть затруднительной. Когда к камере подсоединен гелиевый детектор течей при открытом в криогенный насос вакуумном затворе, достигается только очень низкая чувствительность. Это объясняется тем, что общая скорость откачки системы, зарегистрированная детектором течей, может составлять всего 1—2 л/с, хотя скорость откачки гелия крионасосом составляет 1500—1800 л/с. В результате уменьшается чувствительность к течам в соотношении 1000 : 1. Закрытие высоковакуумного клапана между крионасосом и камерой улучшает чувствительность, если сам детектор течей может поддерживать достаточно низкое давление в вакуумной системе. Поскольку емкость гелия крионасоса составляет всего лишь несколько стандартных кубических сантиметров, крионасос должен регенерироваться после любой проверки на течи гелия.

На системах сверхвысокого вакуума значения базового давления в диапазоне от 10^{-9} до менее 10^{-11} Торр могут быть получены посредством термической обработки камеры в течение 24 часов или более при значениях температуры от 100 до 200 °С при работающем насосе. Пиковые значения температуры могут быть ограничены способностью насоса поддерживать свою собственную температуру ниже 20—25 К во время термической обработки камеры. Хотя во время термической обработки могут наблюдаться высокие значения давления, давление будет падать по мере охлаждения камеры (и крионасоса). Затем, возможно, будет полезно закрыть высоковакуумный клапан и регенерировать крионасос для освобождения насоса от всего водорода, выделенного камерой. Когда требуются базовые значения давления ниже $2 \cdot 10^{-10}$ Торр, перепускной клапан давления с уплотнительной манжетой и герметизацией стандартных крионасосов иногда заменяется цельнометаллической разрывной мембраной. При условии, что

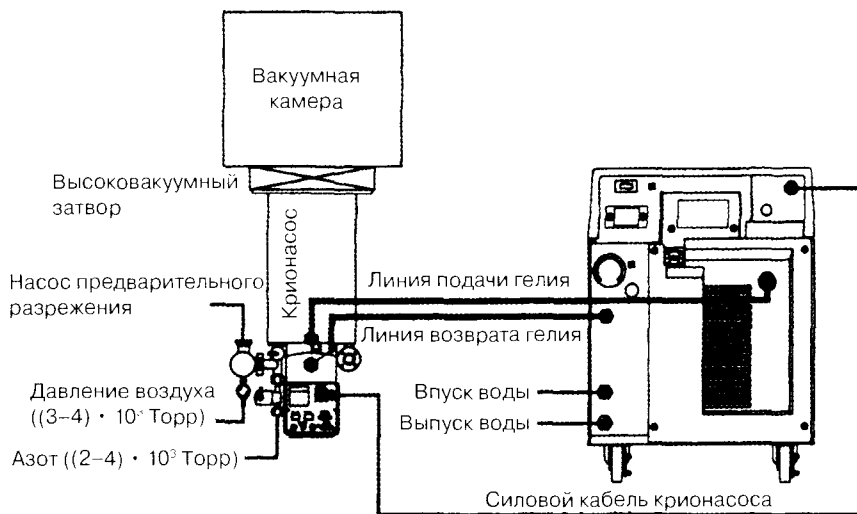


Рис. 11. Подключение крионасоса к вакуумной камере и энергоносителям (источник: СТИ-Стуогеникс)

предусмотрена возможность не допустить повышения давления резервуара насоса выше атмосферного давления во время регенерации, использование разрывной мембраны может позволить несколько более низкие значения предельного давления. Однако нецелесообразно выполнять продувку газом или автоматизированную регенерацию, когда имеется разрывная мембрана.

Подключение источника газа продувки, линии форвакуумного насоса и других энергоносителей показано на рис. 11. Компрессор подает в крионасос гелий, кроме того может обеспечивать его электропитанием.

2.5.4.2. Системы осаждения испарением

Осаждение тонких пленок посредством испарения осуществляется для получения оптических и электронных покрытий. Испарение может использоваться для самых разнообразных материалов покрытия и применительно к более широкому диапазону форм подложек, чем в случае ионного распыления. Крионасосы хорошо работают в системах осаждения, поскольку обычно на них не действуют пары осаждаемых материалов, и они создают условия чистого вакуума. Испарение химически активных металлов, например алюминия, преобразует остаточный водяной пар в оксид металла и водород с невероятной скоростью, поэтому имеет смысл откачать камеру до базового давления ниже 10^{-5} Торр, прежде чем начинать осаждения во избежание преждевременного использования сорбционной емкости криогенного насоса по водороду. Кроме того, могут потребоваться тепловые и оптические перегородки порта откачки для ограничения излучения электронного луча и других источников, которые могут вызывать перегрузку крионасосов.

Если используется ионное распыление вместе с кислородом при значениях парциального давления в пределах от 10^{-5} до 10^{-4} Торр, в выпускаемых газах во время регенерации насоса могут быть обнаружены следы озона. Хотя во время процессов ионного осаждения могут генерироваться только части на миллион озона, выпускаемый газ при регенерации криогенного насоса должен поступать в отдельную трубу для обеспечения того, чтобы озон не попал в воз-

дух помещения. Это также предотвратит реакцию с масляным паром или другими потенциальными видами топлива в общей трубе установки. Для удовлетворения требований местного законодательства могут потребоваться установки разложения озона.

Пары металлов, оксидов и другие испарившиеся соединения могут достигать выпускного массива крионасоса. Там они будут оседать на слои льда и экран теплового излучения. Некоторые могут достигать внешних поверхностей массива второй ступени (древесный уголь). Как правило, эти отложения остаются после регенерации. Хотя они могут постепенно вырастать до значительного размера, они будут оказывать незначительное воздействие на быстроту действия или сорбционную емкость. В обычном порядке эти отложения могут удаляться с выпускного массива с головным интервалом (или более часто) при проведении технического обслуживания системы, путем снятия массива с насоса и очистки его щеткой, смоченной в моющем средстве.

Поскольку многие камеры осаждения имеют весьма большие объемы, может потребоваться проводить их предварительное разрежение для снижения значений базового давления до перехода на крионасос. Это приводит к образованию обратного потока масла от механического насоса в линии форвакуумирования и технологическую камеру. С течением времени любое масло, сконденсировавшееся в камере, в конце концов будет мигрировать в криогенный насос. Возможным результатом этого является загрязнение активированного угля массива крионасоса второй ступени с сокращением в экстремальных случаях сорбционной емкости по водороду. Использование роторных насосов между насосом с масляным уплотнением и камерой уменьшает обратный поток, когда необходимы значения переходного давления от 0,01 до 0,1 Торр. В противном случае резкий переход при соответствующем давлении будет, по крайней мере, сокращать время, в течение которого форвакуумный насос работает в переходном режиме.

2.5.4.3. Системы ионного распыления

Для металлизации полупроводниковых пластинок алюминием или титаном осаждение распылением является наиболее подходящей технологией. Слои оксида и нитрида также распыляются. Крионасосы в этих видах применения работают достаточно эффективно благодаря своей высокой чистоте, надежности и высокой скорости действия как по водяному пару, так и по технологическим газам. Поскольку ионное распыление обычно осуществляется в пределах $(1-5) \cdot 10^{-3}$ Торр, газовый поток увеличивается для повышения давления в камере до желаемого уровня. Для плотно подсоединенного насоса быстрота откачки аргона 120 л/с потребовала бы потока величиной 285 см³/мин (3,6 Торр-л/с) для поддержания давления $3 \cdot 10^{-3}$ Торр. Для увеличения продолжительности периода между регенерациями и сокращения расходов на технологический газ используются ограничители проводимости для уменьшения потока газа до диапазона 50—150 см³/мин [11].

Теплый (комнатная температура) ограничитель проводимости, например перегородка в порте откачки перед вакуумным затвором, уменьшает скорость водяного пара, а также поток технологического газа приблизительно на то же самое соотношение. Альтернативой этому является использование *пластины ионного распыления*. Пластина ионного распыления заменяет шевронный массив крионасоса при 65 К с плоской медной пластиной, имеющей некоторое количество малых отверстий. При значениях давления ионного распыления отверстие с диаметром 13 мм имеет проводимость аргона, равную приблизительно 20 л/с. Посредством выбора пластины с соответствующим количеством, размером и расположением отверстий достигают

ется более низкая общая быстрота откачки аргона при сохранении максимальной быстроты откачки водяного пара. Широко распространенной является практика сокращения быстроты откачки аргона до 20—40% базовой быстроты откачки. Хотя в результате этого также уменьшаются значения быстроты откачки воздуха (кислорода и азота), отмечается незначительное негативное воздействие на откачку камеры, поскольку водяной пар является главной газовой нагрузкой в это время. Значения быстроты откачки водорода несколько уменьшаются пластиной распыления, но не в такой же пропорции, как значения быстроты откачки аргона.

Ионное распыление с помощью высокоомных источников магнетрон РЧ в кислороде или богатых кислородом газовых смесях следует избегать, если применяются крионасосы. Создание атомного кислорода и возбужденных состояний O_2 приводит к образованию озона в кислородном льде, сконденсировавшемся на второй ступени. При низких концентрациях озона газы, выпущенные из насоса во время регенерации, могут быть раздражающими или токсичными. При определенных технологических условиях, которые не являются четко определенными или ограниченными, происходит более эффективное образование озона. Вероятность самопронвольного возгорания или взрыва во время регенерации увеличивается в силу каталитической реакции мелкой пыли от распыленного реактивного металла и жидкого озона. Криогенные насосы, накапливающие кислород, или другие химически активные, а также пожароопасные газы должны подвергаться регенерации как можно чаще.

2.5.4.4. Ионная имплантация

Как обсуждалось выше, в установках ионной имплантации имеют место большие водородные нагрузки из-за разложения фоторезиста на кремниевых пластинах под действием ионного луча с большой энергией. Некоторая дополнительная водородная нагрузка может появляться от самого ионного источника, хотя она обычно является сравнительно небольшой. На установке имплантации с высоковакуумным насосом на загрузочном шлюзе график регенерации крионасоса будет определяться исключительно водородной нагрузкой. При равенстве всего остального получаемый водород пропорционален току луча или общей дозе имплантата. Водородная нагрузка также повышается при увеличении энергии (напряжения) луча. Ионный луч также вызывает диссоциацию фоторезиста на тяжелые углеводороды и другие клейкие побочные продукты, которые постепенно мигрируют в крионасос. Установки ионной имплантации без высоковакуумных насосов на загрузочных шлюзах подвержены более высоким нагрузкам водяного пара на конечной стадии.

По этим причинам для установок имплантации были разработаны специальные криогенные насосы. Массивы криопанелей первой и второй ступеней были оптимизированы для более высоких быстроты откачки и сорбционной емкости по водороду. Используются уникальные программы регенерации для выдувания всего водорода, удаления воды и побочных продуктов фоторезиста. Насосы установки имплантации представляют собой особые трудности во время выполнения процедур капитального ремонта и технического обслуживания, поскольку скопившиеся отложения в насосах могут содержать опасные количества мышьяка, бора или фосфора. Возвращаемые для сервисного обслуживания насосы следует тщательно упаковать и четко маркировать для того, чтобы указать присутствие опасных материалов. Как правило, детали массивов этих насосов должны утилизироваться при строгом соблюдении контроля за опасными материалами, также следует подвергать обработке моющие жидкости (воду и растворители).

2.5.5. Специальные крионасосы для откачки водяного пара

Холодная поверхность, температура которой поддерживается на уровне 105—135 К, имеет очень высокую эффективность конденсации водяного пара. При таких температурах данная поверхность не будет конденсировать никаких других обычных газов, за исключением паров тяжелых углеводородов. При наличии только охладителя одной ступени, работающего приблизительно при 107 К, имеются альтернативные конструкции, обеспечивающие экономную, высокоскоростную вспомогательную откачку водяных паров в вакуумных видах применения. В некоторых полупроводниковых технологических процессах, например в травлении, уменьшение водяного пара в результате дает более низкие показатели счета частиц на поверхностях пластин.

В случае технологических камер в системах с загрузочным шлюзом охладитель может устанавливаться на внешней стенке камеры, причем холодный наконечник цилиндра будет вставляться в отверстие малого диаметра в стенке камеры. К станции нагревания охладителя внутри камеры подсоединена медная или алюминиевая пластина. При общей скорости откачки водяного пара 10—20 л/с на квадратный сантиметр площади пластины размер пластины будет соответствовать тепловой нагрузке на охладитель. Толстая пластина имеет более низкие температурные градиенты, поэтому может осуществлять быструю откачку при более высоких температурах, хотя более тонкая пластина будет быстрее охлаждаться.

В насосной системе для откачки водяного пара, показанной на рис. 12, перед турбомолекулярным насосом используется холодное кольцо. Поскольку турбомолекулярные насосы являются относительно дорогостоящими при той же скорости откачки, что и криогенные насосы, экономически целесообразно добавить одноступенчатый криогенный насос для откачки водяного пара. Тогда достигаются высокая скорость откачки водяного пара, необходимая для чистоты процесса, и достаточно большая скорость откачки технологического газа. Конфигурация массива криопанелей водяного насоса создаст незначительные потери в скорости откачки кислорода, гелия или водорода для турбонасоса, собирая при этом 95% сопутствующего водяного пара. Комбинация турбомолекулярного насоса/водяного насоса полезна в тех случаях, когда технологические газы невозможно откачать стандартным криогенным насосом.

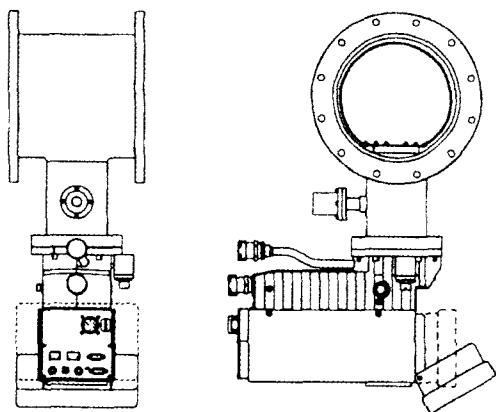


Рис. 12. Система, состоящая из водяного криогенного насоса с конденсирующим кольцом (источник: CTI-Cryogenics)

2.5.6. Сравнительная характеристика криогенных и других вакуумных насосов

2.5.6.1. Преимущества крионасосов

Применение криогенных насосов связано с рядом преимуществ.

Быстрота действия

Крионасосы имеют наивысшую быстроту действия при любом диаметре впуска. При откачке водяного пара криогенные насосы имеют 100%-ную максимальную теоретическую быстроту действия. В случае аргона, кислорода, азота и других газов Типа II эффективность этих насосов составляет приблизительно 40%. Значение эффективности криогенных насосов по водороду составляет приблизительно 18—25% теоретического максимума. Они выгодно отличаются от турбомолекулярных насосов с эффективностью 8—13% для всех газов и диффузионных насосов с ловушкой LN_2 с эффективностью 20—25% для всех газов, кроме водяного пара (но водяному пару ловушка имеет ~100%-ную эффективность). Ионные насосы достигают эффективности приблизительно 20% для активных газов, но только 5% для аргона и других нейтральных газов.

Стоимость

Крионасосы характеризуются самыми низкими затратами в долларах/секунду, отнесенными к инвестированному доллару. Хотя базовый диффузионный насос является дешевым, добавление к нему ловушки и систем управления значительно повышает стоимость, при этом высокими являются такие эксплуатационные затраты, как электроэнергия и охлаждающая вода. Турбомолекулярные насосы стоят дороже при той же скорости действия и при большем требуемом диаметре впуска. Для того чтобы полностью освободиться от масла в турбомолекулярном насосе, требуется система магнитной левитации, из-за которой стоимость турбонасоса удваивается. Турбомолекулярный насос также требует форвакуумного насоса. Ионные насосы с высокой скоростью действия имеют непрактичные габаритные размеры и стоимость, их нельзя использовать в системах с большой производительностью.

Чистота процесса

При самых сложных и критических отключениях электроэнергии крионасосы могут только вернуть в вакуумную систему те газы, которые откачали. Крионасосы не вызывают обратного потока масла даже от форвакуумного насоса.

Надежность

Крионасосы имеют высокую надежность. Относительно простые механические части насоса работают с очень малой скоростью, поэтому быстро не изнашиваются. Большинство насосов будут работать в течение двух—пяти лет без технического обслуживания. Затраты на капитальный ремонт составляют незначительную долю первоначальной стоимости закупки. В случае механической поломки ни одна из деталей не попадет в вакуумную систему.

Расположение

Криогенные насосы могут работать при любой ориентации. Они работают одинаково как фланцевой стороной вверх, так и фланцевой стороной вниз или в сторону. Ориентация не имеет значения, как в турбомолекулярных насосах с масляной смазкой или магнитной левитацией или как в диффузионных насосах. Однако следует заранее обдумать вопрос с удалением жидкостей при регенерации крионасоса.

2.5.6.2. Ограничения крионасосов

Какими бы достоинствами ни обладали криогенные насосы, они имеют свои ограничения.

Регенерация

Крионасосы, безусловно, требуют регенерации. Сорбционная емкость по аргону и азоту достаточно высокая для того, чтобы насос мог работать в течение недели, пропуская большие нагрузки технологического газа, однако после этого следует провести регенерацию в течение 1—3 ч. То же самое относится и к установкам полной имплантации. Некоторые виды применения характеризуются такими высокими газовыми нагрузками, что требуется ежедневная регенерация.

Теплоемкость

Крионасосы характеризуются ограниченной теплоемкостью. Технологические процессы с повышенными значениями температуры в технологической камере могут привести к перегреву крионасоса. Тепловое экранирование может сократить общую быстродействие и привести к тому, что целесообразно будет применить другой тип насоса.

Откачиваемые газы

Крионасосы не могут обеспечить действия во всех технологических процессах. Системы, создающие высокие газовые нагрузки водорода или гелия, не подходят для применения в них крионасосов. Технологические процессы, предполагающие использование высокотоксичных, пожароопасных или других опасных газов в больших количествах, не должны предусматривать использование криогенных насосов в связи с недостаточной безопасностью оператора. Сюда, среди прочих, входят такие газы, как арсин, фосфин, силан и метан, а также озон. В вакуумных печах, в которые загружаются масляные детали, следует предусмотреть другой тип насоса.

2.5.7. Перспективные разработки

За последние 5—10 лет крионасосы значительно усовершенствовались — повысились быстродействие и сорбционная емкость, снизилось время регенерации. Для улучшения интеграции криогенного насоса с остальной частью вакуумной системы было добавлено автоматическое управление и функции связи. Можно ожидать, что движение вперед во всех этих областях будет продолжаться.

Управление скоростью привола системы крионасоса обещает обеспечить ряд преимуществ. При более высоких скоростях хода поршня улучшится КПД охладителя. В результате удвоения или утроения скорости хода, если будет допустима некоторая вибрация, значительно сократится время охлаждения и замораживания. Поскольку это ускорение действует только в течение короткого периода, происходит незначительное сокращение общего срока службы. При значениях скорости ниже стандартной уплотнения газа из компрессора улучшаются, а уровни вибрации сокращаются.

Разработка устройств микропроцессорного управления, встроенных в крионасос, а также контроллеров, распределенных в сети крионасоса, уже позволяют насосам осуществлять процессы регенерации, являющиеся нетехнологичными при использовании ручных устройств управления. Дальнейшая интеграция этих функций может позволить эффективно использовать ресурсы системы, в частности такие, как форвакуумные насосы между форвакуумной от-

качкой с загрузочным шлюзом и регенерацией крионасоса. Способность регистрации и управления большим количеством параметров эксплуатации насоса позволяет заложить в насос аналитические и диагностические функции. Потребности в техническом обслуживании могут прогнозироваться и сообщаться оператору системы либо на месте, либо в дистанционном режиме.

Все больше и больше распространяется практика создания крионасосов для конкретных технологических процессов и даже конкретных вакуумных систем. В целях получения наилучших характеристик насоса для конкретного процесса можно пожертвовать различными другими рабочими параметрами. По этой причине конструкторам системы и заказчикам насосов необходимо поднимать эксплуатационные характеристики криогенных насосов в целях получения наилучшего уровня результатов при соответствующих затратах.

Литература

1. J. Dewar, Proc. Roy. Inst., 18 (1907) 747-756.
2. W. E. Gifford and H. O. McMahon, Prog. Refrig. Sci. Technol., 1, eds. M. Jul and A. Jul (Pergamon, Oxford, 1960), p. 105.
3. J. F. O'Hanlon, A User's Guide to Vacuum Technology (2nd ed.) (Wiley-Interscience, New York, 1989), p. 410.
4. M. A. Paul, Physical Chemistry (D. C. Heath, Boston, 1962), p. 205.
5. R. E. Honig and H. O. Hook, RCA Review 21, (1960) 360.
6. P. A. Lessard, J. Vac. Sci. Technol., A7 (3), (1989) 2373.
7. R. C. Weast, ed. «CRC Handbook of Chemistry and Physics — 66th edition» (CRC Press, Boca Raton, Florida, 1985).
8. R. B. Liebert, L. Ficara, R. Eddy, W. Ghen, and P. A. Lessard, Ion Implant Technology-94, ed. S. Coffa, G. Ferla, F. Priolo, and E. Rimini (Elsevier Science B.V., Amsterdam, 1995), p. 548.
9. D. H. Holkeboer, D. W. Jones, F. Pagano, and D. J. Santeler, Vacuum Technology and Space Simulation (American Institute of Physics, New York, 1993), p. 184.
10. M. J. Drinkwine and D. Lichtman, Partial Pressure Analyzers and Analysis (monograph) (American Vacuum Society, New York, 1979).
11. G. S. Ash, 37th Ann. Technical Proceedings, Soc. of Vac. Coaters (Albuquerque, 1994), p. 100.

2.6. Турбомолекулярные насосы

Хинрих Хеннинн
Leibold Vacuum GmbH

2.6.1. Турбомолекулярный насос

Турбомолекулярный насос (ТМН), изобретенный Беккером [1] в 1957 г., получил промышленное применение в 1958 г. С тех пор он стал очень популярен во всех областях получения высокого и сверхвысокого вакуума, благодаря созданию чистого, стабильного и прогнозируемого вакуума, простоте эксплуатации и высокой эксплуатационной надежности. Турбомолекулярный насос — это единственный механический вакуумный насос, который вместе с форвакуумным насосом может достигать значений предельного остаточного давления до 10^{-10} мм рт. ст.

2.6.1.1. Общие сведения

Принцип работы

Турбомолекулярный насос — это лопастная гурбина, сжимающая газы посредством передачи импульса от быстро вращающихся лопастей ротора молекулам газа. Импульс ротора передается частицам за счет наложения тепловой скорости сталкивающихся частиц на компонент скорости движения поверхности ротора. Ненаправленное перемещение частиц заменяется на направленное, обеспечивая процесс откачки. Когда средняя длина свободного пути частиц больше зазора между лопастями ротора и статора (режим молекулярного потока, как правило, при давлении ниже 10^{-5} мм рт. ст.), частицы сталкиваются главным образом с ротором, обеспечивая в результате эффективный процесс откачки, поэтому взаимодействующее влияние различных газов отсутствует.

В режиме ламинарного потока (как правило, при давлениях выше 10^{-5} мм рт. ст.) действие ротора уменьшается вследствие более частых столкновений между частицами. Поэтому ТМН не способен откачивать газы от атмосферного давления и должен поддерживаться соответствующим форвакуумным насосом.

История создания турбомолекулярного насоса

История разработки ТМН восходит к 1913 г., когда Гедэ внедрил свой «высоковакуумный молекулярный насос». Первые разработки молекулярных насосов (Гедэ [2] «высоковакуумный молекулярный насос», 1913; Холтвек [3] «молекулярный насос двойного потока», 1923; Зигбан [4] «молекулярный насос дискового типа», 1940) так и никогда не стали по-настоящему успешными из-за их относительно низкой скорости действия и сомнительной надежности. Кроме того, в тот период реальной потребности в этих насосах не существовало. В целях достижения низких значений предельного остаточного давления в этих насосах были сделаны зазоры между вращающимися и неподвижными частями, равные нескольким сотым миллиметра. Поэтому любое изменение температуры или помехи, создаваемые твердыми частицами, могли привести к выходу насоса из строя, вызванному блокировкой ротора.

Однако недавно основные идеи Гедэ (диск) и Холвека (барабан) были успешно применены в конструкции современных насосов (высоковакуумных молекулярных насосов, комбинированных насосов) в целях достижения крайне низких значений давления и/или использования простых сухих форвакуумных насосов.

В конструкции Беккера («турбомолекулярный насос») этих недостатков удалось избежать. Насос состоит из серии дисков с рядом лопастей, где неподвижные лопасти (статоры) чередуются с вращающимися лопастями (статорами). Лопасти наклонены относительно плоскости своего диска: в одном направлении для роторов, в другом — для статоров. Вращающиеся диски имеют высокую частоту вращения, так что окружная скорость лопастей (до 500 м/с) имеет тот же порядок, что и скорость частиц откачиваемого газа.

Расстояния между этими дисками находятся в пределах от нескольких десятых миллиметра до нескольких миллиметров. Каналы между наклоненными лопастями дисков действуют как элементарные молекулярные насосы, аналогичные высоковакуумному молекулярному насосу. Все каналы на одном диске, от 20 до 50, подсоединены параллельно и вместе обеспечивают высокую скорость действия, равную нескольким тысячам литров в секунду.

2.6.1.2. Теоретические основы работы турбомолекулярных насосов

Фундаментальная теоретическая работа была выполнена А. Шапиро [5].

Основные технические характеристики ТМН (степень сжатия и быстроту действия) можно рассчитать исходя из параметров работы одного ротора и статора. Вращающийся диск с лопастями (ротор) перемещает молекулы с одной стороны на другую, некоторые молекулы перемещаются в направлении, противоположном основному потоку через лопасти.

Конструкция наиболее распространенных ТМН показана на рис. 1 [6]. Распределение вероятности направления движения молекул в системе координат ротора описывается законом косинуса. Как видно по движущемуся ротору, диаграмма этого распределения приобретает почти эллиптическую форму посредством вычитания постоянной скорости ротора $v_b = -v_r$. На рис. 1, а четко показано, что частицы, идущие с высоковакуумной стороны, преимущественно будут проходить ротор без столкновения с лопастями. Частицы, выходящие со стороны выпу-

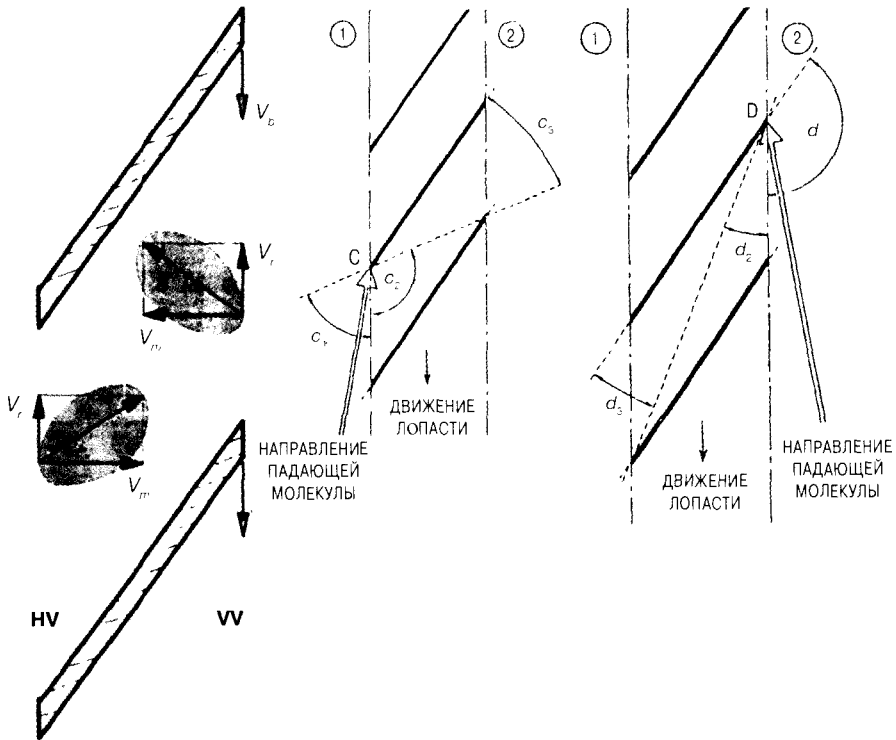


Рис. 1. Процесс откачки турбомолекулярным насосом: а — вероятность полета молекулы, если смотреть со стороны системы координат движущего ротора. Косинусное распределение изменяется в соответствии с постоянной скоростью газа v_r газа. HV — сторона низкого давления; VV — сторона высокого давления; v_b — скорость лопасти; v_m — средняя скорость молекулы $v_r = -v_b$ — относительная скорость газа, если смотреть со стороны системы координат ротора b — перенос молекул, десорбирующихся с передней стороны лопасти ротора [6] (источник SFV);

молекула C, идущая со стороны низкого давления

c_1, c_2, c_3 — угол для передачи, адсорбции на поверхности ротора, отталкивания соответственно; молекула D, идущая со стороны высокого давления

d_1, d_2, d_3 — угол для передачи, адсорбции на поверхности ротора, отталкивания соответственно

ска, будут преимущественно ударяться о «нижнюю» сторону лопастей, где они будут снова десорбироваться, но теперь с деформированным косинусным распределением, т. е. менее 50% молекул будет направлено в сторону высокого вакуума. Соотношение частиц, идущих со стороны высокого вакуума к выпуску из насоса, безусловно, будет выше, чем в противоположном направлении. Что касается частиц, ударяющихся о поверхности лопасти, на рис. 1, б видно следующее.

1. Молекула, идущая из пространства 1, сталкивается с лопастью ротора насоса; вероятность возвращения в пространство 1 пропорциональна углу ϵ_1 и меньше вероятности ϵ_2 отражения от другой лопасти или передачи в пространство 2 (вероятность ϵ_3).
2. Ситуация весьма отличается для молекулы, выходящей из пространства 2, которая имеет более низкую переходную вероятность пересечения лопасти по сравнению с молекулой, выходящей из пространства 1. Быстрота действия насоса — это чистая разность между молекулами, переходящими из пространства 1 в пространство 2, и молекулами, переходящими обратно.

Для того, чтобы рассчитать рабочие характеристики одного диска, нам необходимо знать две крайние величины: максимальную степень сжатия K_{\max} (при нулевом потоке) и максимальную быстроту действия (для равного давления на обеих сторонах диска). Эти значения зависят от вероятности передачи частиц, движущихся в направлении откачиваемого потока и обратном направлении. Для молекулярного потока эти вероятности зависят от соотношения v/u скорости лопасти v и средней тепловой скорости u частицы газа, угла лопасти α , но не от давления. Величина K_{\max} ТМН находится в экспонентной зависимости от скорости лопасти v , специфичного для насоса коэффициента G (геометрия ротора и статора) и квадратного корня молекулярной массы M откачиваемых частиц:

$$K_{\max} \sim \exp(M^{-1/2}vg), \quad (1)$$

Величина S_{\max} пропорциональна произведению специфичного для насоса коэффициента G (геометрия ротора и статора) и скорости лопасти v . Она не зависит от давления и вида откачиваемого газа:

$$S_{\max} \sim vG. \quad (2)$$

Во время эксплуатации диск работает между этими двумя крайними величинами. Для реальных условий откачки (производительность (погон газ) $Q = Sp_{\text{выпуск}}$) и различных значений давления по обеим сторонам диска ($K = p_{\text{впрыск}}/p_{\text{выпуск}}$) между степенью сжатия K и реальной быстротой откачки S одного диска существует следующее отношение:

$$S = S_{\max} \frac{K_{\max} - K}{K_{\max} - 1} = S_{\max} \frac{K_{\max} - S/S_1}{K_{\max} - 1} S. \quad (3)$$

В более точном расчете принимается во внимание зазор между внешним диаметром вращающегося диска и внутренним диаметром корпуса статора, а также колебание геометрии лопасти в зависимости от радиуса. Однако основное отношение, приведенное в уравнении (3), остается в силе.

Турбомолекулярный насос собран из нескольких дисков, подсоединенных последовательно, с различными видами геометрии лопасти. Каждый диск может рассматриваться в качестве отдельного насоса. Если быстрота действия S_1 следующего в направлении потока диска и з-

вестна, а производительность является постоянной. K в уравнении (3) может быть заменено S/S_1 , и начиная с быстроты действия S_1 форвакуумного насоса и используя значения S_{\max} и K_{\max} для первого диска на форвакуумной стороне, можно рассчитать реальную быстроту действия этого диска. Формула может использоваться в качестве повторяющейся формулы для поэтапного расчета быстроты действия целого насоса в молекулярном потоке. Тогда быстрота действия всего ТМН зависит от сжатия и быстроты действия S_1 форвакуумного насоса, как это приводится в уравнении (3).

Оттуда можно вывести, что если K_{\max} для газа является малой величиной, то скорость откачки этого газа является функцией соотношения S/S_1 . Для практических целей ТМН с низкой K_{\max} для H_2 требует большего форвакуумного насоса для эффективной откачки H_2 (низкое соотношение S/S_1).

Впускная проводимость площади лопасти диска ограничивает быстроту действия, и фактическая быстрота действия S ТМН становится функцией v/u [7], поэтому S зависит от молекулярной массы откачиваемого газа.

Быстрота действия и степень сжатия ТМН уменьшаются при значениях давления выше 10^{-3} мм рт. ст., что вызвано взаимодействием частиц друг с другом, по мере того как средняя длина свободного пути становится меньше расстояния лопасти, и лопасти дисков ротора больше не находятся в диапазоне молекулярного потока. Это значение соответствует давлению форвакуумной линии от 10^{-2} мм рт. ст. до 10^{-1} мм рт. ст.

Как для любого вакуумного насоса, предельное остаточное давление p_0 ТМН может быть получено путем деления давления p_1 на выпускной стороне насоса на максимальную степень сжатия K_{\max} :

$$p_0 = p_1 / K_{\max}. \quad (4)$$

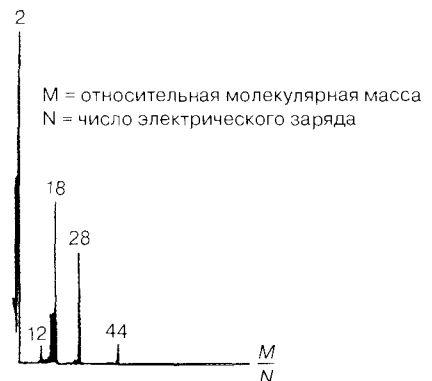
Увеличение K_{\max} в зависимости от молекулярной массы M означает, что газы с гажелыми молекулами сжимаются в большой степени и имеют низкую вероятность обратного потока: в этом заключается причина «чистого» вакуума без загрязнения парами масла и углеводородами (рис 2). Меньшее сжатие для легких газов является причиной того, что атмосфера остаточного газа ТМН главным образом состоит из H_2 . Однако это справедливо только для «чистой» системы с металлическими фланцевыми уплотнениями. В случае уплотнений из витона или резины предельное остаточное давление и состав остаточного газа влияют иначе [8].

Параметры вакуума, создаваемого типичными турбомолекулярными насосами

Различия параметров, предоставляемых разными производителями, зависят от фактической конструкции (например конструкции лопасти, ступени ротора) ТМН.

Степень сжатия

На рис. 3 приведены кривые зависимости максимальной степени сжатия K_{\max} ТМН от давления для различных газов. В табл. 1 указаны типичные значе-



* Ордината в произвольных единицах [12].

Рис. 2. Спектр остаточного газа чистого ТМН

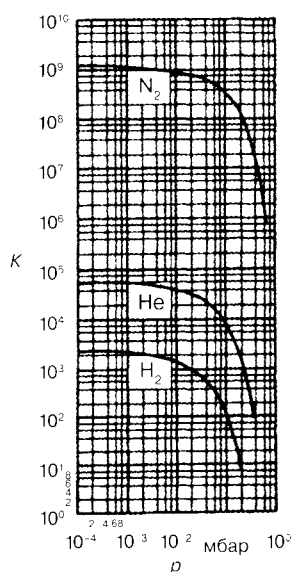


Рис. 3. Зависимости максимальной степени сжатия K_{\max} от форвакуумного давления при откачке различных газов турбомолекулярными насосами [12]:

N_2 азот

He гелий

H_2 водород

ния степени сжатия ТМН из каталогов различных производителей. Различия в указанных значениях зависят от общей конструкции ТМН (диски, количество дисков, ступени дисков).

Таблица 1. Значения максимальной степени сжатия K_{\max} типичных ТМН из каталогов различных производителей

Откачиваемый газ	Производитель				
	[9]	[10]	[11]	[12]	[13]
H_2	$3 \times 10^2 \dots 2 \times 10^3$	$1 \times 10^3 \dots 2 \times 10^4$	$8 \times 10^2 \dots 1 \times 10^5$	$1 \times 10^2 \dots 1 \times 10^4$	$4 \times 10^2 \dots 8 \times 10^3$
He	$3 \times 10^3 \dots 2 \times 10^4$	$2 \times 10^4 \dots 1 \times 10^6$	$6 \times 10^2 \dots 1 \times 10^7$	$5 \times 10^2 \dots 6 \times 10^5$	$4 \times 10^3 \dots 3 \times 10^5$
N_2	$8 \times 10^7 \dots 1 \times 10^9$	$1 \times 10^8 \dots 1 \times 10^9$	$5 \times 10^6 \dots 1 \times 10^9$	$2 \times 10^7 \dots 1 \times 10^{10}$	$5 \times 10^7 \dots 1 \times 10^{10}$

Быстрота действия

На рис. 4 представлены рабочие характеристики ТМН (зависимости быстроты действия от впускного давления) для различных газов.

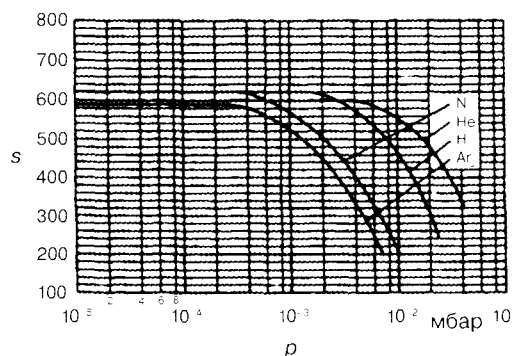
Маркировка модели ТМН часто включает в себя значение быстроты откачки азота, которая используется в качестве 100% величины. Эта величина сравнивается в табл. 2 с быстротой откачки H_2 и He из каталогов различных производителей.

Таблица 2. Относительная быстрота действия турбомолекулярных насосов из каталогов различных производителей

Откачиваемый газ	Производитель				
	[9]	[10]	[11]	[12]	[13]
H_2 (%)	34...63	96...133	57...98	79...126	66...115
He (%)	60...80	100...133	73...110	87...137	88...124
N_2 (%)	100	100	100	100	100

Рис. 4. Рабочие характеристики (зависимости скорости действия от входного давления) турбомолекулярных насосов для различных газов [12]:

N₂ азот
He гелий
H₂ водород
Ar аргон



Кроме зависимости указанных величин уже приведенных параметров внутренней конструкции, на рабочие характеристики также оказывают влияние и другие факторы. Большинство коммерческих ТМН для определенных габаритов ротора/статора поставляются с входными фланцами различных диаметров в целях экономии принадлежностей (например клапанов), подсоединяемых к входному фланцу. Проводимость этого фланца снижает эффективную скорость откачки для газов с более тяжелыми молекулами, для которых проводимость будет низкой. Максимальная степень сжатия ТМН также оказывает некоторое влияние на скорость откачки различных газов (см. уравнение (3)).

Предельное остаточное давление

Предельное остаточное давление ТМН, как правило, находится в пределах от 10^{-10} и 10^{-9} мм рт. ст. благодаря использованию уплотнений металлических фланцев и двухступенчатого роторного форвакуумного насоса. Парциальное давление H₂ в системе перед заполненным маслом двухступенчатым форвакуумным насосом составляет приблизительно $5 \cdot 10^{-7}$ мм рт. ст. Если значение K_{\max} для ТМН составляет 1000 и используя уравнение (4), можно ожидать, что предельное давление H₂ перед ТМН могло бы составлять $5 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст., что соответствует типичному значению предельного давления для этой комбинации насосов.

Состояние термической обработки ТМН и вид используемого уплотнительного материала оказывают влияние на предельное остаточное давление и состав остаточного газа. Для достижения только что упомянутых типичных значений предельного остаточного давления ТМН должен быть подвергнут термической обработке, а металл должен использоваться в качестве уплотнительного материала на стороне высокого вакуума для уменьшения десорбции газа с внутренних поверхностей и уплотнительного материала.

2.6.1.3. Конструкция турбомолекулярных насосов

Геометрические параметры ротора и статора

Быстрота действия и степень сжатия ТМН в значительной степени зависят от геометрии ротора и частоты вращения. Начиная с первоначальной конструкции (1958 г.) ротора и статора были разработаны новые формы дисков. Геометрия этих дисков, вместе с увеличением значений частоты вращения ротора, позволяют использовать значительно меньшие и более легкие роторы для диапазона более высоких частот вращения.

Поскольку производительность (поток газа через насос) является постоянной (произведение давления на быстроту действия) на каждой ступени, лопасти, находящиеся ближе всего к

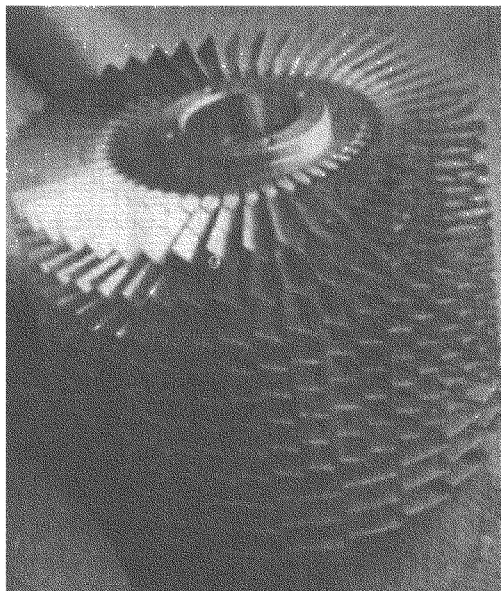


Рис. 5. Ротор с дисками различной конструкции (источник: Leybold Vacuum):

	Скорость откачки	Сжатие
Лопастей с резким наклоном на стороне высокого вакуума ($40...45^\circ$)	Высокая	Низкое
Лопастей с меньшим наклоном в переходной области ($35...22^\circ$)	Средняя	Среднее
Лопастей с малым наклоном на стороне выпуска ($20^\circ...10^\circ$)	Низкая	Высокое

впуску ТМН, предназначены для высокой скорости действия и низкой степени сжатия, в то время как лопасти, находящиеся ближе всего к форвакуумному порту, предназначены для высокой степени сжатия и низкой скорости действия (рис. 5). По экономическим соображениям было бы нецелесообразно делать каждую ступень отличающейся от соседней. Компромисс заключается в том, что предусматриваются группы от двух до четырех различных типов лопастей, в которых каждая предназначена для конкретного соотношения скорости действия и степени сжатия.

Технология производства роторов и статоров оказывает влияние на величины скорости действия и степени сжатия. Роторы могут производиться из индивидуально обработанных дисков, термически насаживаемых с натягом на вал ротора, полные группы которых обрабатываются на станках из одного блока материала или при производстве роторов посредством электроэрозионной обработки. Индивидуально обработанные диски обеспечивают преимущество, заключающееся в их оптической непроницаемости, что делает их максимально подходящими для сжатия. При других технологиях производства роторов получают диски с меньшей непроницаемостью и более низкой степенью сжатия, что делает их максимально подходящими для большой скорости действия.

Статоры производятся либо из индивидуально обработанных на станках дисков, либо из штамповок.

Первые коммерческие ТМН были насосами двойного потока («горизонтальные»), имеющими ротор с двумя торцами, откачивающими газ из центрального впуска в обе стороны и на-

правляющими поток газа в общую форвакуумную линию. ТМН одного потока («вертикальные»), использующие одноторцевые роторы, появились в 1969 г. [14]. Конструкция с двойным ротором позволяет получить более стабильную конструкцию подшипников, что является преимуществом для облегчения балансировки и снижения уровней вибрации. Однопоточная конструкция характеризуется меньшими потерями в проводимости между впускным фланцем и ротором, в то время как конструкция двойного потока страдает от потерь вследствие двухстороннего впуска. Сегодня только в нескольких моделях коммерческих ТМН по-прежнему используется двухпоточная конструкция.

Подвеска ротора

За это время произошло поразительное изменение размера ТМН. Это стало возможным благодаря увеличению окружной скорости со 150 м/с (1958 г.) до приблизительно 400—500 м/с в конструкциях наших дней, а также благодаря изменениям геометрии ротора. Эти значения окружной скорости относятся к высоким значениям частоты вращения роторов, которые создают высокие нагрузки на подвеску.

Механические подшипники

Сегодня большинство роторов ТМН снабжают смазываемыми механическими подшипниками либо оснащают сочетанием магнитной подвески на высоковакуумной стороне со смазываемым механическим подшипником на форвакуумной стороне. В зависимости от диаметра диска частота вращения ротора повышается до 90 000 об/мин. Эти высокие значения частоты вращения стали возможными благодаря достижениям в разработке подшипников и методов балансировки. Сегодня существуют высокоточные шариковые подшипники, которые при условии специальной настройки на определенный ротор ТМН, при сравнимых радиальных и осевых нагрузках, имеют более продолжительный срок службы, даже при значительно более высоких значениях частоты вращения, чем подшипники более старой конструкции.

В настоящее время широко используются керамические подшипники (керамические шарики). Керамические шарики создают более низкие центробежные силы и напряжение на обоймах, чем металлические шарики и имеют стабильную сферическую форму и минимальный износ шариков и обойм. Их поверхность более гладкая, что ведет к созданию меньшего трения, и сочетание различных материалов (керамических шариков/стальных обойм) позволяет избежать точечного выкрашивания. Поэтому эти подшипники являются более надежными даже в условиях дефицита смазки.

Смазка механических роторных подшипников

Смазочные материалы, используемые для механических роторных подшипников, должны отвечать трем главным требованиям:

- 1) охлаждать подшипники ротора, потому что они работают в форвакуумных условиях и передача теплоты от внутренней обоймы к наружной возможна только посредством смазки;
- 2) обеспечивать низкое давление паров;
- 3) хорошие смазочные свойства при высокой скорости.

Сегодня большинство используемых смазочных материалов имеет синтетическую основу.

Даже при низких значениях массы ротора для передачи теплоты необходим минимальный поток жидкости. Во многих меньших по размеру ТМН используется фитильная система смаз-

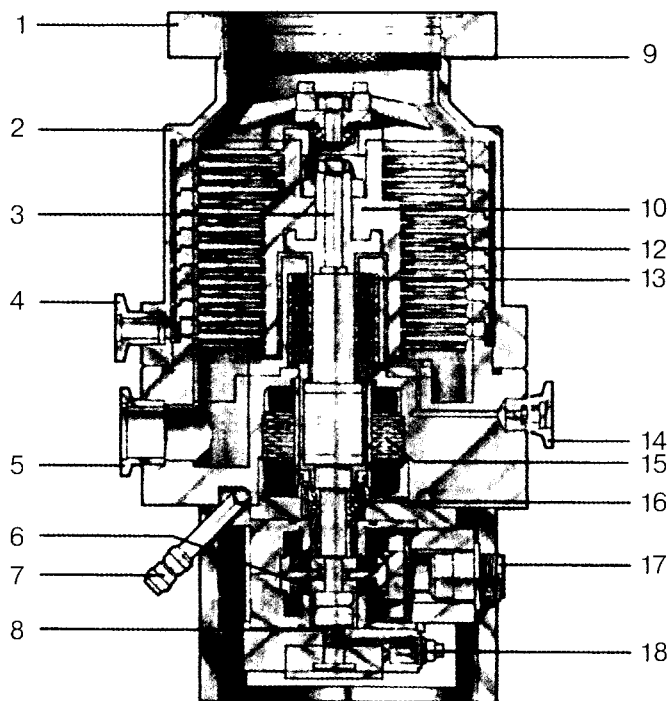


Рис. 6. Магнитная подвеска ротора:

1 — фланец высокого вакуума; 2 — корпус насоса; 3 — ведущий вал; 4 — вентиляционное соединение; 5 — фланец ВВ; 6 — стабилизатор магнитного подшипника; 7 — водоохлаждаемое входное отверстие; 8 — осевой датчик; 9 — осколочное ограждение; 10 — подшипник касания; 11 — ротор; 12 — диск статора; 13 — подшипник постоянного магнита; 14 — входное отверстие продувочного газа; 15 — электрический привод (двигатель постоянного тока); 16 — шариковый подшипник безопасности; 17 — соединитель со стабилизатором; 18 — соединитель осевого датчика

ки, в то время как большинство больших по размеру ТМН имеет насосные системы для циркуляции масла. Также используются керамические подшипники с консистентной смазкой.

Сухие подшипники — магнитная подвеска

После неудачных опытов с ТМН, имеющими «газовый подшипник» [15], были разработаны ТМН с магнитной подвеской, в которых электронная система активно контролирует одну, две, три или все возможные пять степеней свободы ротора (рис. 6). За положением шпинделя ротора ведут наблюдение датчики. Механическое трение, а отсюда и износ отсутствуют. Цена этих магнитных насосов по-прежнему значительно выше цены ТМН со стандартными шарикоподшипниками, что ограничивает их широкое применение.

Балансировка и вибрация

Динамическая балансировка ротора ТМН имеет важное значение для минимизации уровней вибрации и шума, которые связаны со сроком службы механического подшипника. В связи с высокой частотой вращения роторов ТМН центробежные силы, связанные с остаточным дисбалансом (неоднородности материала, радиальный зазор подшипника, геометрические неточности) достигают значительной величины и передают вибрацию корпусу насоса.

В процессе балансировки изменяется распределение массы ротора путем добавления или снятия материала для того, чтобы приблизить насколько можно больше ось вращения к главной оси инерции. Для дальнейшего сокращения влияния остаточного дисбаланса механические подшипники ротора в ТМН фиксируются в эластичных противовибрационных манжетах, которые эффективно гасят остаточные несбалансированные усилия.

Динамическая многочастотная балансировка ротора, как правило, выполняется в нескольких плоскостях. Эта относительно сложная процедура в последние несколько лет была упрощена благодаря использованию компьютеров и специализированного программного обеспечения. Современные ТМН имеют очень низкие амплитуды остаточной вибрации, ниже $0,02 \text{ мкм}$. Эти низкие значения необходимы для использования ТМН с чувствительными к вибрации приборами, в частности такими, как масс-спектрометры и электронные микроскопы.

Материалы для производства роторов

В большинстве ТМН в качестве материала ротора используются высокопрочные сплавы Al. По сравнению с другими высокопрочными материалами, в частности такими, как Ti и стальные сплавы, эти сплавы Al имеют более низкий удельный вес, значительно легче поддаются механической обработке и имеют достаточную термическую стабильность в диапазоне рабочих температур даже при типичных циклах термической обработки ТМН. Сообщается о применении керамики (Si_3N_4) для использования ТМН в очень сильных магнитных полях [16].

Типичное максимальное напряжение в основании лопаток ротора высокоскоростного ТМН, работающего в диапазоне от 50 до 150 Н/мм^2 , значительно ниже пределов относительного удлинения $0,2\%$ соответствующих сплавов Al (например AlZnMgCu 1.5 F50: 430 Н/мм^2).

Системы привода

Приводной ротор ТМН является неотъемлемой частью откачивающего ротора и вместе с его приводным статором располагается в форвакуумной зоне.

Сегодня используется три различные системы двигателей: двигатель постоянного тока, двигатель переменного тока и гистерезисный двигатель. Несколько более дорогой двигатель постоянного тока имеет более низкое потребление и потери энергии по сравнению с другими двигателями. Двигатели приводятся в движение полупроводниковыми преобразователями частоты. Некоторые из этих преобразователей могут приводить в движение ТМН с переменными значениями скорости ротора.

Для специальных видов применения (например высокая радиация с ускорителями частиц) имеются преобразователи частоты с приводом от электродвигателя.

2.6.2. Высоковакуумный молекулярный насос

Высоковакуумный молекулярный насос (ВМН) работает по тем же принципам, что ТМН. Откачиваемые молекулы получают импульс от быстро движущейся поверхности ротора. Поэтому теоретические соображения во многом совпадают.

2.6.2.1. Конструкция

Высоковакуумные молекулярные насосы конструируются на основе принципа Холвека [3]. Эти насосы включают две различные секции: 1) входную секцию с рядом лопастей ТМН для максимальной проводимости в целях обеспечения высокой скорости действия; 2) последую-

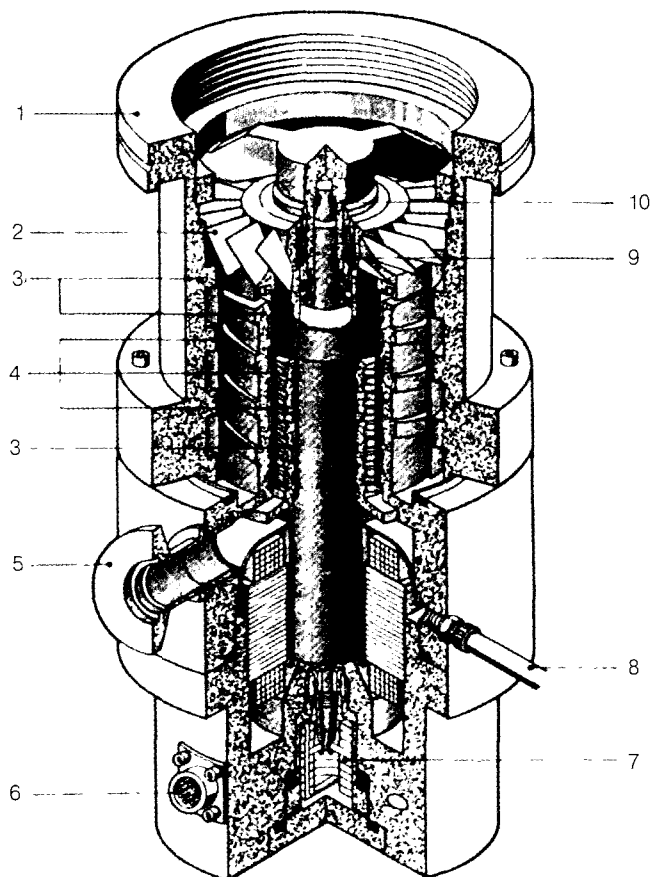


Рис. 7. Высоковакуумный молекулярный насос (источник: Pfeiffer Vacuum):

1 — высоковакуумный фланец; 2 — турбодиск для усиления объемной скорости; 3 — статор насоса с резьбой — пять ступеней; 4 — цилиндры ротора насоса; 5 — фланец FV; 6 — гнездо для электрического разъема; 7 — резервуар смазочного вещества; 8 — входное отверстие продувочного газа; 9 — подшипник постоянного магнита; 10 — шариковый подшипник безопасности

шие молекулярные ступени откачки (до 5), имеющие барабанную конструкцию со спиральным строением канавок в целях обеспечения эффективности откачки и высокой степени сжатия (рис. 7).

2.6.2.2. Эксплуатационные характеристики типичных ВМН

Коммерческие ВМН имеют высокое допустимое форвакуумное давление, от 1 до 40 мм рт. ст., в зависимости от конструкции и количества ступеней, поэтому могут использовать простые, сухие и недорогие форвакуумные насосы (например диафрагменные насосы).

Типичные эксплуатационные характеристики ВМН приводятся в табл. 3 и 4.

Предельное остаточное давление

В зависимости от того, сколько ступеней молекулярной откачки используется последовательно, достигаемое предельное остаточное давление находится в диапазоне от 10^{-7} до 10^{-5} мм рт. ст. при условии использования соответствующего диафрагменного форвакуумного насоса.

Таблица 3. Степень сжатия K_{max} высоковакуумных молекулярных насосов

Откачиваемый газ	Производитель [9, 10]
H_2	$2 \times 10^2 \dots 1 \times 10^3$
He	$1 \times 10^3 \dots 2 \times 10^4$
N_2	$1 \times 10^3 \dots 1 \times 10^9$

Таблица 4. Быстрота действия высоковакуумных молекулярных насосов

Откачиваемый газ	Производитель [9, 10]
H_2 (%)	40...56
He (%)	53...67
N_2 (%)	100

2.6.3. Комбинация турбомолекулярного и высоковакуумного молекулярного насосов

Турбомолекулярные насосы имеют хорошую быстроту действия, но верхний предел форвакуумного давления на уровне, близком к 0,1 мбар. По сравнению с ними высоковакуумные молекулярные насосы могут работать при значительно более высоком форвакуумном давлении, равном приблизительно 10 мм рт. ст. и выше, но, безусловно, с более низкой быстротой действия.

Комбинация двух типов насосов будет обеспечивать преимущество, заключающееся в использовании высокой быстроты действия турбомолекулярного насоса на первой ступени, за которой будет следовать высоковакуумный молекулярный насос с меньшей быстротой, но высокой степенью сжатия на второй ступени. В результате получается форвакуумное давление на два порядка выше, чем при использовании обычных турбомолекулярных насосов.

2.6.3.1. Конструкция комбинированного насоса

В этой насосной системе можно использовать простые маленькие, сухие и недорогие форвакуумные насосы (например диафрагменные насосы), поэтому возможна сухая откачки от атмосферного до предельного остаточного давления.

Общепринятой практикой является размещение всех вращающихся элементов комбинированного насоса на одном валу, как показано на рис. 8. Если компоненты располагаются слишком близко друг к другу, газовый канал от одного к следующему будет коротким для того, чтобы обеспечить хорошую проводимость потока. Для компонентов комбинированных насосов действительными являются конструктивные соображения и эксплуатационные характеристики, которые приведены в подразделах 2.6.1.3, 2.6.1.4 и 2.6.2. Для большинства видов применения этих насосов обычной является высокая производительность. Важно избегать любого повышения давления, вызываемого ограничивающими проводимость отверстиями внутри и между компонентами насоса. Аналогичным же образом следует контролировать повышение температуры от нагревания, вызываемого трением газа. Допустимое форвакуумное давление выше, если механические пространства в вакуумных каналах узкие. Это создает требование ограничения повышения температуры. С другой стороны, высокие значения рабочей температуры используются для уменьшения нежелательных реакций или осаждения из откачиваемой среды. Таким образом, тщательный контроль температуры — это важная особенность конструкции комбинированных насосов.

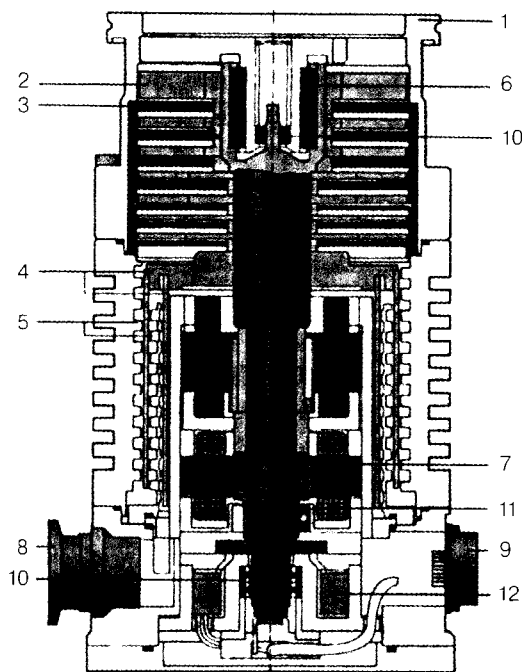


Рис. 8. Комбинированный насос (источник: Pfeiffer Vacuum):

Турбомолекулярный насос:

- 1 — высоковакуумный фланец
- 2 — ступень первого диска ротора
- 3 — ступень первого диска статора

Высоковакуумный молекулярный насос:

- 4 — ступень цилиндрического ротора
- 5 — ступень статора с резьбой
- 8 — форвакуумный фланец

Подвеска ротора:

- 6 — магнитный подшипник
- 7 — магнитный радиальный подшипник
- 10 — шариковый подшипник безопасности
- 11 — датчики положения
- 12 — электрическое соединение

Эти комбинированные насосы существуют в разных вариантах конструкции и модификациях:

- ступени ТМН + многоступенчатый ВМН (дискового типа, производный от Gaede): высокое допустимое впускное давление;
- ступени ТМН + многоступенчатый ВМН (барабанного типа, производный от Holweck): высокое допустимое впускное давление;
- комплектный ТМН + многоступенчатый ВМН (барабанного типа, производный от Holweck): высокое допустимое впускное давление и очень низкое предельное остаточное давление.

2.6.3.2. Типичные параметры вакуума комбинированных насосов

Типичные технические характеристики комбинированных насосов приводятся в табл. 5 и 6.

Таблица 5. Степень сжатия K_{\max} комбинированных насосов

Откачиваемый газ	Производитель [9, 10, 11, 13]
H_2	$2 \times 10^3 \dots 1 \times 10^7$
He	$7 \times 10^3 \dots 2 \times 10^9$
N_2	$5 \times 10^7 \dots 1 \times 10^{12}$

Таблица 6. Быстродействие комбинированных насосов

Откачиваемый газ	Производитель [9, 10, 11, 13]
H_2 (°C)	24...133
He (°C)	50...133
N_2 (°C)	100

Предельное остаточное давление

В зависимости от того, сколько ступеней ТМН и ВМН используется последовательно, достигаемое предельное остаточное давление находится в диапазоне от $5 \cdot 10^{-11}$ до $1 \cdot 10^{-9}$ мм рт. ст.

2.6.3.3. ТМН с разделением потока газа

ТМН с разделением потока [10, 13] — это специальные многопортовые (два—три впускных порта) комбинированные насосы для такого вида применения, как, например, многокамерные и дифференциально откачиваемые системы (например аналитические системы: GC-MS/LC-MS и т. д.) [17].

Каждый откачивающий порт пропускает газ под своим давлением отдельно в соответствующую ступень комбинированного насоса. Вместе с уже сжатым другим газом он затем далее прокачивается и выпускается в общую форвакуумную линию.

2.6.4. Оценка комбинированных насосных систем

2.6.4.1. Номенклатура различных типов насосов

В зависимости от производителя для моделей одного и того же типа насоса используются различные обозначения. Ниже приводится список торговых названий различных ТМН, ВМН и комбинированных насосов:

Высоковакуумные молекулярные насосы (ВМН), диапазон скорости действия 7,5—300 л/с

Торговые названия:

- Вакуумные насосы
- Молекулярные насосы
- Высоковакуумные молекулярные насосы
- Спиральные молекулярные насосы

Турбомолекулярные насосы (ТМН), диапазон скорости действия 35—10 000 л/с

Торговые названия:

- Турбомолекулярные насосы
- Турбонасосы

Комбинированные насосы (ТМН + ВМН), диапазон скорости действия 30—2 000 л/с

Торговые названия:

- Гибридные насосы
- Насосы Macrotorr
- Турбовакуумные насосы
- Турбоспиральные молекулярные насосы
- Насосы широкого диапазона
- Насосы Nu-cone

2.6.4.2. Технические характеристики типичных ВМН, ТМН и комбинированных насосов

Ниже приводятся технические характеристики насосов, которые должны приниматься во внимание при подборе насоса для определенного вида применения.

Высоковакуумные молекулярные насосы (ВМН)

Подшипники	Тип	Смазка
	Механический Механический/магнитный	Консистентная смазка Масло
Диапазон давления	Ниже 10^{-5} мм рт. ст. до 10^{-40} мм рт. ст.	
Требуемый форвакуумный насос	Форвакуумное давление: 10^{-40} мм рт. ст.	

Турбомолекулярные насосы (ТМН)

Подшипники	Тип	Смазка
	Механический Механический/магнитный Магнитный	Консистентная смазка, масло Масло Ней
Диапазон давления	Ниже 10^{-10} мм рт. ст. до выше 10^{-3} мм рт. ст.	
Требуемый форвакуумный насос	Форвакуумное давление: ниже 10^{-1} мм рт. ст.	

Комбинации насосов (ТМН и ВМН)

Подшипники	Тип	Смазка
	Механический Механический/магнитный Магнитный	Консистентная смазка, масло Масло Ней
Диапазон давления	Ниже 10^{-10} мм рт. ст. до 10^{-40} мм рт. ст.	
Требуемый форвакуумный насос	Форвакуумное давление: 10^{-40} мм рт. ст.	

2.6.4.3. Технические характеристики форвакуумных насосов**(насосов предварительного разрежения)**

Поскольку всем ТМН, ВМН и комбинированным насосам, упоминавшимся выше, требуется форвакуумный насос, целесообразно рассмотреть существующие типы форвакуумных насосов для того, чтобы можно было оценить, как форвакуумный насос может использоваться вместе с высоковакуумным насосом.

В принципе, выбор соответствующего форвакуумного насоса зависит от его скорости действия, перепада давления, качества создаваемого форвакуума, пены и размера.

Тип	Преельное остаточное давление	Качество вакуума
Диафрагменный	$< 10^{-10}$ мм рт. ст.	Абсолютно сухой
Роторно-лопастной	$< 10^{-3}$ мм рт. ст.	Масляные пары
Поршневой	$< 10^{-2}$ мм рт. ст.	Технически сухой
Двухроторный	$< 10^{-1}$ мм рт. ст.	Технически сухой
Кулачковый вакуумный насос Рутел	$< 10^{-1}$ мм рт. ст.	Технически сухой

В форвакуумных насосах, создающих «абсолютно сухой» вакуум, ни масло, ни консистентная смазка в возможный контакт с зоной откачки не вступают. «Технически сухие» насосы не имеют ни масла, ни консистентной смазки в зоне откачки; однако консистентная смазка имеется у них, например, в зоне подшипников или проходной зоне, которые изолируются от зоны откачки посредством динамических уплотнений, в частности лабиринтов, и т. д.

2.6.4.4 Удовлетворение требований эксплуатации

Вентилирование

После отключения электроэнергии ТМН следует провентилировать, иначе он будет загрязняться парами масла в результате уравнивания давления между выпуском и впуском. Путем вентиляции с помощью сухого газа до атмосферного давления можно подавить этот процесс, и загрязнения вакуумной системы можно будет избежать. Большинство ТМН, за исключением более крупных насосов, можно вентилировать с высоковакуумной стороны при полной скорости ротора, если нет иных противопоказаний в руководстве производителя. Слишком сильное повышение давления будет деформировать лопасти ротора и приведет к их соприкосновению со статором, вызывая повреждение насоса. Если вакуумную систему нельзя вентилировать напрямую, рекомендуется вентилировать ТМН посредством специального вентиляционного порта, открывающегося в ступени сжатия. Обязательно следует избегать вентилирования ТМП из загрязненной форвакуумной линии.

Термическая обработка

Для достижения низких значений предельного остаточного давления в высоковакуумном и сверхвысоковакуумном диапазоне внутренние поверхности ТМН (ротор, статор, корпус) следует подвергать термической обработке. В связи с температурной чувствительностью алюминиевого сплава, используемого для роторов, существует предел максимального значения температуры термической обработки. Этот максимум должен быть значительно ниже критической температуры для алюминиевого сплава с точки зрения его прочности. Типичные значения температуры термической обработки находятся в диапазоне от 100 до 140 °C, если используются системы термической обработки и выполняются инструкции по эксплуатации, предоставляемые производителями насосов.

Охлаждение

Для рассеивания теплоты трения, образующейся в зонах подшипников, двигателе и в результате нагревания газом при высоких значениях давления, ТМН следует охлаждать. Хотя для малых насосов достаточным является конвективное охлаждение, более крупные насосы оснащаются вентиляторами для воздушного охлаждения. Для многих насосов обычным является водяное охлаждение.

Эксплуатация в магнитных полях

В присутствии магнитных полей ТМН, имеющие металлические роторы, испытывают воздействие наведенных вихревых токов, которые из-за нагревания могут вызывать серьезные проблемы, связанные с прочностью материала. Поэтому ТМН с металлическими роторами могут использоваться в магнитных полях, только если не будут превышать определенные максимальные значения плотности магнитного потока. Эти максимальные значения задаются производителями и для статических магнитных полей, перпендикулярных оси вращения, и как правило, находятся в пределах от 10 мТ до 30 мТ (тесла). Для импульсных магнитных полей имеют место иные максимальные значения. В случае более высоких значений плотности потока ТМН должен иметь магнитное экранирование, которое может создавать проблемы, связанные с распределением самого магнитного поля. В литературе сообщается о ТМН с керамическим ротором, который был подвергнут испытанию магнитным потоком плотностью 460 мТ (тесла) [16].

В этой связи следует иметь в виду, что системы электронного привода и системы управления (магнитная подвеска) ТМН создают магнитные блуждающие поля по соседству с собой. Эти блуждающие поля могут влиять на другие электронные и магнитные системы. В зависимости от положения относительно ТМН, типичные значения этих блуждающих полей находятся в диапазоне от 1 до 50 μT .

Откачка коррозионных газов

Современные производственные технологии требуют процессов откачки, при которых предельное остаточное давление системы должно находиться в высоковакуумном диапазоне, и приходится откачивать коррозионные газы до давления ниже 10^{-3} мм рт. ст. При таких значениях давления материал ротора не будет находиться под воздействием коррозионных веществ. Однако более высокая плотность газа на форвакуумной стороне в зоне подшипника ротора требует использования специальных смазочных веществ (Фомблин, Критокс и т. д.), являющихся устойчивыми к коррозии.

В полупроводниковой отрасли Si и Al вытравливаются в установках плазменного травления, например, при значениях давления выше 10^{-3} мм рт. ст. Во избежание травления и коррозии алюминиевого ротора ТМН ротор и все внутренние части ТМН, соприкасающиеся с коррозионными веществами, либо изготавливаются из устойчивых к коррозии материалов, либо имеют специальное покрытие (например Ni). Такие покрытия ротора могут уменьшить достижимый предельный вакуум ТМН до $5 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст. Кроме использования специальных смазочных веществ, для дополнительной защиты ТМН, используемые для плазменного травления, оснащают системой продувочного газа, которая пропускает инертный газ (N_2 , Ar, как правило, 30 $\text{см}^3/\text{мин}$) непосредственно в зону подшипника и форвакуумную сторону ТМН (рис. 9), где она создает направленный поток к выпуску насоса. Этот поток не допускает, чтобы коррозионные газы входили в зону подшипника.

Использование ТМН с магнитной подвеской в этих случаях уменьшает упомянутые проблемы.

Откачка токсичных и радиоактивных газов

Дополнительный набор проблем приходится решать в случае, если ТМН откачивает токсичные или радиоактивные газы, например тритий в установках термоядерного синтеза. Из-за

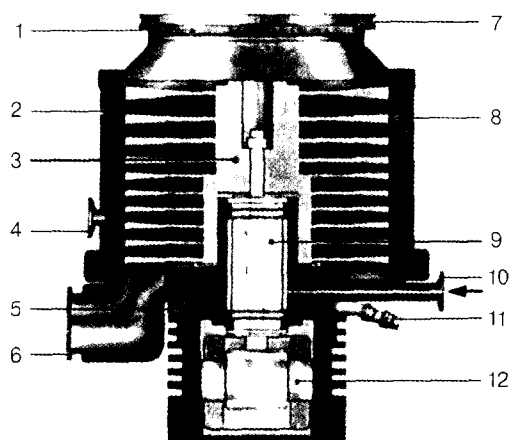


Рис. 9. Турбомолекулярный насос для откачки коррозионных газов (с продувкой газом):

1 — осколочное ограждение; 2 — корпус насоса; 3 — ротор; 4 — вентиляционное соединение; 5 — водоохлаждающий контур; 6 — фланец VV; 7 — высоковакуумный фланец; 8 — диск статора; 9 — блок шпинделя с шариковыми подшипниками; 10 — входное отверстие продувочного газа; 11 — водоохлаждающий контур; 12 — электрический привод

связанных с этим процессом рисков ТМН должен быть крайне герметичным. В случае ТМН для «трения» уплотнения всех элементов в атмосферу выполняются из металла. Суммарное натекание составляет менее 10^{-9} мм рт. ст. · л/с.

Комбинация турбомолекулярного насоса с другими видами насосов

Для увеличения скорости откачки водорода или водяного пара, а также поддержания постоянными производительности и скорости действия ТМН комбинируют с титановым сублимационным (испарительным) насосом или, в последнее время, с крионасосами [18].

2.6.4.5. Меры предосторожности при эксплуатации комбинированных насосных систем для создания чистого вакуума

В вакуумных системах существует несколько источников загрязнения, в частности таких, как поверхности, очищенные не должным образом, или использование несоответствующих материалов для уплотнений, проходных каналов и т. д. Дополнительные источники загрязнения могут присутствовать в системе откачки. Форвакуумный насос с масляным заполнением и смазочное вещество для подшипников ротора ТМН — это потенциальные источники загрязнения масляными парами, которого можно избежать при выполнении определенных процедур. В зависимости от того, какие компоненты находятся в системе откачки, существует несколько способов возможного загрязнения вакуумной системы, если не соблюдаются некоторые основополагающие правила эксплуатации.

Порядок пуска

При создании предварительного разрежения системы посредством форвакуумного насоса перед запуском ТМН очень легко достичь значений давления ниже 10^{-1} мм рт. ст. на этапе предварительного разрежения, позволяя молекулярному обратному потоку масла форвакуумного насоса поступать непосредственно в вакуумную систему. Когда же, наоборот, оба насоса включаются вместе, к тому времени, когда давление будет достаточно низким для того, чтобы разрешить этому молекулярному обратному потоку выходить из форвакуумного насоса, ротор ТМН будет ускоряться, а его сжатие будет достаточным для того, чтобы действовать в качестве эффективного барьера для любого масляного пара, идущего обратным потоком.

Примечание: Всякий раз, когда это возможно, ТМН и форвакуумный насос должны запускаться одновременно при атмосферном давлении.

В тех случаях применения, при которых имеется абсолютная необходимость в предварительном разрежении до включения ТМН, следует проявлять осторожность, чтобы форвакуумная линия не переходила в условия молекулярного потока. Это может быть достигнуто посредством систем управления давлением или систем продувки газом, в которых установлены значения давления выше 10^{-1} мм рт. ст.

Порядок вентилирования

Выключаемый ТМН следует вентилировать сухим, чистым газом до того, как его ротор замедлится настолько, чтобы позволить образование обратного потока. Эта процедура необходима для всех комбинаций ТМН со смазкой и форвакуумными насосами с масляным уплотнением.

Для ТМН с подшипниками, имеющими консистентную смазку, проблемы загрязнения до определенной степени уменьшаются, но следует также проявлять осторожность при эксплуа-

Таблица 7. Рабочие режимы, требующие мер предосторожности во избежание загрязнения вакуумной системы

Насос или комбинация	Диафрагменный насос (абсолютно сухой)	Пластинчато-роторный насос (масляный пар)	Двухроторный насос (Рутса) Кулачковый насос Рутса (технически сухой)
ВМН (механический подшипник)	Вентилирование	Пуск/вентилирование	Вентилирование
ТМН (механический подшипник)	Отсутствует	Пуск/вентилирование	Вентилирование
ТМН (магнитный подшипник)	Отсутствует	Пуск/вентилирование	
ТМН+ВМН (механический подшипник)	Вентилирование	Пуск/вентилирование	Вентилирование
ТМН+ВМН (магнитный подшипник)		Пуск/вентилирование	

тащин этих насосов. В табл. 7 указаны режимы работы нескольких систем откачки ТМН, для которых следует соблюдать рекомендуемые меры предосторожности во избежание загрязнения.

Путем соблюдения этих правил эксплуатации и учитывая конкретные данные различных комбинаций ТМН и форвакуумного насоса, эти комбинации могут использоваться для создания и поддержания чистого вакуума. Однако в случае некоторых комбинаций неправильная эксплуатация может приводить к загрязнению всей вакуумной системы.

2.6.4.6 Оценка комбинаций насосов для конкретного вида применения

При оценке комбинации насосов для определенного вида применения нужно учитывать следующее:

- специальные требования вида применения;
- возможные насосы;
- достигаемые значения давления вакуума;
- «качество вакуума»;
- цена.

Производство полупроводников

Далее в качестве примеров приводится анализ различных комбинаций насосов для применения в процессах производства полупроводников. Типичные технологии производства полупроводников характеризуются специальными требованиями, касающимися системы откачки вакуума:

- откачка коррозионных паров (с продувкой газом);
- абразивные среды: пыль, гранулы (невозможно использовать диафрагменные насосы);
- в системе откачки форвакуумных насосов не должно быть масла (химические реакции, проблемы отходов).

В табл. 8 показан анализ комбинаций насосов применительно к процессам производства полупроводников в виде матрицы.

Таблица 8. Выбор комбинации насосов для процессов производства полупроводников

Инафразменный насос			Пластинчатый насос (масляный)		Двухроторный насос (Рутса)-кулачковый насос Рутса	
ВУНН	10^{-5}	HV/FV; O/AD	$<10^{-5}$	HV/FV; O/O	$<10^{-5}$	HV/FV; O/TD
	S: Нет	HV:S FV:SS	S: Нет	HV:S FV:SS	S: Нет	HV:S FV:SSS
ТМН			$<10^{-9}$	HV/FV; O/O	$<10^{-5}$	HV/FV; O/TD
(механический насос без смазки)			S: Нет	HV:SS FV:SS	S: Част.	HV:SS FV:SS
ТМН			$<10^{-9}$	HV/FV; AD/O	$<10^{-5}$	HV/FV; AD/TD
(магнитный насос без смазки)			S: Нет	HV:SSSS FV:SS	S: Да	HV:SSSS FV:SSS
ТМН+ВАВН	10^{-5}	HV/FV; O/AD	$<10^{-9}$	HV/FV; O/O	$<10^{-9}$	HV/FV; O/TD
	Нет	HV:SSS FV:S	S: Нет	HV:SSS FV:SS	S: Част.	HV:SSS FV:SSS
ТМН+ВАВН	10^{-5}	HV/FV; AD/AD	$<10^{-9}$	HV/FV; AD/O	$<10^{-9}$	HV/FV; AD/TD
		HV:SSSS FV:S	S: Нет	HV:SSSS FV:SS	S: Да	HV:SSSS FV:SSS

Условные обозначения: S – стоимость, материалы

		Качество создаваемого вакуума	
		Выходной вакуум: Форвакуум: HV/FV:	
		O – возможное загрязнение углеводородами	
		T – технически сухой (отсутствие масляных паров в вакуумной зоне вакуумного насоса, однако консистентная смазка или масло в подшипниках и т. д. вблизи вакуумной зоны)	
Предельное остаточное давление, мм рт. ст.		AD – абсолютно сухой вакуум (полное отсутствие масляных паров и т. д.)	
S	– для использования в производстве полупроводников	Цена:	
Да	– может использоваться насосная комбинация	S – низкая цена	
Частично	– насосная комбинация может использоваться при незначительном риске загрязнения	SS – высокая цена	
Нет	– насосная комбинация не рекомендуется для использования в этом виде применения	SSS – очень высокая цена	
		SSSS – крайне высокая цена	
		HV – высоковакуумный насос	
		FV – форвакуумный насос	

2.6.5. Эксплуатация турбомолекулярных насосов в различных условиях

Многие виды применения ТМН требуют специальных мер для достижения необходимого качества вакуума и безопасной, а также надежной работы системы откачки. Далее приведены некоторые конкретные условия эксплуатации ТМН, а также меры, позволяющие справиться с возникающими проблемами.

Вид применения	Масс-спектрометры	Детекторы течей	Электронные микроскопы	Ускорители частиц	Установки плавки, исследование и разработка	Установки травления, химическое осаждение из паровой фазы	Загрузочный ш.поз./передача	
Условия эксплуатации	• = не относится (•) = может относиться							Меры
Высокие значения давления на впуске		•				•	(•)	Дроссельные клапаны, адекватная форвакуумная система, комбинированные насосы.
Агрессивные газы	(•)				•	•	(•)	Продувка газом, антикоррозийное покрытие, магнитная подвеска
Твердые частицы, пыль		(•)				•		Впускной фильтр, сепараторы, продувка газом, процедура вентилирования
Осаждение								Магнитная подвеска, нагревание, впускная перегородка
Высокое напряжение				(•)				Электронные меры для насоса и системы электронного привода
Магнитное поле	(•)		(•)	(•)	•			Магнитное экранирование (и-металл)
Механические удары	(•)	(•)			•		(•)	Магнитная подвеска, гасящие элементы, предотвращение тяжелых ударов (клапана)
Чувствительность к вибрации	•		•					Магнитная подвеска, гасящие элементы
Чувствительность к углеводородам	(•)	(•)	•	(•)	•	•	•	Магнитная подвеска, подшипники с консистентной смазкой, «сухой» форвакуумный насос

Вид применения	Масс-спектрометры	Детекторы течей	Электронные микроскопы	Ускорители частиц	Установки плавки, исследование и разра-ботка	Установки гравления, химическое осаждение из паровой фазы	Загрузочный шлюз/передача	
Условия эксплуатации	• = не относится (•) = может относиться							Меры
Гидравлические удары	(•)	(•)		(•)	•	•	•	Быстродействующие форвакуумные клапана, комбинированные насосы, магнитная подвеска, буферный объем, процедуры вентиляции
Предельное остаточное давление	(•)		•	•	•			Термообработка, фланцы CF, высокое сжатие H ₂
Ионизирующая радиация				•	•			Свинцовое экранирование, применение материалов, устойчивых к радиации
Электромагнитная совмести-мость	•		•	•	(•)			Электронные меры

2.6.6. Правила эксплуатации

При эксплуатации ТМН для максимального использования характеристик этих насосов следует тщательно соблюдать следующие правила, если это не противоречит указаниям руководства производителя.

2.6.6.1. Попадание твердых частиц

Входящие во впускное отверстие ТМН твердые частицы могут повредить ротор и подшипники. Следует пользоваться защитным экраном. Однако данные экраны уменьшают быстроту откачки приблизительно на 20—30%.

Большое количество пыли, поступающее в ТМН, может перекрывать зазоры между лопастями и корпусом насоса. Поэтому рекомендуется использовать пылевые фильтры на впуске ТМН. Здесь также будут происходить потери быстроты действия, вызванные низкой проводимостью потока этих фильтров.

2.6.6.2. Наклонное или горизонтальное положение насоса

Если насос смонтирован в горизонтальном положении, то выходной фланец (форвакуумная сторона) должен быть направлен вниз во избежание скопления конденсатов (водного пара, масляного пара из форвакуумных трубопроводов) в зоне подшипника насоса (риск повреждения).

2.6.6.3. Термическая обработка насоса

При термической обработке насоса для достижения низких значений давления следует соблюдать максимальные допустимые значения температуры. Перегрев может привести к отказу подшипника и ротора (материал ротора теряет свою прочность).

Не производите термическую обработку насоса, когда система термически не обработана. Газы или пары, выпущенные из насоса во время термической обработки, будут конденсироваться на более холодных поверхностях системы.

2.6.6.4. Замена смазочных материалов

Следует соблюдать периодичность замены смазочных материалов, указанную производителем для обеспечения полной эффективности и срока службы подшипников.

2.6.6.5. Форвакуумное давление

В случае применения обычных ТМН форвакуумное давление, как правило, не должно превышать 0,5 мм рт. ст. При более высоких значениях давления форвакуумной линии насос нагревается (газовое трение), и могут повреждаться ротор и/или подшипники. Кроме того, если ротор не находится в диапазоне молекулярного потока, быстродействия и степень сжатия уменьшаются.

Использование пластинчато-роторных насосов этого типа с открытым газовым балластом приведет к созданию риска того, что необходимый уровень вакуума в форвакуумной линии достигнут не будет.

2.6.6.6. Размеры впускных подсоединений

Рекомендуется, чтобы высоковакуумное подсоединение имело по крайней мере такой же диаметр, что и впускной фланец насоса. Меньший диаметр приводит к значительным потерям быстродействия, вызванным низкими значениями проводимости.

Например, для ТМН с номинальной быстротой действия, равной 500 л/с для N_2 , и впускного фланца с внутренним диаметром 150 мм потери быстродействия от качки N_2 при использовании соединения длиной 300 мм с различным внутренним диаметром равны следующим величинам:

Высоковакуумное соединение		Эффективная быстрота действия	Потери быстродействия
Внутренний диаметр	Длина		
150 мм	300 мм	370 л/с	26%
100 мм	300 мм	100 л/с	80%
40 мм	300 мм	20 л/с	96%

Литература

1. W. Becker, Vak. Tech. 7 (1958) 149.
2. W. Gaede, Ann. Phys. 41 (1913) 337.
3. M. Holweck, C.R. Acad. Sci. Paris 177 (1923) 43.
4. M. Siegbahn, Arch. Math. Astr. Fys. 30B (1944) 17.
5. C. H. Kruger and A. H. Shapiro, Transactions of the 7th National Vacuum Symposium, avs, New York, 1960, pp. 6—12.
6. L. Maurice, S. Sagot, Le Vide 111 (1964) 109.
7. K. H. Bernhardt, J. Vac. Sci. Technol. A1 (1983) 136.
8. J. Henning, Vacuum 21 (1971) 523.
9. Produkt Leitfaden, Alcatel Hochvakuurtechnik GmbH, Amcecy, 1995.
10. Komponenten für die Vakuumtechnik, Balzers-Pfeiffer GmbH, Balzers, 1996.
11. Vakuum Katalog, Edwards Hochvakuum GmbH, Marburg, 1993.
12. Katalog HV 300, Teil B, Leybold AG, Cologne, 1994.

13. Vacuum Products Catalog, Varian Ass. Inc., Lexington 1995/1996.
14. K. H. Mirgel. 3. Vac. Sci. Technol. 9 (1972) 408.
15. L. Maurice. Jap. J. Appl. Phys. Suppl. 2 (1975) 21.
16. Y. Murakami, T. Abe, S. Mori, N. Nakaishi, and S. Hata. J. Vac. Sci. Technol. A5 (1987) 2599.
17. A. Conrad and O. Ganschow. R&D Magazine, April 1994, p. 35.
18. J. E. de Rijke and W. A. Klages, Jr. Solid State Technology, April 1994, p. 63.

2.7. Насосы для создания сверхвысокого вакуума

Джэк Х. Синглтон

Сверхвысокий вакуум определяется как среда с давлением ниже 10^{-8} мм рт. ст., он может быть получен с помощью различных высоковакуумных насосов (см. подразделы 2.4, 2.5 и 2.6). Однако успешное применение *любого* насоса для высоковакуумного использования требует, чтобы приток газа в систему из всех источников, включая газовыделение, проницаемость через стенки и натекание из атмосферы, жестко контролировался.

Давление равновесия, p (мм рт. ст.), в системе — это результат баланса между скоростью притока газа из всех источников Q (мм рт. ст.-л/с) и эффективной быстротой действия насосов S (л/с):

$$P = Q/S.$$

В типичной герметичной не подвергнутой термической обработке системе, где используется крионасос, турбомолекулярный или диффузионный насос с ловушкой, охлаждаемой жидким азотом, значения давления, начиная с низкого диапазона (10^{-7}) и кончая высоким диапазоном (10^{-8} мм рт. ст.), можно легко получить после нескольких дней откачки. На протяжении более длительных периодов откачки базовое давление продолжает падать, но с гораздо более медленной скоростью, и значения давления ниже 10^{-8} мм рт. ст. едва ли когда-либо достигаются в системе без термической обработки. Выделение газа из стенок системы, как правило, в диапазоне от 10^{-9} — 10^{-10} мм рт. ст.-л/(с·см²), является лимитирующим фактором. Достижение условий сверхвысокого вакуума, скажем, в диапазоне 10^{-10} мм рт. ст., просто путем использования большего по размеру насоса, потребовало бы увеличить быстроту откачки в 10^5 раз, что, как правило, нецелесообразно. Простейший практический подход заключается в том, чтобы сконструировать вакуумную систему, которую можно подвергнуть термической обработке при температуре по крайней мере на 200°C выше ее нормальной рабочей температуры с тем, чтобы уменьшить газовыделение в 10^5 раз.

2.7.1. Конструкция систем сверхвысокого вакуума

При выборе соответствующего насоса для получения сверхвысокого вакуума нужно соблюдать несколько базовых правил конструирования целой системы, которая способна достигнуть предельного остаточного давления в течение 24—48 часов после пуска.

1. Максимально большая часть системы должна поддаться термической обработке при температуре по крайней мере на 200°C выше нормальной рабочей температуры, так чтобы материалы, используемые для конструкции, были устойчивы к воздействию температур термической обработки.

2. Свести до минимума площадь поверхности системы, поскольку скорость газовыделения пропорциональна площади. Следует избегать использования пористых материалов, в частности таких, как анодированный алюминий.

3. Материалы для стенок, являющиеся проницаемыми для атмосферных газов, нужно исключить или использоваться очень ограниченно. Это в особенности относится к использованию уплотнений в виде манжет, которые обеспечивают надежную и простую конструкцию для систем без термической обработки. Такие уплотнения не только ограничивают температуру, до которой может обрабатываться термически система, но они также допускают проникновение атмосферных газов через эластомер в вакуумную систему, обеспечивая проницаемость, которая по значению уступает только скорости газовыделения. Во время термической обработки проницаемость фактически увеличивается, падая до своей первоначальной величины по мере того, как система охлаждается до нормальной рабочей температуры. И наоборот, проницаемость может уменьшаться путем охлаждения уплотнений, хотя эта процедура, как правило, не является практичной. Демонтируемые уплотнительные фланцы в виде уплотнительных колец можно легко заменить фланцами с металлической прокладкой, в частности такой же формы, как конфлата, исключающей проницаемость. Подбор клапанов имеет особое значение: проницаемость из атмосферы можно предотвратить за счет использования уплотнения-капота с металлической прокладкой и уплотнения вала в виде мехов. Для самых жестких условий внутреннее уплотнение на наконечнике клапана подбирается из металла, в частности из меди, серебра или золота. Эластомеры могут использоваться для обеспечения несколько более легкого уплотнения (более низкого усилия), но за счет ограничения температуры термической обработки: например использовались Viton, Kalrez и полиимидные эластомеры при допустимых значениях температуры приблизительно 200, 250 и 300 °C соответственно, при этом клапан подвергался термической обработке в открытом положении.

Эффективность процедур, рекомендованных выше, хорошо проиллюстрирована работой Альперта и его коллег [1], направленной на разработку практических методик достижения сверхвысокого вакуума. Их первоначальные стеклянные вакуумные системы дегазировались посредством термической обработки при ~400 °C в течение ночи, при этом откачка осуществлялась с помощью диффузионного насоса с ловушкой, охлаждаемой жидким азотом, после чего осуществлялась изоляция от насоса с тем, чтобы единственным оставшимся откачивающим действием была работа ионизационного вакуумметра Баярда—Альперта, обеспечивавшего быстроту действия ~0,1 л/с при электронной эмиссии, равной 10 мА; в результате без особых усилий достигались значения давления при 10^{-10} мм рт. ст. Обращаем внимание на то, что в этих работах вся система, из которой велась откачка, была обработана термически при 400 °C, так что достигались очень низкие общие скорости газовыделения. В последующей работе производилась непрерывная откачка вакуумных систем посредством стеклянного диффузионного насоса с ловушкой, охлаждаемой жидким азотом, это обеспечивало очень малую быстроту откачки, равную приблизительно 0,1 л/с, главным образом ограниченную низкой проводимостью полностью металлического клапана Альперта [1], который использовался в качестве клапана изоляции системы. Соединение от этого клапана с диффузионным насосом нельзя было подвергнуть термической обработке, и поэтому это соединение имело гораздо более высокую скорость газовыделения по сравнению с термически обработанной частью системы. Тот факт, что сверхвысокий вакуум достигался, несмотря на эту нагрузку газовыделения, следует отно-

сильно на счет относительно высокой скорости действия диффузионного насоса, как правило, равной ~ 30 л/с. Очевидно, что использовалась большая часть откачивающей мощности для контроля нагрузки газовыделения, создаваемой небольшой частью всей системы.

2.7.2. Выбор насосов для получения сверхвысокого вакуума

Все высоковакуумные насосы, описанные в подразделах 2.4, 2.5 и 2.6, могут успешно использоваться для систем создания сверхвысокого вакуума. Однако следует отметить, что многие модели насосов не могут подвергаться термической обработке до тех температур, которые требуются для быстрой дегазации. Поэтому важно минимизировать ту часть системы, которая не может быть эффективно дегазирована, а также обеспечить адекватную скорость откачки для более высокого газовыделения из этой части. Эти насосы все больше используются для получения сверхвысокого вакуума, в особенности в системах, которые редко вентилируются до атмосферного давления. В таких видах применения первоначальная откачка системы может затягиваться, поскольку поверхности насоса и смежных элементов остаются при слишком низкой температуре для *быстрого* газовыделения, но как только будет достигнуто удовлетворительное предельное остаточное давление, система остается непрерывно в диапазоне сверхвысокого вакуума до тех пор, пока не произойдет отказ или не потребуются профилактическое техническое обслуживание. Например, в производственных системах осаждения тонкой пленки и системах анализа поверхности образцы вводятся и удаляются из вакуумной камеры посредством использования системы загрузочного шлюза, который постоянно сводит к минимуму приток газа.

Ниже кратко рассмотрено использование уже описанных насосов для получения сверхвысокого вакуума, а также их соответствие конкретным условиям эксплуатации.

2.7.2.1. Диффузионные насосы

Значения давления в нижнем диапазоне 10^{-10} или в высоком диапазоне 10^{-11} мм рт. ст. могут быть получены с помощью трех- или четырехступенчатого насоса совместно с *эффективной* ловушкой, охлаждаемой жидким азотом. Для того чтобы предотвратить обратный поток масла, такая ловушка должна обеспечивать условия, при которых любая молекула масла совершала бы два или более столкновений на поверхности, непрерывно охлаждаемой до температуры жидкого азота. Значения давления в диапазоне 10^{-9} мм рт. ст. можно получить с помощью только водоохлаждаемой перегородки и рабочей жидкости с низким давлением пара либо типа полифенил эфира или силикона (см. подраздел 2.4). Диффузионные насосы эффективны в равной степени для всех газов, производители предлагают такие насосы с очень большой скоростью действия, поэтому они представляют собой подходящие насосы общего назначения для систем всех размеров. Однако удовлетворительная эксплуатация требует непрерывного технического обслуживания системы электрического нагревания, водяного или воздушного охлаждения, поддержания форвакуумного давления ниже какого-то критического уровня (часто $\sim 0,5$ мм рт. ст.) и охлаждения ловушки жидким азотом. Невыполнение *любого* из этих пунктов в результате приводит к загрязнению системы маслом. Очевидно, что профилактическое обслуживание является критическим фактором.

Загрязнение маслом системы с диффузионными насосами наиболее часто представляет собой результат предварительного разрежения системы до слишком низкого давления посредством механического насоса с масляным уплотнением без ловушки. Это легко можно

предотвратить путем переключения на диффузионный насос, когда давление форвакуумной линии все еще находится в области вязкостного потока, или же путем использования соответствующим образом обслуживаемой эффективной ловушки форвакуумной линии.

Ограничения термической обработки, описанные выше, являются особенно жесткими для комплекса диффузионного насоса/ловушки, охлаждаемой жидким азотом, поэтому достижение предельного давления может представлять собой непримлемо продолжительный процесс.

Рекомендация. Из-за многочисленности факторов, которые могут влиять на работу данного насоса, в связи с трудностями, возникающими при дегазации насоса и ловушки, а также учитывая большую вероятность загрязнения маслом, диффузионные насосы *не* рекомендуются для создания сверхвысокого вакуума. Исключением может быть потребность в низких капитальных затратах (имея в виду, что эксплуатационные затраты будут высокими) или в очень большой скорости откачки.

2.7.2.2. Крионасосы

Крионасос обеспечивает неселективный и характерный чистый метод откачки до сверхвысокого вакуума. Легко достигается очень большая быстрота действия, а простота устройства позволяет добиться надежной эксплуатации. Возможности откачки гелия, водорода и неона очень ограничены по сравнению с такими возможностями для всех других газов, но это редко представляет собой проблему в системе сверхвысокого вакуума. Главный недостаток таких насосов заключается в том, что откачиваемые газы выпускаются очень быстро, в течение 10 минут после прерывания электроснабжения, так что быстродействующий, герметичный, поддающийся термической обработке клапан является существенным для изоляции системы во время такой аварийной ситуации и для использования во время плановой регенерации насоса.

Ранее описанные ограничения термической обработки также относятся к крионасосу, хотя проблема является гораздо менее сложной, чем для диффузионного насоса. Дело в том, что большая часть крионасоса в сборе работает при низких температурах и автоматически обеспечивает, уменьшение скорости дегазации, как только запускается насос.

При процедурах предварительного разрежения как крионасоса, так и вакуумной системы нельзя допускать загрязнения, так что те же самые соображения, уже описанные в подразделе 2.7.2.1, относятся и к данному случаю.

Рекомендация. Данный насос представляет ценность в тех случаях, когда существенной является очень большая быстрота действия. Главные проблемы этого насоса связаны с ограничениями температуры термической обработки и быстрым выпуском ранее откачанного газа в случае отключения электроэнергии. Крионасос может откачивать только небольшие количества гелия, прежде чем ему потребуются регенерация, и ни в коем случае не должен использоваться, если отсутствует значительный приток этого газа.

2.7.2.3. Турбомолекулярные насосы

Турбомолекулярный насос обеспечивает неселективный, чистый метод откачки до сверхвысокого вакуума, сочетая простоту эксплуатации и высокую надежность. Современные насосы ограничены максимальной быстротой действия 10 000 л/с, но для большинства случаев применения сверхвысокого вакуума это не является проблемой. Термообработка вакуумной системы является гораздо меньшим ограничением, чем для двух предыдущих насосов. Напри-

мер, для одного коммерческого насоса температура на установочном фланце 160 °С является допустимой.

Хотя насосы эффективны для всех газов, следует отметить ограничение при откачке водорода, одного из главных остаточных газов в системе сверхвысокого вакуума. Степень сжатия данного газа всегда меньше, чем для всех других газов, зачастую она опускается до 600 в стандартном турбомолекулярном насосе, в результате создавая предел минимального остаточного достижимого давления водорода. Например, если необходимо поддерживать парциальное давление водорода равное $1 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст. в вакуумной камере, парциальное давление водорода форвакуумной линии должно поддерживаться на уровне $\sim 6 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст. или ниже. Некоторые механические насосы с масляным уплотнением не могут выполнить данное требование и фактически генерируют водород посредством распада масла. В критических случаях проблема решается добавлением сублимационного титанового насоса (см. подраздел 2.7.4.1) к вакуумной камере. Альтернативным и предпочтительным вариантом является использование турбомолекулярного насоса широкого диапазона, в котором турбоступень поддерживается молекулярной вакуумной ступенью, обеспечивая степень сжатия водорода, достигающую до 10^7 . Дополнительное преимущество заключается в том, что в насосных системах может использоваться безмасляный диафрагменный форвакуумный насос, тем самым исключая любую возможность загрязнения маслом из данного источника.

Рекомендация. Для общих видов применения сверхвысокого вакуума турбомолекулярный насос, вероятно, представляет собой наилучший выбор среди насосов, описанных в подразделах 2.4, 2.5 и 2.6. Возрастающая надежность систем подшипников, наличие насосов с магнитными подшипниками и комбинированных высоковакуумных турбомолекулярных насосов являются важными факторами для рекомендации данного насоса. Возможность подвергать насос даже ограниченной термообработке позволяет обеспечивать оптимальную дегазацию всей системы, в особенности потому, что данная термообработка может выполняться при работающем насосе. Основная трудность, которую следует учитывать, заключается в том, что отключение электроэнергии приводит к потере быстроты действия в течение 1–2 мин. по мере замедления вращения ротора насоса, и из такой крайний случай для изоляции камеры сверхвысокого вакуума от линии откачки должен присутствовать быстродействующий, герметичный, поддающийся термообработке клапан.

2.7.2.4. Магнитные электроразрядные вакуумные (геттерно-ионные) насосы

Магнитные электроразрядные насосы, которые рассматриваются подробно в подразделе 2.7.3, особенно подходят для получения сверхвысокого вакуума при условии, что производительность по газу является относительно низкой. В силу простоты конструкции и отсутствия движущихся деталей они высоконадежны, легко дегазуются и обеспечивают практически бесперебойную эксплуатацию.

Их недостатки включают в себя высокую селективность откачки различных газов, значительное уменьшение быстроты действия при самых низких значениях давления, а также высокие первоначальные затраты. Они не имеют большой быстроты действия и не подходят, если необходимо откачивать очень большие количества газа главным образом потому, что такие виды применения приводят к сокращению срока службы.

Рекомендация. Магнитный электроразрядный насос, вероятно, представляет собой наилучший вариант для общих случаев применения сверхвысокого вакуума, если необходимо,

чтобы низкое давление сохранялось постоянно. Он обеспечивает условия практически безперебойной работы и имеет самый продолжительный срок службы при низких значениях давления. Однако если система должна часто совершать цикл переключения на атмосферное давление или если насос должен выдерживать значительную газовую нагрузку, например аргона в системе металлизации напылением, срок службы будет сокращаться, и более подходящим вариантом мог бы быть турбомолекулярный насос.

2.7.2.5. Сублимационные насосы¹

Сублимационные насосы подробно рассматриваются в подразделе 2.7.4.1. Они обеспечивают откачку химически активных газов с большой быстротой при относительно низких капитальных и эксплуатационных затратах. Они не откачивают редкие газы или метан и аналогичные высокостабильные органические молекулы, поэтому должны использоваться совместно со вторым насосом, наиболее часто с сорбционно-ионным насосом, который эффективно откачивает такие газы.

Рекомендация. Сублимационный насос является незаменимым в обеспечении очень большой скорости откачки *химически реактивных газов*. Насос не содержит никаких движущихся деталей, что обеспечивает высокую надежность. Обычно он представляет собой неотъемлемую часть вакуумной камеры и поэтому эффективно дегазируется во время термической обработки. Наиболее часто используемый совместно с сорбционно-ионным насосом, он также полезен в сочетании со стандартным турбомолекулярным насосом, когда требуется очень низкое остаточное парциальное давление водорода.

2.7.2.6. Геттерные насосы без распыления геттера

Эти насосы подробно рассмотрены в подразделе 2.7.4. Они находят применение как в очень больших системах, так и для откачки малых герметизированных устройств. Если натекающий газ представлен главным образом водородом, дейтерием или тритием, высокоскоростную откачку можно производить при температуре окружающей среды. Насосы получают широкое применение в качестве распределительных насосов в очень больших вакуумных системах, применяемых для изучения процессов в физике высоких энергий. Эти насосы используются для откачки любых химически реактивных газов.

Рекомендация. Геттерные насосы отлично откачивают водород и его изотопы, а также все химически реактивные газы, в частности в тех случаях, когда требуется простое, надежное устройство, работающее при относительно низкой температуре или, в некоторых случаях, при температуре окружающей среды. Комбинация геттерного насоса с сорбционно-ионным насосом может обеспечивать откачку водорода до очень низких значений давления. Общее количество газа, которое может откачиваться до того, как будет насыщен геттер, является весьма низким по сравнению с большинством ранее рассмотренных насосов. Данные насосы не подходят для тех случаев, когда требуется высокая производительность.

2.7.3. Магнитные электроразрядные насосы

В этом подразделе будет дано подробное описание двух типов насосов, которые особенно хорошо подходят для создания высокого вакуума, в частности магнитных электроразрядных и геттерных насосов. Они классифицируются в качестве газоплавяющих насосов, поскольку

¹ В русскоязычной классификации — испарительные геттерные насосы (*прим. ред.*).

откачиваемые газы улавливаются внутри конструкции насоса, при этом большинство их необратимо остаются на геттерах в качестве стабильных химических соединений. Насосы могут подвергаться термической обработке, по крайней мере до такой же высокой температуры, как и турбомолекулярные насосы в процессе эксплуатации, а их простое строение позволяет обеспечить эффективную, относительно быструю дегазацию в этих условиях. Для получения предельного остаточного давления при выполнении быстрых циклов, начиная с атмосферного давления, эти насосы могут подвергаться термической обработке при температуре, достигавшей 450 °С, одновременно с вакуумной камерой,¹ так что можно провести очень быструю дегазацию *всех* поверхностей внутри вакуумной системы. При более высоких температурах термообработки ни магнитные электроразрядные, ни геттерные насосы обычно не эксплуатируются, так что система должна откачиваться с помощью вспомогательного турбомолекулярного или аналогичного «чистого» насоса. Преимуществом такой термообработки, безусловно, является тот факт, что обычная работа новой системы в диапазоне 10^{-10} мм рт. ст. продолжается после 16-часовой термообработки при 400 °С.

Когда используются магнитные электроразрядные и геттерные насосы, система полностью изолирована от атмосферы. При условии отсутствия значительных течей в системах сверхвысокого вакуума эти насосы обеспечивают степень бесперебойной работы, которая является беспрецедентной по сравнению с любым другим типом насоса. Если отключение электроэнергии вызовет отключение насосов, обычно будет происходить относительно незначительное повышение давления, и система будет быстро возвращаться к своему нормальному рабочему давлению, как только будет восстановлено питание.

2.7.3.1. Механизм работы магнитных электроразрядных насосов

Первый магнитный электроразрядный насос, который стал продаваться на рынке в 1958 г., был так называемого диодного типа [2, 3]. На рис. 1 показан небольшой одноэлементный электроразрядный насос. Он имеет быстроту действия приблизительно 0,2 л/с, которая является типичной для «встроенного» насоса, используемого для поддержания низкого давления в изолированном электронном устройстве на протяжении его полезного срока службы. На цилиндрическом аноде из нержавеющей стали диаметром 1 см и длиной 1 см поддерживается потенциал, равный ~2,3 кВ относительно пары

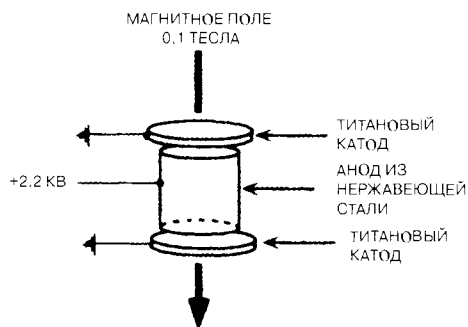


Рис. 1. Одноэлементный магнитный электроразрядный насос

заземленных катодов, расположенных на расстоянии несколько миллиметров от обоих торцов цилиндра и находящихся в контакте с оболочкой насоса, при потенциале заземления. Постоянный магнит создает поле, равное приблизительно 0,1 тесла, направленное вдоль оси цилиндра. Любой электрон, влетающий в корпус насоса в результате эмиссии поля или космического излучения, ускоряется в направлении анода, но его перемещение ограничивается круговой орбитой, навязываемой ему магнитным полем, в результате чего он попадает в ловушку и не

¹ Для термообработки свыше 250 °С может потребоваться снять магнит и соединительный кабель (смотрите подраздел 2.7.3.2).

может достичь анода. Если электрон сталкивается с молекулой газа, вызывая ионизацию, создается второй электрон, и каскадный процесс быстро генерирует плотность электронов порядка 10^{10} электронов/см², которая сохраняется в широком диапазоне температур [4]. Данная высокая плотность электронов обеспечивает эффективную ионизацию газа, поступающего в насос.

Электрическое и магнитные поля в данном насосе (см. рис. 1) по весу и видимости ориентированы параллельно друг другу, но фактически пространственный заряд, вызываемый высокой плотностью электронов, создает эффект понижения потенциала вдоль оси анода до потенциала катода, так что в результате образуется радиальное электрическое поле. Данная конкретная геометрия, когда электрическое и магнитные поля взаимно перпендикулярны друг другу, известна под названием *разряда Пеннинга* и была описана Пеннингом в 1937 г. в работе [5], в которой рассматривалось электроразрядное устройство с холодным катодом для измерения давления (манометр Филлипса).

В результате столкновения электрона и молекулы газа создается как электрон, так и положительный ион. Ионы ускоряются в электрическом поле до высокой энергии, сталкиваются с катодами, которые, как правило, изготовлены из химически реактивного металла, например, титана, и нейтрализуются. Многие ионы внедряются в катоды на максимальную глубину, равную приблизительно одному микрону, и этот процесс внедрения создает первый механизм откачки. Меньшее количество ионов отражается с определенной потерей энергии в виде энергетически нейтральных частиц, которые больше не ограничены электрическими и магнитными полями. Они внедряются в любую поверхность внутри насоса, которая находится на линии их движения. Этот процесс создает второй механизм откачки, который является особенно важным как преобладающий процесс откачки благородных газов, в частности таких, как аргон.

Третьим последствием столкновения высокоэнергетических ионов с катодом является то, что материал катода распыляется в точке соударения, создавая атомно-ионную струю в пределах линии движения. Нейтральные молекулы реактивных газов, в частности таких, как азот и кислород, сталкивающиеся с этими распыленными пленками, имеют высокую вероятность (от 0,1 до 1) хемосорбироваться (быть поглощенными) при первом соударении, и этот процесс представляет собой третий первичный процесс откачки в магнитном электроразрядном насосе. Обращаем внимание, что данный процесс ограничен откачкой химически реактивных газов и не является эффективным для благородных газов, в частности таких, как аргон и гелий, а также для метана.

В новом насосе захват газов в ловушку путем внедрения (поглощения) их молекул в катоды, т. е. в результате первого механизма откачки, является основным фактором, способствующим общим механизмам откачки. Ионы нейтрализуются на поверхности и проникают на микрон или меньше. Участок соударения ионов — это центральная часть катодов, при этом она уменьшается по мере того, как давление падает ниже диапазона 10^{-6} мм рт. ст., охватывая 20% или меньше катода. Отсюда объем катодов, в который внедряются атомы, ограничен, внедрившиеся атомы всех газов, за исключением водорода, остаются неподвижными. В случае продолжения откачки концентрация внедрившихся атомов газа в зоне удара стабильно увеличивается и, таким образом, эти атомы становятся увеличивающейся фракцией распыленного вещества. При постоянном притоке газа скорость повторного распыления газа приближается к его скорости поглощения, и в стабильном состоянии в результате этого процесса чистой откачки происходить *не будет*. Время, которое необходимо для достижения стабильного состоя-

ния, не является точно определенным, но составляет около нескольких часов при давлении в диапазоне 10^{-6} мм рт. ст. Очевидно, что высокая первоначальная быстрота откачки в насосе с новыми катодами будет уменьшаться и приближаться к равновесной.

Описанный процесс является причиной важной проблемы, присущей диодному электро-разрядному насосу. Это эффект памяти. Распыление с катодов высвобождает небольшие количества ранее откачанных газов, объясняя тем самым присутствие примесей в вакуумной камере, которые могут быть весьма неожиданными, в особенности когда предыдущая история откачки ионного насоса неизвестна. Такие примеси, конечно, являются более значимыми в среде сверхвысокого вакуума с низким загрязнением. Примеси будут наиболее преобладающими всякий раз, когда система откачивается в первый раз, поскольку первоначальное более высокое рабочее давление приводит к более высокой скорости распыления с катодов. Если откачка продолжается под относительно высоким давлением, примеси быстро исчезают, заменяясь на новый газ, откачка которого производится. Однако в более типичных условиях эксплуатации системы сверхвысокого вакуума приток газа не сохраняется, поскольку по мере стабильного падения давления в направлении предельного рабочего уровня, ранее откачанные виды веществ в катодах полностью не вытесняются, оставаясь реактивным источником примесей.

Вторая проблема *диодного* насоса касается откачки аргона. Этот газ имеет большое значение, поскольку часто используется в процессах распыления в самой вакуумной камере. Кроме того, низкий уровень аргона в атмосфере, ~ 7 мм рт. ст., может иногда создавать серьезные проблемы при откачке воздуха. Аргон не является химически реактивным газом и не может откачиваться посредством хемосорбции (т. е. посредством химической реакции на поверхности) на распыленной пленке титана. Единственным механизмом откачки является внедрение его атомов в любую поверхность, а в *новом* насосе таким местом являются катоды. То обстоятельство, что откачка аргона в диодном насосе с титановыми катодами ограничивается внедренными атомами, отражается в низкой скорости откачки, как правило, 1°C для данного газа по сравнению с быстротой откачки реактивных газов. Предыдущие опыты с диодным электро-разрядным насосом позволили обнаружить проблему при откачке аргона, как одного, так и в смесях [6].

После откачки критического количества аргона процесс откачки иногда резко прерывается быстрым выпуском аргона в систему, за которым следует возобновление откачки. После запуска этот процесс выброса повторяется с регулярным промежутком во времени. Очевидно, что чисто физическое удерживание аргона внутри катодов иногда достигает нестабильного уровня. Одним успешным решением нестабильности диодной откачки является замена одного из титановых катодов на танталовый¹, в результате чего создается так называемый дифференциальный ион или насос DI¹ [2]; такая замена также приводит к увеличению скорости откачки аргона до $\sim 20^\circ\text{C}$ скорости откачки реактивных газов. Безусловно, что если аргон является важной газовой нагрузкой в системе, следует рассматривать возможность использования насоса DI.

Объяснение механизма откачки аргона приведено в работе Жепсена [8], согласно которой эффективная откачка аргона происходит, когда ион аргона, огражденный от катода в каче-

¹ При значительных количествах водорода диффузия может быть более сложной. Смотрите развернутое изложение Уддша [3].

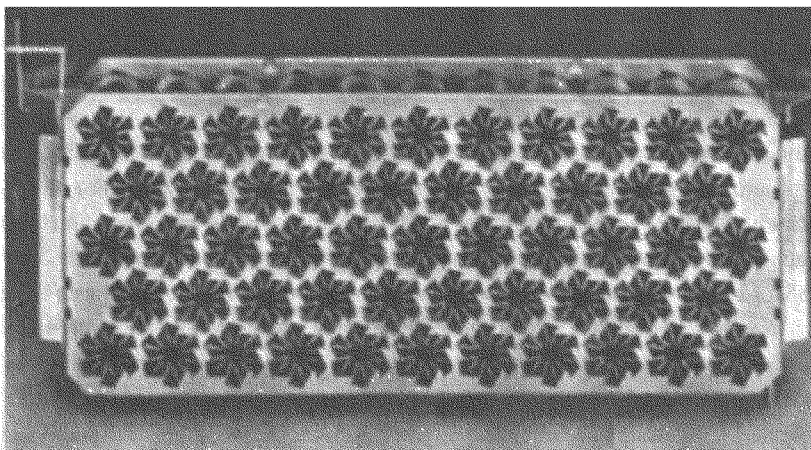


Рис. 2. Анод и катод с ячейками в форме StarCell триодного магнитного электроразрядного насоса, в котором обеспечена соосность ячеек катода и анода (источник: Varian Vacuum Products)

стве нейтрального атома, сохраняет значительную долю кинетической энергии падающего иона. Получившаяся таким образом энергетически нейтральная частица не испытывает на себе воздействия электрического и магнитного полей и может внедриться в любую поверхность насоса в пределах траектории удара иона. В отличие от центральных участков катодов, где происходит первоначальный удар иона, большинство поверхностей, имеющих для внедрения, не подвергаются ионной бомбардировке, и повторное распыление не представляет проблему. Такое внедрение усиливается последующим осаждением распыленного титана на «месте внедрения». Усиление откачки, создаваемое в результате использования танталового катода в насосе DI, является следствием более высокого соотношения атомной массы тантала/аргона ($181/40$) по сравнению с атомной массой титана/аргона ($48/40$), благодаря чему обеспечивается отражение значительно большей доли атомов аргона при более высоком уровне энергии. Гипотеза Джепсена была экспериментально подтверждена Вомероном и ДеБиазио [9].

Важным вариантом диодного насоса является введение второй пары электродов между элементом анода и стенкой насоса, так называемый триодный ионный насос [6,10]. Эти дополнительные электроды изготовлены из титана и образуют открытую конструкцию, имеющую форму «корзины для куриных яиц», сетки, полосы или StarCell [11]. На рис. 2 показан этот дополнительный электрод, имеющий геометрию StarCell. Эти электроды служат в качестве катода насоса, в то время как стенки насоса, обычно из нержавеющей стали, работают при потенциале анода (по причинам безопасности стенка насоса всегда должна быть заземлена; это означает, что полярность источника питания диодного насоса является обратной полярности триодного насоса). Преимущества триодной конструкции носят двоякий характер:

1. Ионы ударяются о сетку катода под небольшим углом, что приводит к более высокому коэффициенту распыления. Атомы катода в основном распыляются в направлении вперед и



осаждаются на стенку насоса. Поскольку стенка насоса поддерживается на уровне потенциала катода, любые ионы, проходящие *через* открытую конструкцию сетки катода, оказываются в поле замедляющего потенциала, которое заставляет их поворачивать обратно к катоду; у них нет достаточной энергии для того, чтобы достичь стенки насоса и, таким образом, они не вызывают повторное распыление с поверхности. По сравнению с диодным насосом выпуск ранее откачанного газа (эффект памяти) является незначительным.

2. Имеет место увеличение количества ионов, которые нейтрализуются и распыляются в направлении, противоположном геттеру, внедряясь в стенки насоса, где они впоследствии покрываются титаном. Быстрота откачки для аргона высокая, $\sim 30\%$ быстроты для азота.

Схема триодного насоса обеспечивает очень эффективное, стабильное откачивание аргона и других благородных газов таким образом, триодный насос представляет собой альтернативу насосу DI. Недостаток заключается в том, что во многих моделях общее количество титана, имеющегося для распыления, значительно ниже, чем в соответствующем диодном насосе. Следовательно, срок службы короче, а этот фактор следует учитывать, если необходимо откачивать значительные количества газов в течение продолжительных периодов, в частности как это имеет место при распылении. Особый интерес представляет откачка водорода, во-первых, потому что это один из наиболее распространенных газов в системах сверхвысокого вакуума, а во-вторых, из-за проблем, которые возникают в силу характеристик откачки этого газа. Откачка водорода очень эффективна при значениях давления выше $\sim 10^{-4}$ мм рт. ст. [12], и в сущности, все ионы водорода, ударяющиеся о катоды, откачиваются, по сравнению с $\sim 30\%$ -ной откачкой азота [12, 13]. Водород вначале образует твердый раствор в титане до тех пор, пока не будет достигнут предел растворимости, приблизительно равный 0,1 атом % [14]. Дополнительный водород образует стабильный гидрид, в конечном итоге достигающий состава TiH_2 . При работе на уровне давления ниже 10^{-5} мм рт. ст. скорость диффузии водорода в титан, даже при комнатной температуре, превышает скорость поступления ионов водорода. Следовательно, внедрившиеся атомы водорода диффундируют из точки удара, создавая более однородное распределение в катодах насоса¹.

Повторное распыление водорода от катодов большого значения не имеет до тех пор, пока не будут откачаны очень большие количества. По этой причине откачка водорода, «поглощенного» в катодах, остается важным механизмом потока газа на протяжении срока службы насоса, в отличие от ограниченного объема поглощения ионов остальных газов. На протяжении срока службы насоса сорбционная емкость по водороду значительно больше, чем по другим реактивным газам, поскольку водородом заполняется весь объем катода, в то время как другие реактивные газы преимущественно откачиваются посредством хемосорбции на поверхности распыленного материала, большая часть которого распыляется с относительно небольшой площади каждого катода. Следует отметить, что эффективность откачки водорода значительно уменьшается по мере того, как давление падает ниже 10^{-5} мм рт. ст. [14]. В этих диапазонах нужно использовать дополнительный насос, например титановый сублимационный и геттерный насос [15] (см. подраздел 2.7.4).

Водород также откачивается хемосорбцией на распыленном титане или гафтане, и сразу же после адсорбции происходит диффузия в основной металл. Однако прочность связи во-

¹ Дифференциальный ионный насос был внедрен Ультеком под торговой маркой Насос Ультек D-I. Для удобства мы будем называть его насосом DI.

дород—титан значительно слабее связи других реактивных газов, включая азот и кислород, и хемосорбция водорода на поверхностях распыленного титана в значительной степени ингибируется в присутствии этих газов. Поверхность, покрытая мономолекулярным слоем азота, будет хемосорбировать очень малое количество водорода, эффективно блокируя диффузию водорода в основную массу титана [12]. По этой причине откачка водорода в присутствии других реактивных газов преимущественно зависит от захоронения ионов водорода в титановом катоде. Эти факторы объясняют дальнейшее усложнение откачки водорода. В необычном состоянии откачки *чистого* водорода [12, 13] *поверхности* титанового катода все больше и больше очищаются по мере того, как поверхностный слой газов, в частности таких, как азот, исчезает в результате распыления, позволяя *молекулам* водорода вначале хемосорбироваться на атомно чистой поверхности, а затем диффундировать в виде атомов в титан. Это прямое поглощение молекул увеличивает эффективную быстроту откачки на коэффициент 3, и увеличение скорости откачки сохраняется, когда источник питания выключается. Быстрота откачки медленно уменьшается по мере того, как поверхность покрывается другими хемосорбированными газами. Эта усиленная откачка водорода происходит автоматически после нескольких часов откачки чистого водорода под давлением, находящимся в верхнем диапазоне 10^{-6} мм рт. ст. Это также может быть достигнуто посредством откачки аргона в насосе в течение относительно короткого периода времени [13]. Аргон имеет значительно более высокий коэффициент распыления по сравнению с водородом, быстрее очищает поверхность. Кроме этого, аргон не адсорбируется и тем самым оставляет атомно чистую поверхность.

Образование гидрида титана посредством продолжительной откачки водорода вызывает значительное расширение решетки с сильным растрескиванием [13] и короблением катодов, что в конечном итоге может приводить к короткому замыканию с анодом. Для работы с водородом было решено использовать значительно более толстые титановые катоды для увеличения емкости по водороду и свести к минимуму коробление. В настоящее время более распространенным решением вопроса откачки больших количеств водорода является использование в качестве дополнительного геттерного насоса с нераспыляемым геттером, который устанавливают либо внутри, либо снаружи магнитного электроразрядного насоса. Геттерные насосы с нераспыляемым геттером рассматриваются в подразделе 2.7.4.4.

Однако остается еще одна проблема, связанная с водородом, который невозможно откачать с помощью геттерного насоса. Катоды загрязняются водородом в результате откачки водорода или воды. Откачка водорода — это реверсируемый (обратимый) процесс, из-за низкой связывающей энергии этого газа, который можно выделить из катодов за счет увеличения температуры. При 25°C гидрид титана характеризуется давлением диссоциации порядка 10^{-12} мм рт. ст., но оно увеличивается до ~ 1 мм рт. ст. при 400°C . Очевидно, что можно удалять водород из катодов контролируемым образом посредством термической обработки при 400°C , однако тот же самый процесс может неожиданно произойти при запуске диодного насоса после воздействия на него атмосферного давления. Если насос запускается, когда давление выше $\sim 10^{-3}$ мм рт. ст., инициируется разряд свечения, вызывая увеличение газовыделения, и давление будет быстро увеличиваться, если форвакуумная система не обеспечит адекватной скорости откачки. Мощность насоса на этом этапе запуска очень высокая: стенки насоса становятся опасно горячими для прикосновения, отмечались внутренние температуры 500 и 900°C [16, 17]. Такие условия инициируют быстрое образование водорода на катодах, дальнейшее увели-

чение давления, и откачка «зависает». Большую часть неприятностей, вызываемых во время откачки, можно избежать, если насос будет подвергаться форвакуумированию значительно ниже уровня 10^{-3} мм рт. ст. до включения подачи питания насоса. В этом диапазоне давления сразу же устанавливается ограниченный разряд Пеннинга, предотвращается газовыделение на стенках, спровоцированное разрядом свечения, и сразу же начинается сорбционно-ионная откачка. Обратите внимание на то, что пусковые проблемы сокращаются в результате использования триодного насоса вместо диодного, поскольку распределение потенциала предотвращает бомбардировку стенки насоса, так что отсутствует газовыделение [16].

Еще один класс газов, который нужно учесть, — это органические соединения, включая углеводороды. Они представляют собой примесь, являющуюся предметом большого беспокойства в определенных системах. Органические соединения с более высокой молекулярной массой подвергаются диссоциации, осаждая инертный углерод, в то время как водород закачивается в катоды [18]. Метан, являющийся примесью, обнаруживаемой в большинстве систем сверхвысокого вакуума, откачивается очень эффективно, но откачка прекращается сразу же, когда выключается питание насоса, в то время как другие химически реактивные газы продолжают поглощаться в распыленных отложениях титана до тех пор, пока поверхность не будет полностью покрыта адсорбированным газом. Метан не хемосорбируется титаном или танталом и должен подвергаться разложению под действием бомбардировки электронами, прежде чем может произойти откачка. Неясно, завершается ли разложение после осаждения углерода. Неожиданно большая роль метана в качестве основного остаточного газа при выключенном насосе может создать ложное впечатление о скорости генерации этого газа в вакуумной системе. Имеются многочисленные подтверждения того, что метан может производиться в самом электроразрядном насосе [19] или на горячем титановом геттере [20]. Однако не следует делать вывод о том, что метан является универсальной примесью в системах электрофизической откачки: попытка продемонстрировать его производство в электроразрядном насосе путем откачки водорода в пределах широкого диапазона давления успеха не имела [21]. Единственным регистрируемым источником метана в этой конкретной системе был ионизационный вакуумметр Баярда — Альперта, и метан исчезал, если вакуумметр отключался.

2.7.3.2. Конструкция магнитных электроразрядных насосов

Описанный выше одноэлементный электроразрядный насос обеспечивает номинальную быстроту действия (как правило, измеряемую для азота при давлении приблизительно 10^{-6} мм рт. ст.), равную приблизительно 0,25 л/с, подходящую только для очень малых газовых потоков, например из герметизированных электронных устройств. Для того чтобы обеспечить более высокую быстроту действия, насос должен состоять из нескольких элементов. Первый коммерческий насос был рассчитан на 8 л/с и содержал конструкцию анода типа «лотка для куриных яиц», состоящую из 36 квадратных ячеек по 13 мм шириной и 13 мм глубиной [2]. Схема этого насоса показана на рис. 3. Насос установлен между полюсами массивного магнита в виде подковы из магнитного сплава альнико, который характеризуется высокой напряженностью периферийного магнитного поля ($\sim 0,02$ тесла на расстоянии 2 см от корпуса насоса), ограничивающей его использование в некоторых видах применения. В более новой модели данного насоса используется компактный ферромагнит в сборе, характеризующийся блуждающими магнитными полями с очень низкой напряженностью (на уровне магнитного поля

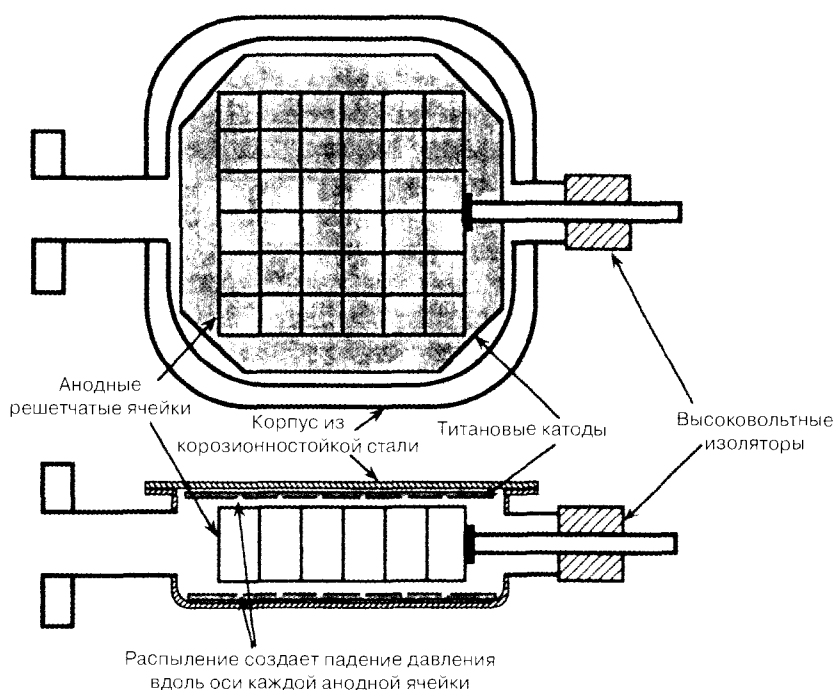


Рис. 3. Схема первого магнитного электроразрядного насоса

земли на расстоянии 2 см от корпуса насоса). Для насосов с быстротой действия до нескольких литров в секунду анодные ячейки компактно распределены в нескольких модулях откачки, они занимают минимум места в целях эффективного использования магнитного поля. Поскольку объем, имеющийся для выпуска, влияет на быстроту действия, он должен быть максимальным, насколько это возможно. Интервал между элементами анода и катода сохраняется небольшим, но-прежнему обеспечивая при этом достаточную проводимость для потока газа между установочным фланцем и каждым модулем откачки в целях оптимизации быстроты действия [22]. В ранних конструкциях насоса обычно использовались магниты из магнитного сплава альнико, которые позволяли насосам подвергаться термической обработке при температуре около 400 °С при установленном магните; в некоторых конструкциях магниты были установлены внутри и удалять их было нельзя. В современных конструкциях используются ферромагниты, которые могут подвергаться термической обработке при ~350 °С, в результате чего внешние блуждающие поля были значительно уменьшены. Используются также самарнево-кобальтовые магниты, позволяющие проводить термическую обработку при максимальной температуре ~250 °С.

Большие магниты, необходимые для создания полей свыше 0,1 тесла, создают значительные силы между магнитными элементами, поэтому к их разборке следует относиться очень внимательно. Большинство магнитных конструкций размещаются вне вакуумной оболочки насоса, хотя в некоторых ранних конструкциях магниты размещались в герметично запаянных контейнерах (для обеспечения низких скоростей газовой выделенности) внутри вакуумного объема. Напряженность поля магнитов не всегда соответствует спецификации и должна уточняться, если быстрота действия кажется низкой.

Анодные конструкции в оригинальных коммерческих насосах изготавливались из титановой полосы, однако в более поздних моделях, по всей видимости, повсеместно использовалась нержавеющая сталь. В катодах первых диодных насосов использовались титановые пластины толщиной 3,2 мм, но их заменили на лист 1,6 мм или более тонкий. В моделях, специально предназначенных для откачки водорода, сохраняется первоначальная толщина титанового теттера. В насосе DI титановый катод обычно имеет толщину 1,02 мм. Титановые катоды в триодных насосах имеют ячейки различной формы, начиная от простой сетки до сложных ячеек в форме StarCell.

Во многих триодах количество титана, которое может распыляться, прежде чем будет нарушена целостность катода, меньше количества титана в катодах диода. Однако следует подчеркнуть, что срок службы даже самых тяжелых элементов анода ограничен, и не так уж редко можно встретить катод, распыляемый в центре участка разрядного удара. Это происходит в насосах, которые эксплуатировались при давлении, значительно превышающем диапазон давления сверхвысокого вакуума в течение продолжительных периодов. Если распыление будет продолжаться и после отказа катода, в стенке насоса в конечном итоге появится небольшая утечка.

Изоляторы, используемые в насосе, должны быть защищены от короткого замыкания, вызванного распыленными катодными металлическими пленками. Как правило, это требует только экранирования линии обзора для работы при низком давлении, для которой и предназначаются данные насосы.

2.7.3.3. Быстрота откачки магнитных электроразрядных насосов

Изменение быстроты действия магнитного электроразрядного насоса — это очень сложная функция, зависящая от вида газа, давления и времени. Типичные рабочие характеристики откачки некоторых газов приведены в таблице 1. Обратите внимание на значительное различие, во-первых, между стандартными моделями и моделями DI диодных насосов и, во-вторых, моделями триодных насосов. Быстрота действия часто измеряется при тех давлениях, при которых быстрота является максимальной в диапазоне от 10^{-6} до 10^{-7} мм рт. ст.

Мы уже отмечали, что быстрота действия нового (т. е. не использовавшегося еще насоса) в большой степени (30—40 %) связана с внедрением ионов в катоды, и что эта доля будет уменьшаться по мере того, как участок бомбардировки будет насыщаться откачанным газом. В последние годы в спецификациях насосов указывается потенциальная величина этого падения

Таблица 1. Быстрота действия (л/с) для диодных и триодных магнитных электроразрядных насосов

Газ	Диод	Триод
H ₂	270*	210
N ₂	100*	100
O ₂	60*	60
H ₂ O	100*	100
CH ₄	90*	90
Ar	1 (20)**	30
He	10 (25)**	30

* Диодный электроразрядный насос с титановыми катодами.

** Дифференциальный электроразрядный насос с титановыми и танталовыми катодами.

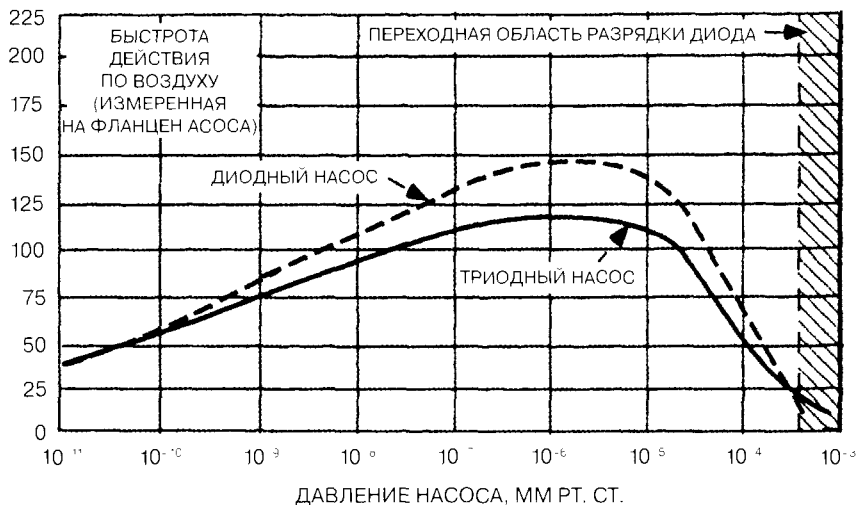


Рис. 4. Зависимость скорости действия (произвольные единицы) диодных и триодных магнитных электроразрядных насосов от давления (источник: Varian Vacuum Products)

быстроты действия, которое будет происходить в течение нескольких часов после запуска насоса, если газовая нагрузка будет сохраняться на высоком уровне, скажем, в диапазоне давления 10^{-6} мм рт. ст., или может продолжаться в виде медленного уменьшения в течение нескольких лет, если откачка преимущественно производится в диапазоне сверхвысокого вакуума.

Еще большее значение имеет значительное уменьшение скорости действия электроразрядного насоса, которое происходит по мере падения давления. Оно является результатом уменьшения плотности электронов, сохраняющегося в объеме анода каждого элемента насоса. В первых конструкциях насоса, когда круглые элементы анода имели диаметр около 13 мм или представляли собой квадрат со стороной 13 мм, скорость действия по азоту при 10^{-8} мм рт. ст. составляла только 10% скорости действия при 10^{-5} мм рт. ст. Увеличение диаметра анодных элементов до 19 мм значительно улучшило работу в режиме низкого давления: скорость действия падала относительно стабильно до 50% с уменьшением давления до 10^{-10} мм рт. ст. На рис. 4 показаны типичные рабочие характеристики насоса (кривые зависимости скорости действия от давления) как для диодного, так и для триодного насосов. Когда для диодного и триодного насосов используется общий корпус и магнит, в триоде должен стоять анод меньшей длины, чтобы оставить пространство для вставки дополнительной конструкции распыляемого катода. В результате получают меньшую скорость действия каждого индивидуального элемента: в некоторых случаях компенсация обеспечивается уменьшением диаметра анодных элементов в элементах триода для размещения большего количества элементов; это изменение вызывает некоторое уменьшение скорости действия при очень низких значениях давления по сравнению со скоростью действия соответствующего диодного насоса.

При рассмотрении скорости действия следует высказать предостережение. Как правило, значения скорости действия измеряются в условиях стабильного состояния при откачке азота. Конкретные величины скорости откачки большинства газов могут иметь различные значения, но следуют одной и той же динамике, как и динамика азота при измерении в стабильном состоянии. Мы уже видели, что чистый водород — это исключение, поскольку падение бы-

строты откачки при низких значениях давления происходит раньше, чем для других газов, а при высоком давлении наблюдается большая быстрота откачки, если происходит поглощение молекул геттером. Но имеют место также и зависящие от времени изменения быстроты откачки для всех газов, когда скорость потока газа внезапно изменяется; кроме того, также имеются синергетические эффекты в случае смеси нескольких газов. Быстрота действия магнитного электроразрядного насоса для отдельных газов четко не определена, что является резким отличием от работы турбомолекулярного, крионасоса и диффузионного насосов. Если эксплуатация насосных систем электроразрядного типа требует хорошо определенной быстроты действия по каждому газу, нужно использовать насос с ограничением проводимости, чтобы эффективная быстрота откачки определялась величиной проводимости, а не самим насосом.

2.7.3.4. Срок службы магнитных электроразрядных насосов

Номинальный срок службы магнитного электроразрядного насоса ограничен количеством титана или тантала, которое может распыляться, прежде чем будут разрушены катоды. В диодном насосе это происходит, когда катоды распыляются насквозь в участках соударения ионов, расположенных вдоль оси каждого анодного элемента. В триоде оно достигается, когда катоды начинают распадаться, часто вызывая при этом электрическое короткое замыкание в насосе. Скорость распыления пропорциональна рабочему давлению, обеспечивая, например, номинальный срок службы до 60 000 часов при 10^{-6} мм рт. ст. Это означает срок службы, равный всего лишь 600 часам при 10^{-4} мм рт. ст.; очевидно, что непрерывная эксплуатация насоса в этом диапазоне давления является нецелесообразной. На другом конце шкалы можно ожидать очень продолжительный срок службы при эксплуатации при 10^{-10} мм рт. ст. Факторы, приводящие к сокращению срока службы, включают отслоение распыленных пленок со стенок насоса, приводящее к электрическим коротким замыканиям, а также рост усев на электродах, приводящий к локализованным разрядам, когда усевы служат в качестве источников электронной эмиссии. Отслоение происходит из-за плохого соединения титановой пленки со стенками насоса или с находящимися под ней слоями титана. Такой отказ редко происходит в насосе, который эксплуатируется непрерывно в состоянии сверхвысокого вакуума, но является широко распространенным в насосах, которые работают с частыми циклами от атмосферного давления. Во действии атмосферы позволяет хемосорбции происходить на поверхности титана, за которой следует физическая адсорбция, в особенности водного пара. При последующей откачке хемосорбированные слои никогда не удаляются, а поглощенная вода полностью удалиться не может при отсутствии термической обработки. Загрязненная поверхность распыленного отложения обеспечивает всего лишь слабое соединение последующих отложений титана, приводя к отслоению.

2.7.3.5. Измерение давления с помощью магнитных электроразрядных насосов

В ионном насосе ионный ток обеспечивает непрерывную меру давления в самом насосе, поэтому служит для наблюдения за общей эффективностью работы системы. Не всегда можно получить точные показания давления, в особенности в нижнем диапазоне. Это в особенности является проблемой в триодных электроразрядных насосах, где токи эмиссии поля имеют достаточно большую величину для того, чтобы нейтрализовать токи ионов, обеспечивающие показание давления. Пьерини и Дольчинио [23] считают, что эта эмиссия поля является следствием острых кромок, оставленных на катодах распыления обычными технологиями производства, и они доказали, что катоды, произведенные с помощью технологии электрической эрозии (рис. 2), име-

ют очень низкие токи утечки. Вопрос о том, насколько хорошо данная улучшенная эффективность работы будет сохраняться на протяжении срока службы насоса, не изучался. Хотя измерение давления поппным насосом является полезным, следует подчеркнуть, что во многих случаях оно не является адекватной заменой измерения давления в самой вакуумной камере с помощью поппного вакуумметра или анализатора парциального давления.

2.7.3.6. Практическое применение магнитных электроразрядных насосов

Магнитные электроразрядные насосы идеально подходят для применения в камерах сверхвысокого вакуума, где чистота имеет первоочередное значение и где на протяжении продолжительных периодов времени необходимо поддерживать очень низкие значения давления. В этих условиях насосы обеспечивают высокую надежность и стабильную эксплуатацию с продолжительным сроком службы. Термическая обработка всей системы, включая поппный насос, обеспечивает быструю дегазацию и достижение предельного остаточного давления системы в течение одного или двух дней (в зависимости от температуры термической обработки). Первоочередное значение имеет тот факт, что эксплуатация системы является практически бесперебойной при изоляции системы от атмосферы; например, полностью металлическая термическая система, оставшаяся без работы насоса свыше одного года, откачивалась до предельного остаточного давления в диапазоне 10^{-9} мм рт. ст. в течение нескольких часов после включения магнитного электроразрядного насоса.

При низких значениях давления магнитные электроразрядные насосы требуют очень малую мощность для работы, и их использование на портативных системах с помощью батарейного источника питания представляется вполне реальным. Магнитные электроразрядные насосы также находят широкое применение в ускорителях частиц и кольцевых накопителях электронов, где они должны надежно поддерживать значения давления, равные 10^{-10} мм рт. ст. или меньше в вакуумных камерах, длина которых может составлять несколько километров. В некоторых случаях элементы насоса вставляются в вакуумную камеру и работают в высоких магнитных полях самого устройства. Распределительные насосные системы являются особенно целесообразными в тех случаях, когда вакуумная камера является очень длинной, но маленькой по диаметру трубки, где проводимость трубки является настолько низкой, что точки откачки должны быть относительно близкими друг к другу.

Магнитные электроразрядные насосы *не* достаточно хорошо подходят для использования в системах, работающих в течение продолжительных периодов с высоким потоком газа под давлением в диапазоне 10^{-5} мм рт. ст. или выше, или там, где имеет место значительный поток органических веществ. В этих случаях применение турбомолекулярного или крионасоса было бы более целесообразным.

2.7.3.7. Создание предварительного разрежения для магнитных электроразрядных насосов

В любой системе сверхвысокого вакуума успешная работа зависит от сборки чистой вакуумной системы и поддержания этой чистоты в течение первоначальной откачки системы перед запуском магнитного электроразрядного насоса. В целях облегчения простоты запуска рекомендуется создавать предварительное разрежение до давления 10^{-3} мм рт. ст. или ниже перед запуском поппных магнитных электроразрядных насосов. Этим обеспечивается то, что разряд в насосе будет инициироваться в ограниченном режиме Пеннинга вместо неограниченного разряда свечения. Преимущество заключается в том, что сразу начинают действовать нормальные механизмы откачки, обеспечивающие быстрый запуск и допускающие незамедли-



тельную изоляцию от системы форвакуумирования. Когда разряд свечения (тлеющий разряд) инициируется путем запуска насоса при более высоких значениях давления, он обеспечивает неадекватную откачку, а вместо этого происходит сильное газовыделение, и тлеющий разряд может распространиться далеко за пределы объема насоса. Это происходит потому, что стенка диодного насоса, а от нее и стенки остальной части любой металлической вакуумной камеры, на которую он установлен, служат в качестве катода и подвергаются бомбардировке ионов. Развивается значительное газовыделение, которое имеет свои плюсы в том смысле, что приводит очистку насоса, однако газовыделение часто вызывает перегрузку форвакуумного насоса, и по мере повышения давления тлеющий разряд усиливается. Увеличение мощности, рассеиваемой в насосе, заставляет температуру катода электроразрядного насоса быстро повышаться. Отмечались температуры катода выше 400 °C, приводящие к диссоциации гидроксида титана, быстрому высвобождению водорода, что приводило к еще большей нагрузке на систему форвакуумирования. Количества водорода, о которых идет речь, могут быть большими в насосах, находившихся в эксплуатации продолжительное время, в особенности в тех, которые часто выполняли циклическую откачку от атмосферного давления (с последующим воздействием влаги). Давление запуска для триодного насоса не имеет столь критического значения, как для диодного насоса [16], поскольку любой тлеющий разряд ограничивается корпусом насоса; стенки насоса работают при анодном потенциале и не подвергаются бомбардировке ионов, тем самым ограничивая газовыделение.

С практической точки зрения, если давление форвакуумирования начинает увеличиваться, когда включается питание диодного насоса, не следует ждать более 1–2 минут, прежде чем выключить питание, иначе корпус насоса станет крайне горячим. При выключенном электропитании насоса нужно продолжать форвакуумирование до тех пор, пока насос не охладится, и только тогда следует перезапустить насос, но только после падения давления ниже того уровня, при котором насос был первоначально запущен.

Механический насос с масляным уплотнением может легко достичь давления, необходимого для запуска электроразрядного насоса, но при 10^{-3} мм рт. ст. форвакуумная линия обычно будет находиться в области свободного молекулярного потока, допуская обратный поток масла насоса в систему сверхвысокого вакуума. Применение эффективной ловушки форвакуумной линии будет минимизировать загрязнение масла при условии, что ловушка содержится в хорошем состоянии и регенерируется по мере необходимости. К сожалению, трудно установить какой-либо простой способ определения, когда необходима регенерация, не прибегая к использованию масс-спектрометра для поиска присутствия масла в ловушке на стороне системы. Полезный срок службы ловушки зависит от слишком многих факторов, и рекомендуется консервативный подход. Для того, чтобы быть уверенным в максимальной эффективности работы ловушки, рассмотрите возможность регенерации ловушки непосредственно перед каждым использованием; это не особенно обременительно, потому что многие системы сверхвысокого вакуума весьма редко включают циклы выхода на атмосферное давление. Интересная методика была предложена Сантлером [24] с использованием системы, аналогичной той, которая показана на рис. 5. Всякий раз, когда запускается механический насос, форвакуумная линия поддерживает давление для поддержания вязкостного потока¹, например с помо-

¹ Вязкостный поток будет преобладать до тех пор, пока $P > 0,45/D$, где P — это давление в Торр, а D — это внутренний диаметр форвакуумной линии в сантиметрах.

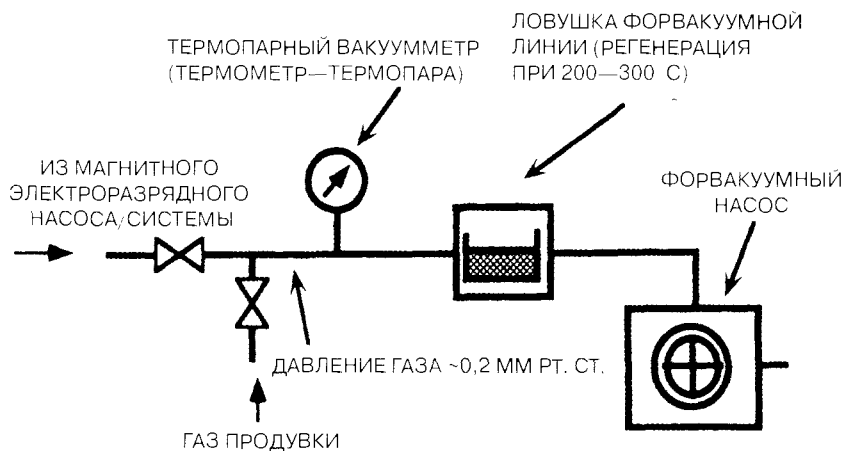


Рис. 5. Использование ловушки в форвакуумной линии с системой продувки газом для форвакуумирования магнитного электроразрядного насоса

стью продувки сухим азотом, выпускаемым со стороны низкого давления Molecular Sieve (синтетического цеолита), или ловушки форвакуумной линии, заполненной активированным глиноземом. В этом состоянии обратный поток масла из механического насоса подавляется, и ловушка форвакуумной линии остается чистой. Магнитный электроразрядный насос первоначально форвакуумируется потоком газа продувки, и как только будет достигнуто равновесие, продувка прекращается, позволяя механическому насосу выполнить откачку до своего базового давления под защитой фактически незагрязненной ловушки форвакуумной линии. После запуска магнитный электроразрядный насос изолируется от форвакуумного насоса, продувка газом восстанавливается, еще раз подавляя обратный поток масла и поддерживая ловушку форвакуумной линии в чистом состоянии. Механический насос можно затем провентилировать, выключить и оставить под атмосферным давлением до тех пор, пока он не будет необходим снова. С помощью этой процедуры период времени между следующими друг за другом регенерациями ловушки форвакуумной линии может быть действительно очень продолжительным. Обратите также внимание на то, что продувка газом должна обязательно использоваться во время термообработки ловушки форвакуумной линии для регенерации, таким образом предотвращая любую опасность загрязнения маслом со стороны низкого давления ловушки.

Так называемые «сухие» насосы, работающие без использования масла, являются альтернативой механическому насосу с масляным уплотнением. В настоящее время существуют спиральные насосы со значениями предельного остаточного давления, находящимися в области 10^{-3} мм рт. ст. Однако в комбинациях следует использовать другие типы «сухих» насосов, например диафрагменный насос, оказывающий поддержку молекулярному высоковакуумному насосу для достижения удовлетворительных низких значений давления. На установках с несколькими насосами для форвакуумирования часто используется должным образом управляемая система турбомолекулярного насоса. Однако это часто бывает экономически нецелесообразно на объектах, где используется только один или два ионных насоса. В этих случаях классической сверхчистой технологией форвакуумирования является использование сорбционного насоса.

Сорбционный насос — это просто вакуумный сосуд, содержащий адсорбент с очень большой площадью поверхности, который может охлаждаться до температуры жидкого азота. После охлаждения адсорбент физически адсорбирует большое количество атмосферного газа, обеспечивая чистое откачивание для магнитного электроразрядного насоса и вакуумной системы. Широко используемым адсорбентом является синтетический цеолит или Molecular Sieve («молекулярное сито»), атомная структура которого содержит однородные внутренние поры, имеющие внутренний диаметр, измеряемый в ангстремах. Может также использоваться адсорбент в виде активированного глинозема. Типичный насос может содержать площадь поверхности, равную нескольким сотням гектаров, и сорбционную емкость порядка 10^5 мм рт. ст.-л. Поэтому один насос может уменьшить давление в 100-литровой системе ниже 0,1 мм рт. ст. Адсорбция — это функция температуры и парциального давления конкретного откачиваемого газа. Это обратимый процесс, и насос регенерируют просто нагреванием до температуры окружающей среды вентилированием десорбированного газа в атмосферу. Вся процедура повторяется, когда требуется. Если важно, чтобы форвакуумирование было быстрым, может устанавливаться несколько предварительно охлажденных насосов во избежание задержки, вносимой процессом регенерации. Следует подчеркнуть, что насыщенный насос содержит достаточно газа для получения давления, измеряемого многими атмосферами в объеме насоса при прогреве, кроме этого, обязательно требуется предусмотреть перепускной клапан давления для предотвращения избыточного давления во время как повседневной, так и случайной (аварийной) регенерации.

Хотя принцип работы сорбционного насоса очень простой, для достижения значений давления ниже 10^{-3} мм рт. ст. необходим специфичный рабочий режим. Причина заключается в том, что хотя большинство газов в атмосфере сильно адсорбируются на поверхностях при температуре жидкого азота, обеспечивая значения давления равновесия гораздо ниже диапазона 10^{-4} мм рт. ст., три широко распространенных газа — гелий, водород и неон — не подвергаются эффективной физической адсорбции. Эти газы присутствуют в атмосфере при общем давлении $\sim 2 \cdot 10^{-2}$ мм рт. ст., и даже если регенерированный сорбционный насос используется для откачки камеры до состояния равновесия, намного более 50% этих трех газов будет оставаться в газовой фазе. Следовательно, предельное давление будет оставаться в верхней области, 10^{-3} мм рт. ст., т. е. слишком высоким для того, чтобы благополучно запустить долго используемый диодный насос. К счастью, с помощью простой процедуры можно удалить большую часть этих газов. Когда первый сорбционный насос открывается в вакуумную камеру при атмосферном давлении, поток газа из камеры в насос будет в режиме вязкостного потока и, как правило, будет продолжать находиться в этом состоянии до тех пор, пока давление в форвакуумной линии не упадет до нескольких десятых мм рт. ст. В режиме вязкостного потока *все* компоненты атмосферы вовлекаются в насос, и вязкостный поток газа будет предотвращать диффузию любого не захваченного в ловушку газа против течения и утечку его из насоса. Короче говоря, любые молекулы неона, гелия и водорода в объеме насоса будут захватываться ловушкой, *пока насос не будет выключен клапаном и режим вязкостного потока не станет снова доминирующим*. Если используется первый раунд сорбционной откачки для предварительного разрежения камеры только до 7,6 мм рт. ст., тогда приблизительно 7,6/760 или 1% не захваченных ловушкой газов будет оставаться в вакуумной камере, что эквивалентно общему давлению этих газов $\sim 2 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст. Тогда могут использоваться последующие стадии сорбционной откачки для уменьшения давления оставшихся *адсорбированных* газов до необходимого уровня.

Сорбционная откачка — это по своей сути чистая технология форвакуумирования. Она является относительно громоздкой, но быстрота действия типичного насоса составляет порядка 5 л/с, т. е. является близкой к быстроте действия механического насоса 280 л/мин. На практике система сверхвысокого вакуума редко вентилируется в атмосферу, и с громоздкостью процедуры обычно можно смириться, если это происходит с интервалом в несколько месяцев! Если какое-либо количество порошка цеолита попадает в вакуумную камеру, порошок может привести в состояние хаоса уплотнительные поверхности любых полностью металлических клапанов, однако данную проблему можно предотвратить при условии соответствующего обращения с насосами.

2.7.3.8. Запуск и работа магнитных электроразрядных насосов

Для большинства систем сверхвысокого вакуума термическая обработка вакуумной камеры выполняется с помощью магнитного электроразрядного насоса в качестве единственного насоса, и попытки полностью дегазировать сам насос не предпринимаются. Насос работает в относительно теплом состоянии во время пуска, обеспечивая определенную степень дегазации, а теплота, связанная с термообработкой остальной части системы, приводит к некоторому дальнейшему повышению температуры насоса. Если в разумно короткий период времени требуется минимально возможное давление системы, весь насос и вакуумная камера могут быть одновременно подвергнуты термической обработке с помощью дополнительной системы откачки, чья чистота является зеркальным отражением чистоты, желательной в системе сверхвысокого вакуума. Если термическая обработка требует температуры выше 250 °C, возможно, придется удалить магниты и высоковольтный кабель питания. В нижеприведенном изложении мы исходим из того, что только вакуумная камера будет подвергаться термической обработке, используя при этом в качестве насоса магнитный электроразрядный насос.

Как только магнитный электроразрядный насос будет форвакуумирован, насос можно включить. При максимально высоком рабочем давлении $\sim 10^{-3}$ мм рт. ст. электрический импеданс насоса очень низкий, и будут идти крайне большие токи, если источник питания поддерживает напряжение в киловольтном диапазоне. Это может привести к серьезным повреждениям насоса. Источники питания специально конструируются таким образом, чтобы ограничить имеющуюся мощность. Напряжение и ток резко ограничиваются, следовательно, быстрота действия первоначально очень низкая. Если давление начинает падать, когда включен электроразрядный насос, форвакуумный насос может быть незамедлительно выключен клапаном, при этом действия предпринимаются достаточно медленно для того, чтобы убедиться, что давление продолжает падать по мере того, как быстрота действия форвакуумного насоса уменьшается. Когда давление продолжает падать, напряжение источника питания магнитного электроразрядного насоса будет равномерно повышаться, достигая максимального, проектного уровня, когда давление будет равняться приблизительно 10^{-6} мм рт. ст. Если насос в хорошем состоянии, откачка будет проходить равномерно с быстротой, определяемой газовой нагрузкой из вакуумной системы. Если насос используется давно, можно обнаружить звук мгновенного электрического дугообразования, сопровождающийся «стоном», исходящим от источника питания, и внезапный всплеск давления. Дуги могут инициироваться на острых краях чешуек титана или усах на катодах. Расположение разрядов можно легко увидеть, если окно обеспечивает вид электродов насоса. Во многих случаях эпизоды дугообразования постепенно уменьшаются по мере падения давления, и насос работает удовлетворительно при рабочем давлении системы, однако дугообразование является предупреждением о том, что на-

сос должен быть подвергнут капитальному ремонту или замене при первой удобной возможности. В других случаях цепушка тигана может создать мостик между электродами в насосе, либо частично, либо полностью закоротив насос. Удар по боковой поверхности насоса может иногда решить проблему удовлетворительно, по крайней мере на временной основе, и эксплуатация может продолжаться без каких-либо проблем до следующего раза, когда система будет откачиваться после вентилирования в атмосферу.

Целесообразно в данном контексте отметить то преимущество, которое может быть обеспечено в результате постоянного вентилирования вакуумной камеры в атмосферу с помощью сухого газа, т. е. азота, который является наиболее распространенным вариантом. Этим минимизируется воздействие атмосферной влаги, которая будет адсорбироваться на стенках системы на глубину одного или более мономолекулярных слоев, при этом фактическая толщина зависит от влажности воздуха. Водяной пар всегда является последним удаляемым из камеры газом во время откачки и обычно является причиной медленного достижения предельного остаточного давления в вакуумной системе. Для получения максимального преимущества от азотного вентилирования нужно минимизировать время, в течение которого камера находится под действием атмосферы.

Как только давление в вакуумной системе упадет до 10^{-6} мм рт. ст., можно проводить термообработку вакуумной камеры. С этим связано незначительное число проблем, если допустить, что система свободна от течей. Основные подлежащие удалению газы — водяной пар, монооксид углерода и водород. Органические вещества, в частности метан, могут вполне генерироваться в насосе, однако скорость производства обычно незначительная, и она не должна воздействовать на соответствующую работу системы. Обычно манжеты не должны использоваться для уплотнения и герметизации атмосферы, а те уплотнения, которые используются в качестве внутренних уплотнений клапана, должны быть из Витона, Kalrez или полиимиды, являющихся термически стабильными материалами, допускающими термическую обработку приблизительно при 200, 250 и 300 °C соответственно.

Тип магнитного электроразрядного насоса, выбранный для новой вакуумной системы, будет зависеть от присутствующих в ней основных газов. Значения скорости откачки трех типов насосов для действия обычных газов приведены в табл. 1. Размер насоса должен подбираться с учетом производительности по каждому газу и скорости откачки для этого газа при рабочем давлении. Основными распространенными газами, вызывающими проблемы, являются аргон и водород. Опыт показывает, что откачка чистого аргона или аргонсодержащей смеси, например воздуха, может быть нестабильной. В некоторых исследованиях нестабильность откачки аргона возникала периодически, всякий раз, когда было откачено определенное количество газа. Как только начинаются колебания скорости действия, временной промежуток между следующими друг за другом колебаниями будет коротким при высокой производительности, но увеличится при снижении потока газа. Если в системе аргон будет использоваться постоянно, в качестве меры предосторожности следует выбрать самый надежный тип насоса. Диодный насос типа DI или насос с триодом Star Cell, вероятно, является наилучшим вариантом для откачки значительных количеств аргона, поскольку количество тигана в этих типах насоса значительно больше, чем в обычном триодном насосе, и поэтому можно ожидать большего срока эксплуатации.

Магнитные электроразрядные насосы являются очень эффективными для откачки водорода, за исключением режима работы с очень низким давлением, где скорость откачки водо-

рода может падать даже еще более резко, чем в случае других газов [14]. Серьезные проблемы возникают при откачке такого большого количества водорода, когда имеет место искажение электродов, например, при постоянных значениях давления в диапазоне 10^{-5} мм рт. ст. Созданы насосы, в которых используются катоды с большой толщиной титанового геттера, усиленного для того, чтобы противостоять короблению, и снабженного водяным охлаждением для предотвращения проблем диссоциации гидрида титана, которые могут происходить, если катоды развивают слишком высокую температуру во время работы в сильно нагруженном насосе. Одним дополнительным подходом для ограничения перегрева насоса при высоких водородных нагрузках является эксплуатация насоса при более низком напряжении (менее 4,8 кВ) [25]. Если необходимо использовать стандартные насосы, то следует отметить, что способность откачки водорода в танталовом катоде значительно меньше, чем в титановом, таким образом, обычный диодный насос с титановым катодом имеет вероятность работать лучше насоса DI, когда предполагаются *большие* значения потока водорода. Однако в настоящее время существуют геттерные насосы с великолепной способностью откачки водорода, и их, безусловно, следует иметь в виду в качестве дополнения к магнитному электроразрядному насосу; подобные геттерные насосы рассматриваются в подразделе 2.7.4.4.

Хотя магнитный электроразрядный насос является эффективным устройством общего назначения, он характеризуется относительно высокими капитальными вложениями и зачастую сочетается с относительно недорогим геттерным насосом, наиболее часто — титановым сублимационным насосом. Сублимационные насосы обеспечивают очень большую быстроту откачки реактивных газов, включая, например, кислород, азот, водород, монооксид углерода и водяной пар. Они особенно полезны для непрерывной работы в области сверхвысокого вакуума. Сублимационный насос может запускаться после того, как вакуумная камера достигла давления в диапазоне 10^{-6} мм рт. ст. или ниже, и может легко обеспечивать достаточную быстроту для уменьшения предельного остаточного давления системы на один порядок или более. Или же сублимационный насос может обеспечить резервную емкость откачки, когда необходимо ввести в вакуумную систему дополнительный приток реактивного газа. Характеристики сублимационных насосов описаны подробно в подразделе 2.7.4.

Для любого процесса, требующего поддержания очень низких значений давления и низких уровней органических примесей, магнитный электроразрядный насос обеспечивает отличную эффективность работы и продолжительный срок службы. Когда требуется, чтобы образцы перемещались между атмосферой и системой на регулярной основе, использование камеры с загрузочным шлюзом предотвращает любое вентилирование главной вакуумной камеры, позволяя сохранять большинство преимуществ, собственных этим насосам.

Если необходимо, чтобы система с магнитным электроразрядным насосом вентилировалась в атмосферу на регулярной основе, целесообразно было бы предусмотреть клапан для изоляции насоса от камеры, так чтобы его можно было бы оставить вакуумированным и даже работающим, в то время как камера вентилируется с помощью сухого азота. При дальнейшей доработке данного подхода вентилируемая вакуумная камера непрерывно продувается сухим азотом для минимизации внедрения воздуха в возможно большей степени: любые компоненты или образцы, добавляемые в систему, подвергаются предварительной термической обработке и поддерживаются в безупречно чистом состоянии. Такие жесткие меры могут обеспечить в результате гораздо более быструю откачку вакуумной камеры, ограничивая степень воздействия атмосферы и необходимость последующей жесткой термической обработки.

Работающий магнитный электроразрядный насос может генерировать обильный источник электронов и ионов во время первоначальной откачки, вызывая неожиданные процессы в системе, например ошибочные измерения давления поплавочным манометром. При более низких значениях давления насос может вводить электроны, ультрафиолетовую радиацию и рентгеновские лучи в вакуумную камеру. К счастью, если насос установлен или экранирован таким образом, что прямая линия обзора системы отсутствует, эти проблемы становятся незначительными. Дополнительной сложностью, вызываемой насосом, являются блуждающие магнитные поля; использование лучше изолированных магнитов в сборе свело эту проблему до относительно низкого уровня.

Источник питания насоса предназначается для конкретного размера насоса и должен ограничивать выходную мощность в условиях высокой нагрузки, которая преобладает во время пуска. Не рекомендуется заменять источник питания ни на более маленький, ни на больший источник питания без консультации с производителем. Рассеивание слишком большой энергии во время ранних стадий откачки могло бы привести к разрушительной перегрузке, а использование слишком низкого напряжения уменьшит быстроту действия насоса.

Нужно принять соответствующие меры предосторожности для обеспечения безопасности эксплуатации магнитного электроразрядного насоса из-за потенциально смертельных токов и напряжений, связанных с ним. Поврежденный силовой кабель не следует использовать ни в коем случае; кроме того, настоятельно рекомендуется предусмотреть независимое электрическое заземление для корпуса насоса (и для остальной части вакуумной камеры, если имеется какой-либо изолирующий барьер между насосом и камерой). Следует признать, что когда диодный насос запускается впервые, обильный глеющий разряд может распространиться в остальную часть вакуумной системы. Электроны могут преодолевать большие расстояния, и если в камере имеется какой-либо провод или конструкция, которая подсоединена к электрическому вводу, этот ввод не следует ни в коем случае оставлять электрически «плавающим». Он может накопить электрический заряд, который может быть достаточно высоким, чтобы при прикосновении вызвать болезненный электрический удар. *Требуется заземлить все неподсоединенные провода!*

2.7.3.9. Отыскание и устранение неисправностей, техническое обслуживание магнитных электроразрядных насосов

Поскольку в магнитном электроразрядном насосе нет движущихся деталей, существует всего лишь несколько общих проблем. Выход из строя источника питания — это относительно редкая неисправность. Большинство поставляемых насосов имеет автоматическую защиту от перегрузки, когда мощность, потребляемая насосом, превышает проектную величину, что, например, будет происходить, если всплеск давления выше 10^{-3} мм рт. ст. вызывает обильный глеющий разряд высокого тока. Когда насос запускается, эта защита от перегрузки должна быть выключена, но должна быть восстановлена, как только давление начнет падать, скажем, в диапазон 10^{-4} мм рт. ст. В насосе, который работает на пределе, мгновенные дуги внутри насоса могут приводить к включению защитной цепи, которая по этому должна быть оставлена включенной, когда возникают эти проблемы, однако следует внимательно следить за насосом на протяжении фазы пуска до тех пор, пока дугообразование не прекратится после падения давления на достаточную величину.

После продолжительного использования многие насосы приобретают усы, которые служат в качестве источников эмиссии поля для электронов в присутствии высоких электриче-

ских полей. Условия формирования этих усов определены нечетко, но они создают локализованные разряды, обеспечивая более высокие токи, чем это ожидалось. Присутствие разрядов может быть спрогнозировано путем сравнения давления в вакуумной камере с помощью ионизационного вакуумметра с давлением, показываемым током насоса. Когда насос работает нормально, указываемое им давление будет ниже давления в системе, но если появились локализованные разряды, то справедливо обратное. Разряды не обеспечивают достаточную откачку, и если потребление тока слишком высокое, они могут приводить к тому, что напряжение, приложенное к насосу, будет падать ниже своей проектной величины.

Две методики использовались для удаления усов в ионном насосе. Первая известна под названием Hi-Potting и представляет собой процедуру, широко применяемую в настройке высоковольтных вакуумных устройств. Она заключается в мгновенном приложении ограниченного по току потенциала порядка 20 кВ к насосу, находящемуся под вакуумом. Данная процедура позволяет удалить усы посредством бомбардировки ионами. Вторая процедура заключается в прогоне ионного насоса при давлении кислорода в диапазоне 10^{-5} — 10^{-6} мм рт. ст. в надежде разрушить усы посредством химической реакции. Данные процедуры не всегда бывают успешными и должны использоваться в качестве крайней меры, если невозможна замена насоса.

Уже упоминались проблемы, которые возникают из-за отслаивания толстых пленок титана со стенок насоса. Деннисон [26] пришел к выводу, что проблемы отслаивания в *сублимационных* насосах могут быть значительно сокращены, если применять термическую обработку после каждого воздействия атмосферы, которая, по всей видимости, удаляет адсорбированную воду. Термообработка является нереальной в случае магнитного электроразрядного насоса, если нельзя использовать дополнительную насосную систему, но только что приведенные меры предосторожности, заключающиеся в том, что необходимо либо оставить насос с выключенным клапаном во время вентилирования системы, либо вентилировать насос с помощью сухого азота, должны сократить проблемы отслаивания.

Когда присутствуют усы или чешуйки, они могут создавать короткое замыкание. Также если насос работал при высоких значениях давления, на высоковольтном вводе или изоляторах анода могут находиться пленки титана. Эффективность откачки обычно будет сокращаться, если проблемы электрической утечки вызывают и большее потребление тока от источника питания. В крайних случаях это может приводить к заметно низкому напряжению насоса, в то время как в других показание давления от тока насоса будет выше нормального. Проблему можно определить, если отсоединить источник питания и измерить электрическое сопротивление от высоковольтной клеммы до земли. Проверьте сопротивление обоими полюсами прибора, поскольку оно может быть низким в одном направлении и высоким в другом. Обратите внимание на то, что воздействие атмосферного давления на насосы часто будет резко увеличивать сопротивление, поэтому проверку сопротивления лучше всего делать, пока насос по-прежнему находится под вакуумом.

Серия резких ударов по боковой поверхности насоса иногда не позволяет устранить короткое замыкание, а усы можно удалить посредством только что описанных процедур. Во многих случаях, однако, насос следует либо заменить, либо очистить. Первая мера — это предпочтительное решение проблемы, если исходить из того, что имеются и время, и деньги, однако возможна и очистка прямо на месте *при условии принятия соответствующих мер предосторожности*. Подробности рекомендуемых методик можно найти в старых руководствах по магнит-

ным электроразрядным насосам, выпущенных в 1960-х гг. Процесс начинается с разборки, за которой следует механическая очистка стенок насоса. На этом этапе некоторые детали, такие, в частности, как изоляторы, следует заменить. Если катоды сильно разрушены эрозией, их также следует заменить. Будьте осторожны при снятии любых распыленных титановых пленок; они содержат большое количество непрореагировавшего металла, который может светиться или гореть, если его соскребывать со стенки. Обычно требуется химическое травление, включающее использование очень агрессивных ванн травления, содержащих азотную и фтористоводородную кислоту. В этих процедурах существенными являются все необходимые меры предосторожности для защиты глаз и кожи, поэтому желательно проведение процедур подготовленным персоналом.

Наконец, важно иметь в виду, что откачка магнитным электроразрядным насосом очень быстро падает до незначительных величин при значениях давления выше 10^{-3} мм рт. ст. Следовательно, если давление в системе измеряется с помощью тока ионного насоса, очень низкие показания могут указывать *либо* на очень низкое, *либо* на очень высокое давление.

2.7.4. Геттерные насосы

Происхождение термина «геттерирование» связано с технологиями, которые использовались при изготовлении первых радиоламп для получения и поддержания приемлемой для их работы степени вакуума. Эти устройства требовалось производить в сроки, которые не допускали адекватного газовыделения, и поэтому в лампу вводился реактивный металл в той или иной форме для реакции с любыми остаточными газами, в сущности для их удаления. Широко используемые геттеры включали нагреваемые нити реактивных металлов, в частности таких, как титан или цирконий, и напыляемые пленки щелочных металлов, в особенности бария. Единственное, что у всех этих «геттеров» было общим — это их быстрая реакция с образованием стабильного химического соединения с распространенными остаточными газами, например кислородом, азотом и водяным паром. Интересно отметить, что значительно более малые количества аргона и гелия, которые нельзя откачивать посредством химической реакции, несомненно, удалялись в виде ионов, после ионизации посредством ионной бомбардировки. Такие процессы широко изучались в целях объяснения откачки этих газов в ионизационных вакууметрах [27]. В существующей вакуумной технике геттерирование бария остается критическим этапом в производстве телевизионных трубок и катодно-лучевых трубок, а испаряющиеся пленки титана находят широкое применение в системах откачки до сверхвысокого вакуума; объемные, или нераспыляемые, геттеры, широко применяемые в геттерных насосах без распыления геттеров, находят применение в общих случаях использования вакуума и для откачки герметичных устройств. Однако следует обратить внимание на то, что геттерные насосы выполняют дополнительную роль, поскольку могут удалять только химически реактивные газы. Они должны входить в комбинацию с другим насосом, который может справиться с любым притоком благородных газов или метана, а также других химически стабильных органических соединений.

2.7.4.1. Сублимационные насосы

Сублимационные насосы (испарительные геттерные насосы) — это устройства, которые осаждают пленку реактивного металла на выбранный субстрат либо непрерывно, либо периодически. Титан — это предпочтительный металл, который осаждается из высокотемпературного пе-

точника. Титан испаряется из источника, переходя непосредственно из твердой в парообразную фазу. Это свойство титана позволяет осуществлять прямое электрическое нагревание титановой проволоки, для того чтобы обеспечить соответствующую скорость сублимации без плавления проволоки.

Удаление газа посредством сублимационного насоса включает процесс хемосорбции на поверхности титана. Большинство газов сорбируются *только* на поверхности (единственным исключением является водород). По мере увеличения покрытия поверхности быстрота действия уменьшается, становясь незначительной, как только поверхность будет полностью покрыта одним адсорбированным слоем. Вероятность того, что атом или молекула реактивного газа будут адсорбироваться при первом ударе *на атомно чистой титановой поверхности*, находится в пределах от 10 до 100%, в зависимости от конкретного газа. По мере того, как поверхность покрывается слоем молекул газа, эта вероятность падает на один или два порядка! Когда вакуумная камера находится в диапазоне сверхвысокого вакуума, скажем, 10^{-9} мм рт. ст., потребуется от двух до трех часов для образования мономолекулярного слоя, чтобы за короткий период сублимации в течение часа формировался новый слой чистого титана, поддерживая высокую среднюю быстроту действия. Время, которое требуется для формирования пленки, зависит от скорости сублимации и от площади, которую необходимо покрыть. Большая площадь поверхности соответствует большей скорости действия, но требует большего общего количества титана, осаждаемого каждый раз. Если сублимационный насос работает при более высоких значениях давления, периоды между работой сублиматора (испарителя) должны уменьшаться, а при самой высокой практической скорости сублиматор должен работать непрерывно с тем, чтобы поддерживать скорость сублимации несколько выше, чем скорость, при которой газ реагирует с титаном. Важно отметить, что даже при самых высоких значениях давления, при которых сублиматор, вероятно, будет работать, скажем, 10^{-5} мм рт. ст., средняя длина свободного пути молекулы азота равняется приблизительно 500 см, так что вероятность реакции азота с титаном на газовой фазе весьма незначительная.

Существует предел верхнего давления, равный приблизительно 10^{-4} мм рт. ст. для эффективной работы сублиматора. Под действием атмосферы поверхность сублиматора почти мгновенно покрывается сильно связанным хемосорбированным слоем, главным образом, кислорода и азота. Этот слой не десорбируется при рабочей температуре, а диффундирует внутрь объема титана, оставляя чистую поверхность на титановой нити, на которой может происходить дальнейшая хемосорбция. Когда присутствует хемосорбированный слой, сублимация титана сильно затормаживается. Следовательно, если нить нагревается, когда давление системы слишком высокое, хемосорбция газа на горячей поверхности будет превышать скорость диффузии в объем, сохраняя тем самым полный поверхностный слой [28]. Аналогичное явление отмечалось в источниках и по сублимации иттрия [29]. Поскольку сублимация подавляется, слой титана не осаждается на стенках системы, и в сущности все геттерирование газа должно происходить на малой площади горячей сублиматора. Следовательно, эффективная быстрота действия остается очень низкой. В отличие от этого, если давление системы находится в низкой области 10^{-5} или 10^{-6} мм рт. ст., скорость диффузии будет превышать скорость геттерирования на ее поверхности, в результате чего сублимация будет продолжаться. Площадь поверхности осажденного титана скоро будет значительно превышать площадь поверхности горячей нити, поэтому основная часть геттерирования переходит с поверхности горячей нити на поверхность осажденного титана. Геттерирование *всегда* имеет место на горячей нити, но при более низких значениях дав-

ления, оно слишком мало для того, чтобы поддерживать значительное покрытие поверхности на сублиматоре и при этом обеспечивать соответствующую работу.

Типичная температура сублимации титана составляет приблизительно 1550 °С, она соответствует давлению пара 10^{-4} мм рт. ст. и скорости сублимации, равной приблизительно 0,05 г/ч на каждый квадратный сантиметр площади горячего титана; эта скорость очень приблизительно соответствует быстроте действия (или геттерированию), необходимой для того, чтобы обеспечить производительность 10^{-3} мм рт. ст. л/с. Большинство сублиматоров используются только при значениях рабочего давления ниже 10^{-6} мм рт. ст., обеспечивая таким образом разумный срок службы до замены сублиматора. Конструкция промышленных сублиматоров рассматривается ниже.

2.7.4.2. Практическое применение сублимационных насосов

Выбор источника сублимации титана определяется как требуемой быстротой действия, так и производительностью (потоком откачиваемого газа). Если система всегда работает в диапазоне сверхвысокого вакуума и поток газа мал, тогда самый простой тип устройства и ручное управление будут обеспечивать соответствующий срок службы даже при высоких значениях быстроты действия. В тех случаях, когда производительность значительная, тогда наличие устройства, способного выдавать и дозировать соответствующие количества титана, желательно с автоматическим управлением скорости сублимации, может оказаться существенным.

Когда титан осаждается на поверхность при комнатной температуре, он обеспечивает *максимальные* значения быстроты действия порядка 3 и 9 л/(с·см²) для водорода и кислорода соответственно [30]. Охлаждение пленки титана до температуры жидкого азота увеличивает значения быстроты действия на коэффициент от 2 до 5, в зависимости от газа. Большую быстроту действия можно легко достичь, если увеличить площадь, на которой осаждается титан, но следует иметь в виду, что большая площадь поверхности потребует увеличить скорость сублимации для поддержания более высокой быстроты действия.

Максимальная быстрота действия получается, когда поверхность титана чистая. В практических видах применения поверхность всегда частично покрыта адсорбированным слоем, поэтому быстрота действия будет составлять только некоторую долю этой максимальной величины, определяемой частотой, с которой поверхность поновляется титановым слоем посредством сублимации. Харра [30] приводит рекомендации для случая, когда используется непрерывная сублимация. Для случая, когда давление очень низкое и используется периодическая сублимация, необходимо принять какую-то эффективную быстроту откачки титана, которая меньше быстроты действия для чистой пленки [30], скажем, от 20 до 30%.

Требуемая площадь титана в конкретной системе может быть вычислена из уравнения:

$$\text{Площадь титана} = (Q/p)S, \text{ см}^2,$$

где Q — ориентировочный приток газа из всех источников, включая газовыделение и утечку, мм рт. ст. л/с.; p — требуемое давление, мм рт. ст.; S — скорость геттерирования на квадратный сантиметр титанового геттера для откачиваемого газа.

Особую осторожность следует проявлять при обеспечении того, чтобы проводимость между насосом и вакуумной камерой серьезно не ограничивала эффективную быстроту действия насоса.

Сублиматор устанавливают внутри вакуумной камеры так, чтобы сублимированная пленка титана осаждалась на стенках камеры или пластинах перегородки, размещенных так, чтобы

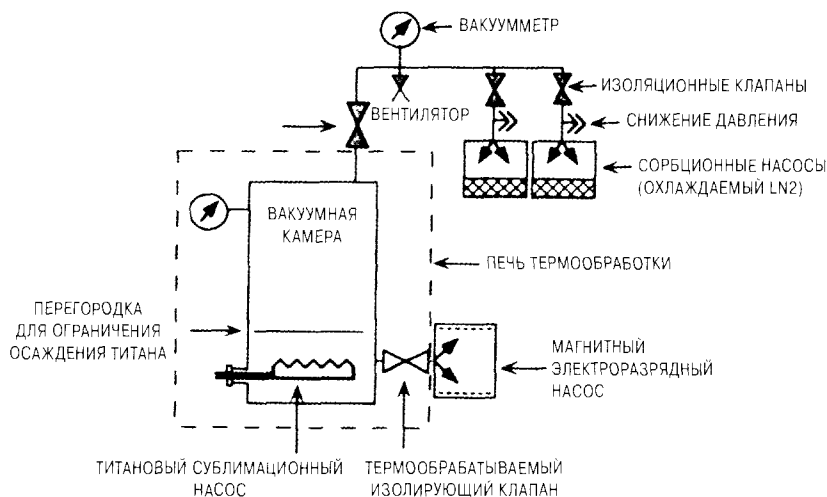


Рис. 6. Схема вакуумной системы с использованием магнитного электроразрядного и титанового сублимационного насоса, соединенных параллельно, с системой форвакуумирования посредством сорбционного насоса

защищать рабочий объем камеры от осаждения титана. Типичная система, в которой сочетается магнитный электроразрядный насос и сублимационный насос с титановыми геттерами, схематично показана на рис. 6.

По причинам, рассмотренным выше, нельзя нагревать сублиматор до тех пор, пока давление системы не будет значительно ниже 10^{-4} мм рт. ст. с тем, чтобы избежать ненужного загрязнения источника. Это не самое важное ограничение, поскольку сублимационный насос наиболее часто используется в качестве дополнительного насоса.

Одной из единственных серьезных проблем сублимационного насоса является отслаивание сублимированной титановой пленки с поверхностей, на которых она осаждена. Это именно та же самая проблема, которая уже обсуждалась в отношении магнитных электроразрядных насосов. Она может быть минимизирована путем предотвращения ненужного вентилирования в атмосферу или путем термической обработки сублиматора после каждого воздействия [26], прежде чем перезапускать процесс сублимации.

При обычной эксплуатации количество сублимированного титана неизменно превышает количество, необходимое для поддержания нужного давления, но этот титан остается доступным для откачки водорода. При воздействии атмосферы происходит адсорбция кислорода на поверхности, эффективно блокируя доступ к непрореагировавшему титану в объеме. Штайнбергер и Альтер [31] доказали, что геттерирование на подобных титановых пленках может быть восстановлено осаждением новой пленки титана на охлажденной поверхности. Предположительно такая пленка позволяет осуществить диссоциативную хемосорбцию водорода, за которой следует диффузия атомов водорода в объем.

Сублиматоры с титановыми нитями

Самая простейшая форма сублиматора состоит из ввода, на котором установлены две или более заменяемые титановые нити, нагреваемые по очереди до тех пор, пока не будет сублимирован весь титан. Схема этого типа сублиматора показана на рис. 7. Как правило, каждая

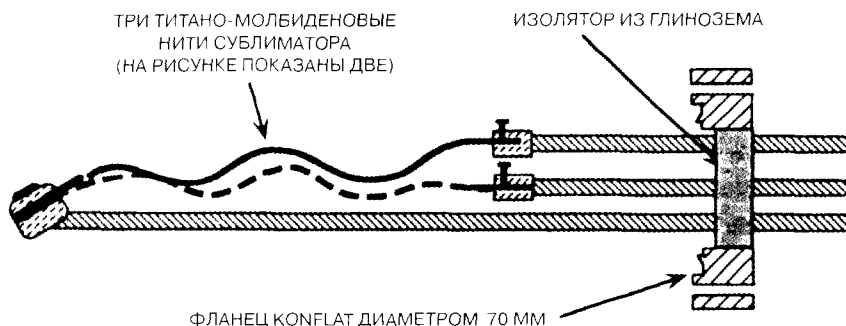


Рис. 7. Картридж титанового сублимационного насоса

нить может сублимировать более 1 г титана до выхода из строя. При нагревании при постоянной мощности этот сплав является более прочным и распыляет титан при более постоянной скорости на протяжении своего срока службы, чем сравнимый источник чистого титана [32, 33]. Типичный сублиматор, снабженный тремя нитями, может дозировать более 3 г титана, когда поочередно используется каждая нить до истощения. Когда скорость сублимации можно сбалансировать с быстротой откачки, то можно откачивать газ с быстротой приблизительно 210 мм рт. ст./л, прежде чем придется заменять сублиматоры.

Сублиматоры с титановыми сферами

Значительно большие количества титана могут быть обеспечены из полых титановых сфер с помощью излучающих нагревателей [34]. Одна из конструкций представляет собой нагреватель в виде вольфрамовой нити, установленной внутри сферы, что позволяет испарять до 35 г титана из сферы диаметром приблизительно 3,5 см. В случае таких тонкостенных сфер беспокойство вызывает конструкционная целостность, поскольку изменение фазы у титана приблизительно при температуре 880 °С создает напряжения в титане, которые при повторяющихся температурных циклах в конце концов вызовут отказ сублиматора [34]. По этой причине источник питания сублиматора запрограммирован на выдержку титана при дежурной температуре свыше 880 °С, где скорость сублимации является незначительной, а также выполнение цикла повышения до заданной температуры выше 1500 °С, когда требуется сублимация. Отказ происходит, когда сублимация приводит к образованию отверстия в сфере. Потери излучения через отверстие заставляют сферу работать при слишком низкой температуре для используемых значений скорости сублимации. Один недостаток использования титановой сферы заключается в том, что она должна поддерживаться при повышенной температуре все время, а это приводит к нагреванию стенок камеры и увеличивает скорость газовыделения.

Электронно-лучевые сублиматоры

Для очень высокой производительности может использоваться распыление титана с помощью электронно-лучевой установки для напыления.

2.7.4.3. Блоки управления для сублимационных насосов

Простейшей формой источника питания для сублиматора с титановыми нитями или сферами является просто регулируемый источник питания, работающий от цепи таймера; время между циклами нагревания и время нагревания могут быть отрегулированы для того, чтобы обеспечивать *среднюю* быстроту действия. Этот тип регулирования не обеспечивает фиксированную

быстродействию, так что давление в системе медленно повышается между периодами сублимации, и кроме этого, неизменно существует небольшой всплеск давления всякий раз, когда начинается сублимация. Этот вопрос является несущественным при значениях давления ниже 10^{-6} мм рт. ст., поскольку количество титана, необходимое для поддержания откачки, часто составляет только 1 или 2 грамма в год, а время между периодами сублимации достаточно продолжительное, чтобы обеспечивать среду относительно стабильного давления для экспериментирования и технологической работы. Однако если присутствует большой поток газа, тогда необходима высокая скорость сублимации, а это требует более тщательного контроля для того, чтобы сублимировать достаточное количество титана только для поддержания необходимого давления. Хотя данный процесс может осуществляться вручную, гораздо более эффективно использовать контроль обратной связи, где вакуумметр выступает регистрирующим элементом в сочетании с тщательным подбором периодичности, времени и температуры сублимации. При самых лучших условиях управление сублимационным насосом является несколько упрощенным по сравнению со свойственной магнитному электронасосам саморегуляцией.

2.7.4.4. Геттерный насос без распыления геттера

Нераспыляемый или объемный геттер удаляет газ посредством химического взаимодействия совершенно тем же самым способом, что и сублимационный насос, но откачка поддерживается посредством процесса диффузии в объем материала геттера, а не посредством осаждения свежего материала геттера. Геттерный насос без распыления геттера (далее — геттерный насос) часто эксплуатируется при повышенной температуре, что увеличивает скорость, с которой вещества хемосорбированной поверхности диффундируют в объем геттера. Однако скорость уменьшается по мере того, как концентрация откачанного газа в твердом веществе увеличивается, становясь действительно очень низкой по мере приближения насыщения.

Раннее применение объемных геттеров в основном ограничивалось использованием в термизированных вакуумных устройствах; отличное описание этих ранних видов применения дает Рейманн [35]. Часто предпочтение отдавалось титану и цирконию, которые использовались в виде простой электрически нагреваемой нити, установленной в устройство и эксплуатируемой при температурах свыше 800 °C, обеспечивая высокую скорость геттерирования для таких газов, как кислород, азот и окислы углерода [36, 37]. Геттерирование этих газов создает соединения, являющиеся настолько стабильными, что они не разлагаются даже при температурах, при которых плавятся нити. Поскольку быстрота действия ограничивается скоростью диффузии, большая быстрота для большинства газов, кроме водорода, обычно достигается просто путем увеличения температуры, ограниченной только опасностью выхода нити из строя в результате провисания или плавления. Проблема, связанная с данным подходом, заключается в том, что оптимальной температурой для откачки водорода (включая водород, присутствующий в водяном паре) является температура в 400 °C или меньше [36, 37]. При более высоких температурах давление диссоциации водорода в металлах увеличивается. Если парциальное давление водорода в системе высокое, откачка водорода продолжается, но конечное давление, до которого может откачиваться водород, ограничено давлением диссоциации. При 400 °C большее количество реактивных газов преимущественно адсорбируется на поверхности, вытесняя большую часть водорода, уже находящегося там, и эти адсорбированные газы диффундируют в объем только медленно. Следовательно, при использовании чисто-

го металла, такого как титан или цирконий, откачка водорода — преобладающего газа в остаточной атмосфере многих устройств — крайне ограничена в присутствии большинства других реактивных газов.

Широко распространенное практическое использование геттерных насосов исторически относится к инновационной работе д-ла Порта и его коллег [38] по разработке сплава циркония, 84% Zr — 16%Al, обозначенного как St 101. Этот сплав имеет типичные способности геттерирования, имеющиеся у циркония, для реактивных газов, причем преимущество его состоит в том, что температуры геттерирования значительно ниже. Второе крупное преимущество заключается в том, что водород геттерируется даже в присутствии более реактивных газов. После коммерциализации этой разработки появились геттерные насосы, которые могут одновременно откачивать все основные химически реактивные остаточные газы в вакуумной системе при эксплуатации при $\sim 400^\circ\text{C}$. Сплав получен в виде мелкого порошка с покрытием без применения какого-либо клеящего вещества на субстрате [38]. Общее количество геттера ограничено, так что практические виды применения предназначаются для условий относительно низкой производительности насоса.

Когда геттерный насос находится под действием атмосферы, во время установки в системе, он покрыт адсорбированным слоем газа, что делает его не подлежащим использованию для геттерирования; он должен активироваться путем нагревания до температуры в диапазоне от 500 до 800°C под вакуумом, для того чтобы дать возможность поверхностному слою диффундировать в объем. Эффективность активации увеличивается в зависимости от температуры и времени. Поскольку геттерирование происходит даже во время активации, уменьшая количества геттера, имеющегося для последующей откачки, давление выдерживается несколько возможно низким во время активации. В публикуемых спецификациях для конкретного геттерного насоса, использующего этот материал, указывается первоначальная быстрота откачки азота, равная ~ 110 л/с при работе при 400°C и практическая быстрота откачки ~ 25 мм рт. ст./л до того, как потребуются регенерация. Регенерация путем нагревания до $\sim 800^\circ\text{C}$ позволяет газу, сорбированному рядом с поверхностью, диффундировать в объем материала, восстанавливая геттер практически до первоначальной эффективности. Регенерация может повторяться, обеспечивая общую полезную откачивающую способность, равную ~ 255 мм рт. ст./л¹, однако эффективность работы медленно снижается с каждой последующей регенерацией. Этот геттер особенно часто используется для откачки водорода и его изотопов, обеспечивая быстроту откачки больше на коэффициент 5, чем для азота. Откачка водорода является эффективной даже при температуре окружающей среды (но при уменьшенной скорости), пока значения парциального давления газов, в частности таких, как кислород остаются низкими.

После успеха первоначального геттерного сплава цирконий/алюминий были разработаны геттерные насосы нераспыляемым геттером, позволяющие производить перекачку всех распространенных газов при еще более низких температурах, а полезная эффективность работы сейчас может быть достигнута при температуре окружающей среды. Геттерные насосы, имеющие высокопористую структуру геттера, являются очень эффективными при низких температурах, обеспечивая очень большую площадь поверхности, доступную для газовой фазы, чтобы

¹ Для понимания ограниченной емкости данного геттерного насоса сравните его емкость с емкостью магнитного электрорадиационного насоса, рассчитанного на срок службы 60 000 часов при 10^{-6} мм рт. ст., что соответствует емкости $2 \cdot 10^4$ мм рт. ст./л.

обеспечить непрерывную откачку. Большая площадь компенсирует то обстоятельство, что скорость диффузии в объем материала ограничена при низкой температуре. Эти геттерные насосы можно регенерировать периодическим нагреванием до более высокой температуры, ускорением диффузии в объем материала и освобождением поверхности для дополнительного геттерирования. Одним главным преимуществом эксплуатации при комнатной температуре, очевидно, является отсутствие какого-либо ввода мощности во время эксплуатации. В одной из прогрессивных конструкций в качестве геттера используется сплав циркония, ванадия и железа, обозначенный как St 707 [39]. Температура для полной активации этих геттеров может опускаться до 400—500 °С, и даже еще более низкие температуры все же могут обеспечивать значительный потенциал геттерирования. Геттер St707, способный откачивать азот при приблизительно той же скорости, что и сплав St101, имеет сорбционную емкость приблизительно в 4—5 раз больше.

Способность работать при температуре окружающей среды является важной во многих больших и сложных системах, предназначенных для эксплуатации при давлении значительно ниже 10^{-10} мм рт. ст. В большинстве систем могут использоваться только низкие температуры дегазации, при этом элементы системы дегазируют перед сборкой. Отсутствие какого-либо нагревания геттеров минимизирует рабочую температуру системы и помогает сохранить скорость дегазации на приемлемо низких уровнях.

Для использования при более высокой производительности по газу нераспыляемые геттеры также производятся в виде самоподдерживаемых пористых конструкций, обеспечивающих повышенные количества доступного геттерного материала.

2.7.4.5. Практическое применение геттерных насосов

Геттерные насосы используются в самых разнообразных случаях применения, включая небольшие сосуды Дьюара, герметизированные электронные устройства, газондные разрядные светильники и ускорители больших частиц. Они представляют особую ценность благодаря своей способности откачивать водород, поэтому используются в испытательных термоядерных реакторах. Они также показали успешную работу в ускорителях частиц, обеспечивая распределительную насосную систему, работающую при температуре окружающей среды и не имеющую движущихся частей.

Геттерные насосы существуют в виде автономных насосных установок, оснащенных интегрированными нагревателями в диапазоне, начиная от гранул размером, измеряемым в миллиметрах, имеющих быструю действия 1 л/с или меньше, и заканчивая насосами с быстротой действия до 750 литров/сек. На рис. 8 показан пример большого геттерного насоса. Там, где требуются очень большие скорости откачки, насосы поставляют в виде модулей (рис. 9), которые могут быть смонтированы внутри вакуумной камеры, чтобы обеспечивать откачку, близкую к источнику газовой нагрузки. В этих случаях они используются вместо криопанелей для того, чтобы обеспечить очень высокую общую быстроту откачки.

Геттерный насос может откачивать только реактивные газы, таким образом, *следует* предусмотреть дополнительную откачку для удаления благородных газов или метана. Его достоинством является то, что он не приносит никаких значительных примесей в большинстве видов применения.

Эффективная быстрота действия в большой степени зависит от рабочей температуры и конкретных видов газа, подлежащих откачке. В тех случаях, когда водород или его изотопы

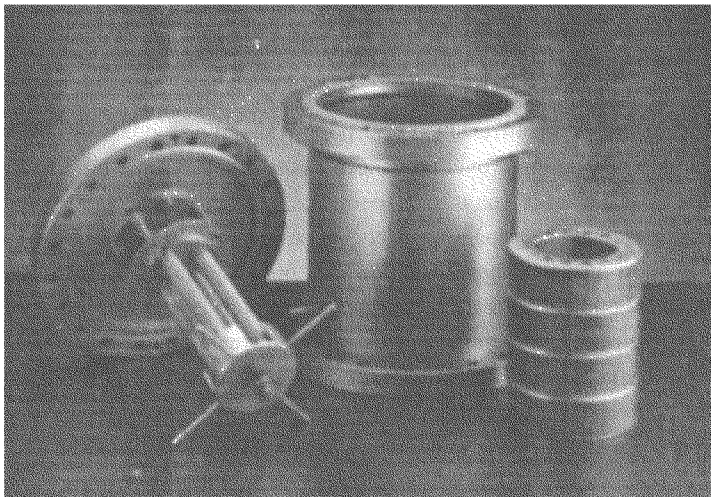
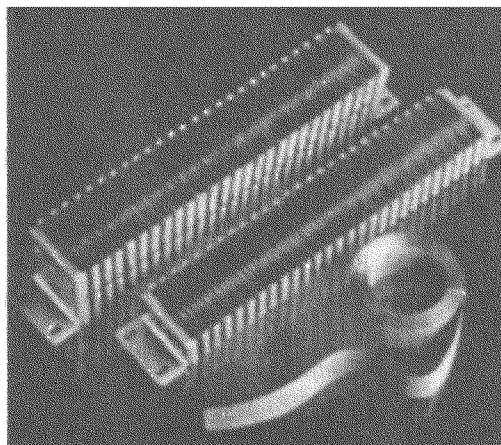


Рис. 8. Геттерный насос с нераспыляемым геттером: геттерный картридж, состоящий из четырех рядов геттерных полос в виде мехов аккордеона (справа); опора картриджа и нагреватель (слева) (источник: SAES Getters/USA)

Рис. 9. Геттерные модули с интегрированными нагревателями для установки внутри вакуумной камеры (источник: SAES Getters/USA)



являются основной газовой нагрузкой, большая быстрота действия может поддерживаться при температуре окружающей среды, при этом откачиваются большие количества газа. Для таких видов применения срок службы геттера ограничен его хрупкостью, а не насыщением.

Эксплуатация при повышенной температуре обеспечивает более непрерывную откачку для всех газов. И наоборот, эксплуатация пористых геттеров при низких температурах может потребовать периодического нагревания для реактивации геттера путем предоставления возможности откачиваемому газу диффундировать из области рядом с поверхностью в объем материала геттера. Быстрота действия всех геттеров уменьшается в зависимости от количества откачанного газа, поэтому этому воздействию спада следует уделять большое внимание для каждого случая применения.

Комбинация геттерного насоса с нераспыляемым геттером с магнитным электроразрядным насосом обеспечивает значительную быстроту откачки водорода, что является особенно выгодным для видов применения очень низкого давления, а также вполне удовлетворительным методом откачки больших количеств водорода. Геттерный насос встраивается в корпус некоторых магнитных электроразрядных насосов, однако отдельный геттерный насос в комбинации с магнитным электроразрядным насосом обеспечивает те же самые преимущества. Водород обратимо сорбируется всеми геттерными материалами, и отсюда геттер может регенерироваться нагреванием при использовании дополнительной системы откачки. Регенерационная характеристика делает геттерный насос очень полезным, когда требуется откачать большие количества водорода и его изотопов. Для таких случаев самоподдерживающиеся более толстые сечения геттера являются более предпочтительными по сравнению с теми формами, в которых активный материал покрывается тонким слоем на субстрате.

Обратите внимание на то, что геттерные насосы, как сублимационные насосы, обладают ограниченной емкостью для очень больших количеств газа, в особенности по сравнению с неограниченной способностью турбомолекулярного или диффузионного насоса.

Поскольку нераспыляемый геттерный материал в геттерном насосе потребляется только по мере откачки газа, насосы являются саморегулирующимися таким же образом, как и магнитные электроразрядные насосы. Это обеспечивает геттерным насосам значительное преимущество по сравнению с сублимационным насосом, оптимальный срок службы которого зависит от управления скоростью сублимации.

Литература

1. D. Alpert, *Handbuch der Phys.*, 12, (1958) 609.
2. L. D. Hall, *Rev. Sci. Instr.*, 29, (1968) 367. I
3. K. M. Welch, *Capture Pumping Technology* (Pergamon Press, NY, 1991).
4. W. J. Lange, *J. Vac. Sci. Technol.*, 7, (1969) 228.
5. F. M. Penning, *Physica* 4, (1937) 71.
6. W. M. Brubaker, *Trans. 6th Nat. Vac. Symp. (1959)* (Pergamon Press, New York, 1960), p. 302.
7. T. Tom and B. D. James, *J. Vac. Sci. Technol.*, 6, (1969) 304.
8. R. L. Jepsen, *Proc. 4th Int. Vac. Congress* (1968) (Institute of Physics and the Physical Society, I London, 1968), p. 317.
9. J. A. Vaumoron and M. P. DeBiasio, *Vacuum* 20, (1970) 109.
10. A. R. Hamilton, *Trans. 2nd Int. Cong. and 8th Nat. AVS Symp.* (Pergamon Press, New York, 1962), p. 388.

11. M. Pierini and L. Dolcino, *J. Vac. Sci. Technol. A1*, (1983) 140.
12. J. H. Singleton, *J. Vac. Sci. Technol. 6*, (1969) 316.
13. S. L. Rutherford and R. L. Jepsen, *Rev. Sci. Instr.*, 32, (1961) 1144.
14. J. H. Singleton, *J. Vac. Sci. Technol.*, 8, (1971) 275.
15. P. della Porta and B. Ferrario, *Vuoto 1*, (1968) 2.
16. Thomas Snouse, *J. Vac. Sci. Technol.*, 8, (1971) 283.
17. R. L. Jepsen, Cooling Apparatus/or Cathode Getter Pumps, U.S. Patent 3,331,975, July 16, 1967
18. J. E. Kelly and T. A. Vanderslice, *Vacuum*, 11, (1961) 205.
19. David Lichtman, *J. Vac. Sci. Technol.*, 1, (1964) 23.
20. A. K. Gupta and J. H. Leck, *Vacuum* 25, (1975) 362.
21. J. H. Singleton, unpublished measurements.
22. R. Zaphiropoulos and W. A. Lloyd, *Proc. 6th Nat AVS Vac. Symp.* 1969 (Pergamon Press, New York, 1960), p. 307.
23. M. Pierini and L. Dolcino, *J. Vac. Sci. & Technol. A1*, (1983) 140.
24. Donald J. Santeler, private communication. Formerly at Process Applications, Inc., Oak Ridge, Tennessee.
25. ULTEK Bulletin SIB No. 200-9A, September 10, 1968.
26. D. R. Denison, *J. Vac. Sci. Technol.*, 4, (1967) 156.
27. P. A. Redhead, J. P. Hobson, and E. V. Kornelsen, *The Physical Basis of Ultrahigh Vacuum* (Chapman and Hall, London, 1968), pp. 209—216.
28. M. V. Kuznetsov, A. S. Nasarov, and G. F. Ivanovsky, *J. Vac. Sci. Technol. 6*, (1969) 34.
29. D. R. Denison, *Proc. 4th. Int. Vac. Cong. (Institute of Physics and the Physical Society, London 1968)*, p. 377.
30. D. J. Harra, *J. Vac. Sci. Technol. 13*, (1976) 471.
31. R. Steinberg and D. L. Alger, *J. Vac. Sci. Technol. 10*, (1973) 246.
32. G. M. McCracken and M. A. Pashley, *J. Vac. Sci. Technol. 3*, (1966) 96.
33. R. W. Lawson and J. W. Woodward, *Vacuum 17*, (1967) 205.
34. D. J. Harra and T. W. Snouse, *J. Vac. Sci. Technol. 9*, (1972) 552.
35. Arnold L. Reimann, *Vacuum Technique* (Chapman and Hall, London, 1952).
36. V. L. Stout and M. D. Gibbons, *J. Appl. Phys.* 26, (1955) 1488.
37. I. H. Singleton, *Residual Gases in Electron Tubes* (Academic Press, London and New York, 1972), p. 213.
38. P. della Porta, T. Giorgi, S. Origlio, and F. Ricca, *Trans. 2nd Int. Cong. and 8th Nat. AVS Symp.* (Pergamon Press, New York, 1962), p. 229.
39. C. Pisani and P. della Porta, *Suppl. Nuovo Cimento 5*, (1967) 261.

3.1. Измерение низких давлений

Рон Гехнер

Electron Technology Division of Fredericks Company

Эмиль Друбескини

The Televac Division of Fredericks Company

Говард М. Брэли

Electron Technology Division of Fredericks Company

Уильям Х. Бейлес, мл.

The Televac Division of Fredericks Company

Для проведения технологических процессов в вакуумных системах требуются измерения при атмосферном и значительно более низких давлениях, а также точность и/или повторяемость результатов.

В табл. 1 представлены диапазоны давления для всех степеней вакуума. Следует помнить, что 1 моль любого газа занимает объем 22,4 литра при стандартной температуре 0 °С и давлении 1 атм. Также 1 моль газа содержит $6,02 \cdot 10^{23}$ молекул. Таким образом, при этой стандартной температуре и давлении 1 см³ любого газа будет содержать $2,5 \cdot 10^{19}$ молекул. При снижении давления количество молекул будет пропорционально уменьшаться.

Время, необходимое для формирования мономолекулярного слоя на чистой поверхности, представляет особый интерес. Из табл. 1 можно видеть, что при атмосферном давлении мономолекулярного слоя

Таблица 1. Степени вакуума

Степень вакуума	Давление		Молекулярная концентрация	Средняя длина свободного пути молекулы	Частота столкновений с поверхностью	Время формирования мономолекулярного слоя*
	Па	мм рт. ст.	см ⁻³	см	см ⁻² ·с ⁻¹	с
Атмосферное давление	$101,3 \cdot 10^3$	760	$2,52 \cdot 10^{19}$	$6,6 \cdot 10^{-6}$	$2,8 \cdot 10^{23}$	$3,3 \cdot 10^{-9}$
Предварительное разрежение	$1,33 \cdot 10^{-1}$	10^{-3}	$3,3 \cdot 10^{13}$	5,0	$4,4 \cdot 10^{17}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$
Средний вакуум	$1,33 \cdot 10^{-4}$	10^{-6}	$3,3 \cdot 10^{10}$	$5,0 \cdot 10^3$	$4,4 \cdot 10^{14}$	2,5
Высокий вакуум	$1,33 \cdot 10^{-7}$	10^{-9}	$3,3 \cdot 10^7$	$5,0 \cdot 10^6$	$4,4 \cdot 10^{11}$	$2,5 \cdot 10^3$
Сверхвысокий вакуум	$1,33 \cdot 10^{-10}$	10^{-12}	$3,3 \cdot 10^4$	$5,0 \cdot 10^9$	$4,4 \cdot 10^8$	$2,5 \cdot 10^6$

* Допуская, что эффективность сцепления равна 100%, а молекулярный диаметр $\approx 3 \cdot 10^{-8}$ см.

молекулярный слой формируется за наносекунды. Требуется давление 10^{-6} мм рт. ст. или меньше, чтобы через несколько секунд сформировался мономолекулярный слой. Более полная трактовка величин, указанных в табл. 1, вместе с определяющими уравнениями, дающая описание того, как эти величины изменяются в зависимости от изменения давления, объема и вида молекул, приведена в главе 1 настоящего справочника.

3.1.1. Общие сведения

Значения давления, которые нужно измерять в большинстве вакуумных систем, охватывают многие порядки величин. В некоторых простых видах применения диапазон давлений может находиться в пределах от атмосферного ($1,01 \cdot 10^5$ Па, 760 мм рт. ст.) до 10^{-3} Па ($7,5 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст.), т. е. изменяться приблизительно на 8 порядков. Другие виды применения, в частности такие, как полупроводниковая литография и эксперименты в области физики высоких энергий, могут требовать предельного остаточного давления $7,5 \cdot 10^{-9}$ мм рт. ст. или ниже, что предполагает диапазон давлений на 11 порядков ниже атмосферного. Для этих диапазонов требуется более одного вакуумметра для выполнения разумных измерений.

В разработке приборов, измеряющих вакуум (обычно называемых *вакуумметрами*), за последние 50 лет использовались преобразователи (или датчики), которые можно квалифицировать как устройства прямого либо косвенного измерения [1]. На рис. 1 схематично представлена классификация некоторых наиболее распространенных вакуумметров. Преобразователи, измеряющие давление посредством усилия, прилагаемого к поверхности чувствительного элемента, называются вакуумметрами *прямого* измерения, в то время как устройства, определяющие давление путем любого свойства газа, изменяющегося в зависимости от плотности, называются вакуумметрами *косвенного* измерения.

Диапазон рабочего давления для различных типов вакуумметров приведен на рис. 2.

3.1.2. Вакуумметры с прямым измерением давления

Вакуумметры с прямым измерением давления можно подразделить на вакуумметры (манометры), в которых используется жидкостной чувствительный элемент, и вакуумметры, в которых используется твердый чувствительный элемент. И в том, и в другом случае вакуумметр измеряет давление, давая показание силы, приложенной к поверхности возбужденными в результате нагревания молекулами и атомами.

3.1.2.1. Вакуумметры с жидкостным чувствительным элементом

Существует два широко распространенных вакуумметра, в которых используется жидкостной элемент: вакуумметр (манометр) со столбом жидкости и компрессионный вакуумметр Мак-Леода.

Возможно, самым простым вакуумметром (манометром) является вакуумметр со столбом жидкости. Этот вакуумметр (см. рис. 3) состоит из прямой или U-образной трубки, откачанной и запаянной с одного конца и частично заполненной ртутью или жидкостью с низким давлением паров, такой как масло диффузионного насоса. По мере того, как пространство прямой трубки над столбом ртути откачивается, длина столба ртути уменьшается. В случае U-образной трубки, по мере откачки свободного конца, два столбика стремятся занять одну и ту же высоту. Разница в высоте — это мера давления на открытом конце. Если жидкостью является ртуть, то давление измеряется напрямую в Торрах (мм рт. ст.). Оно ограничивается значениями давления не ниже ~ 1 мм рт. ст. (133 Па). Если жидкостью является масло с малой

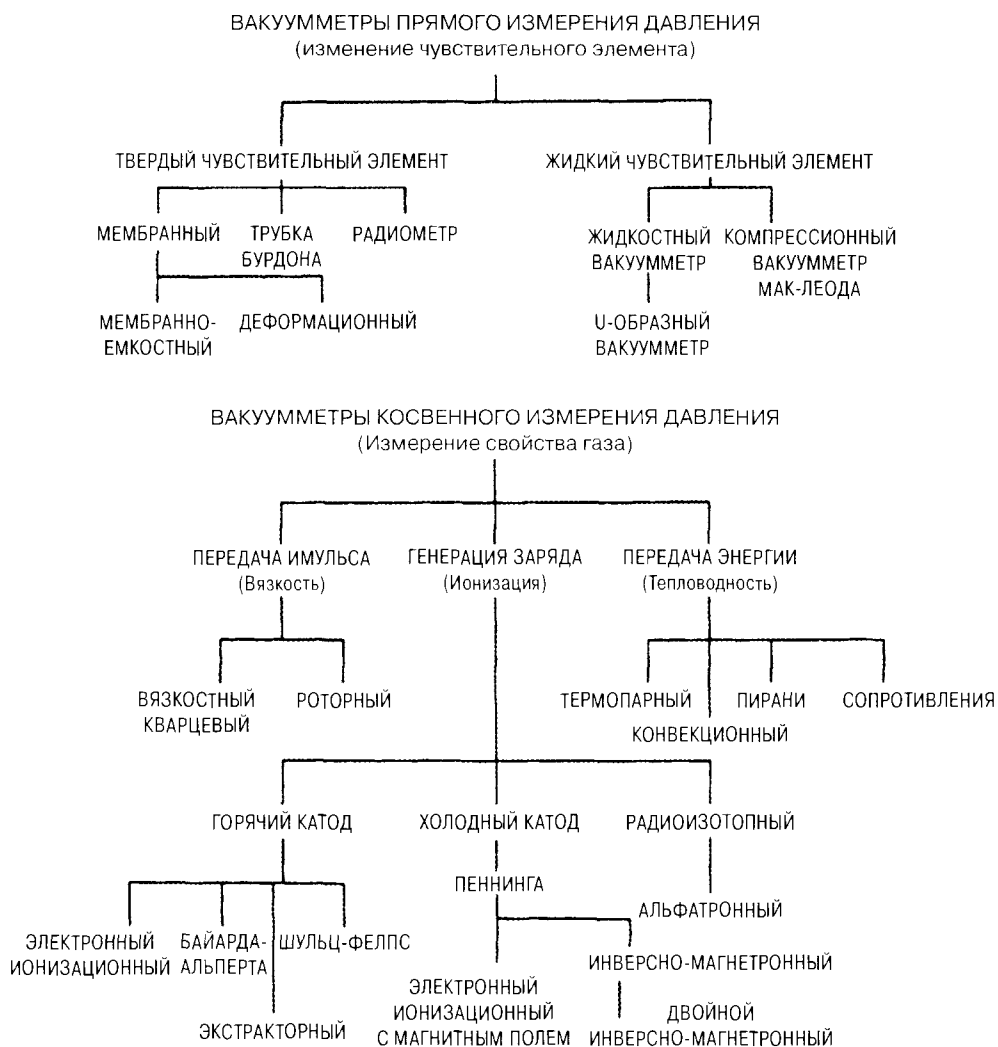


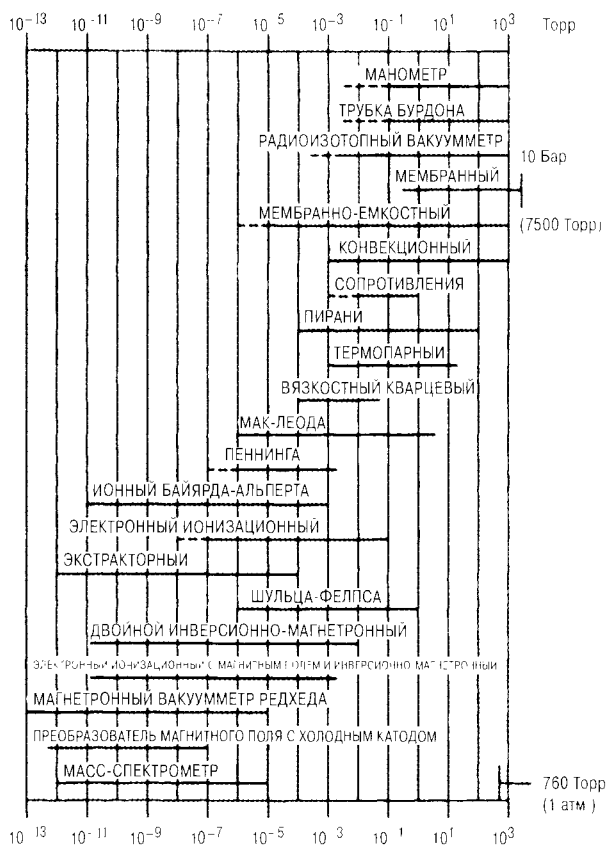
Рис. 1. Классификация вакуумметров

плотностью. U-образная трубка способна измерять давление, достигающее до $\sim 0,1$ мм рт. ст. Хотя данный вакуумметр является прибором с абсолютно прямыми измерениями давления, использование токсичной ртути или масел с низкой плотностью паров, которые со временем загрязняют вакуумную систему, делают его неудачным выбором.

В силу ограничений измеряемого давления вакуумметра с U-образной трубкой был разработан компрессионный вакуумметр Мак-Леода [2]. Вакуумметр основан на применении закона Бойля, благодаря чему диапазон измерений вакуума увеличился (см. рис. 4). В нем используется ртутный вакуумметр, в котором объем газа сжимается перед измерением. Чувствительность компрессионного вакуумметра Мак-Леода может быть увеличена за счет увеличения

¹ В России принята другая классификация вакуумметров, см. ГОСТ 5197–85, ГОСТ 8,271–77 и т. д. (прим. ред.).

Рис. 2. Диапазон измерения давления различными вакуумметрами



сжимаемого объема или за счет уменьшения диаметра капилляра сжатия. Однако, если объем сжатия слишком большой, масса ртути, которая требуется для его заполнения, накладывает ограничение. Если капилляр выполнен слишком маленьким, ртуть будет прилипать к стенкам. Эти ограничения становятся проблемой для изготовителей [3]. Данное устройство, применяемое опытным специалистом в системе с ловушкой, охлаждаемой жидким азотом, может использоваться в качестве первичного стандарта. Если, как на рис. 4, газ имеет давление 10^{-7} мм рт. ст., разница между столбиками жидкости будет составлять 10 мм. Хрупкость стекла и токсичность ртути — это аргументы против использования этого устройства кем-либо еще, кроме квалифицированных и аккуратных людей, заинтересованных в относительно недорогих вакуумметрах. Если не предпринимаются меры предосторожности, в частности такие, как ловушка, охлаждаемая жидким азотом, любые присутствующие конденсируемые пары будут образовывать жидкость при сжатии, давая ложное заниженное показание.

3.1.2.2. Вакуумметры с твердым чувствительным элементом

Существует два основных типа вакуумметров с твердым чувствительным элементом — трубчатые и мембранные.

Вакуумметр (трубка) Бурдона

Показания вакуумметров трубчатого типа основаны на измерении деформации трубки при изменении давления. Обычные манометры, установленные на компрессорах и газовых балло-

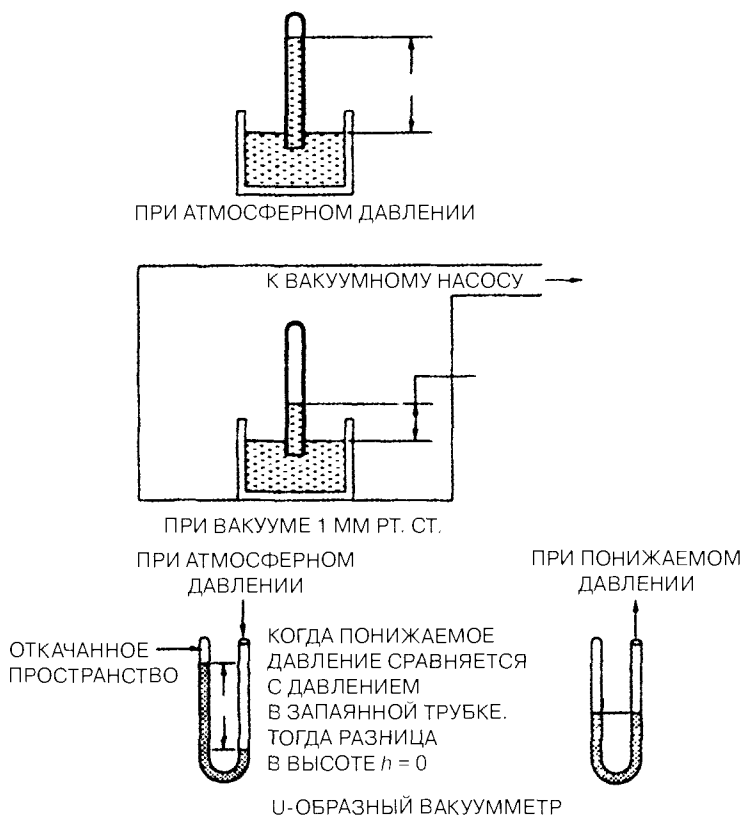


Рис. 3. Ртутные вакуумметры (манометры) с прямым измерением давления

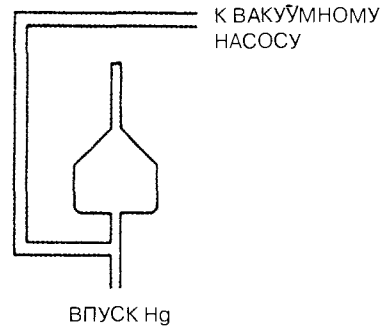
нах, основаны на принципе измерения значений давления выше атмосферного до нескольких тысяч паскалей. Чувствительность манометров при измерениях давления вакуума очень низкая. Только вакуумметр (трубка) Бурдона (рис. 5) пользуется популярностью. В этом случае вакуумметр выполнен в форме тонкостенной трубки, согнутой в виде крута, открытый конец которой подсоединен к вакуумной системе. Атмосферное давление деформирует трубку, а подсоединенный к ней стрелочный механизм даст в этом случае линейную индикацию давления, не зависящую от характера газа. Различные производители поставляют вакуумметры, способные измерять значения давления вплоть до 1 мм рт. ст. Однако изменение атмосферного давления вызывает неточности в показаниях. Трубчатые вакуумметры прочные, недорогие и простые в использовании. Также трубку можно изготавливать из материалов, инертных по отношению к коррозионным парам. Разработаны компенсированные варианты трубчатых вакуумметров и вакуумметров Бурдона, в которых устранены неточности, вызываемые изменением атмосферного давления [4].

Мембранные вакуумметры

Если компенсированные капсульные или диафрагменные механизмы сочетаются с соответствующими электронными измерительными цепями, достигается увеличение эффективности и точности измерения. Одной такой схемой является вакуумметр с емкостной мембраной (мембранно-емкостный вакуумметр).

Рис. 4. Компрессионный вакуумметр
М. С. Леода

СТЕПЕНЬ СЖАТИЯ



ПОКАЗАНИЯ
ВАКУУММЕТРА
 $10 \text{ мм} = 10^{-6} \text{ мм}$

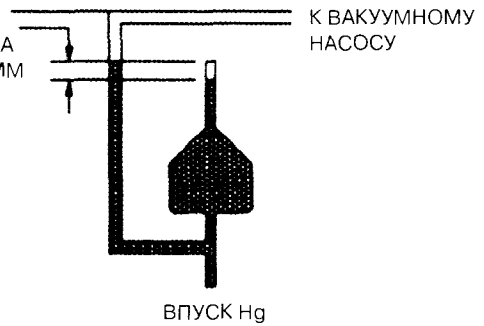
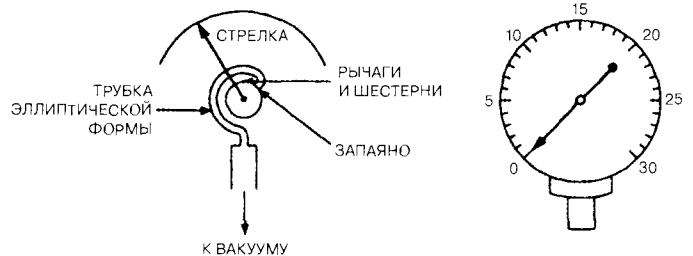


Рис. 5. Вакуумметр Бурдона



На рис. 6 показаны характерные особенности вакуумметра с емкостной мембраной. Гибкая мембрана образует одну пластину конденсатора, а фиксированный шуп — другую. Изменение давления деформирует гибкую мембрану, которая изменяет емкость, преобразуемую в показание давления. Чувствительность, повторяемость показаний и простота этого вакуумметра позволяют использовать вакуумметр данного типа в качестве стандарта для измерений давления от 10^{-6} мм рт. ст. до атмосферного давления. В одной головке можно получить динамический диапазон четырех или пяти порядков [5].

На рис. 6 также схематично показан мембранно-деформационный вакуумметр с тензотром. В этом случае деформация мембраны вызывает пропорциональный выходной сигнал от подсоединенного тензоэлемента. Чувствительность и динамический диапазон, как правило, бывают меньше чувствительности и динамического диапазона вакуумметра с емкостной мембраной. Однако цена мембранно-деформационного вакуумметра, как правило, ниже.

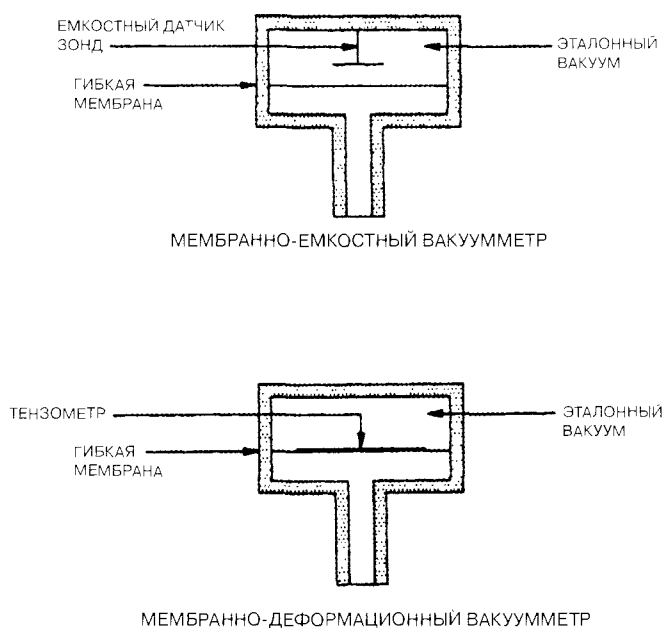


Рис. 6. Мембранные вакуумметры

Оба этих вакуумметра при своей высокой чувствительности склонны к погрешностям, вызываемым даже малыми изменениями температуры. Термически контролируемые головки или корректировочные таблицы, встроенные в электронику, использовались для минимизации этой проблемы. Другими источниками погрешности во всех вакуумметрах с твердой стенкой являются гистерезис и усталость металла.

3.1.3. Вакуумметры с косвенным измерением давления

Вакуумметры с косвенным измерением давления основаны на изменении какого-либо свойства газа, которое изменяется в зависимости от плотности газа.

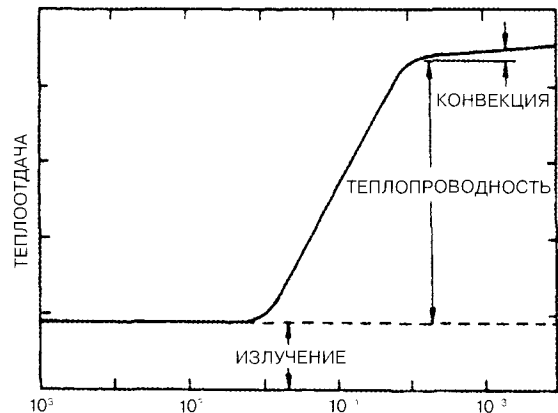
3.1.3.1. Тепловые вакуумметры

В тепловых вакуумметрах используется уменьшение теплопроводности газа в зависимости от уменьшения плотности (давления). Теплопроводность уменьшается от почти постоянной величины при давлениях выше 1 мм рт. ст. до 0 при значениях давления ниже 10^{-2} мм рт. ст. Вакуумметры-контроллеры предназначаются для работы с тепловыми вакуумметрами, которые заменяют на вакуумметры с идентичными функциями. На рис. 7 показана зависимость режимов теплоотдачи от числа Кнудсена (см. главу 1), которое связано с геометрией вакуумметра и давлением.

Вакуумметры Пирани

Вакуумметр Пирани, возможно, самый старый вакуумметр для косвенных измерений, который используется в настоящее время. В этом вакуумметре чувствительный элемент — нить, по которой проходит ток, выделяя теплоту, находится в газе, давление которого нужно измерить. По мере изменения давления меняется теплопроводность, следовательно, температура нити. Изменение температуры вызывает изменение сопротивления нити. Нить обычно представляет собой одну ветвь моста Уитстона. Мост может работать таким образом, чтобы напря-

Рис. 7. Режимы теплоотдачи в тепловом вакуумметре (источник: A User Guide to Vacuum Technology, John F. O'Hanlon, p. 57)



давление изменялось и поддерживало мост в равновесии; т. е. сопротивление нити поддерживалось постоянным.

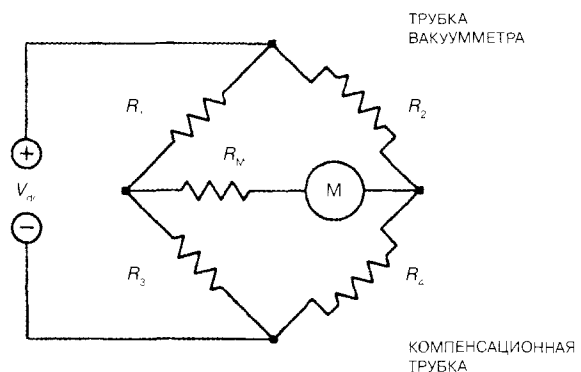
Этот способ называется *методом постоянной температуры* и считается самым быстрым, чувствительным и точным. В целях сокращения действия температуры окружающей среды аналогичная нить, герметизированная при очень низком давлении, помещается в ответвлении по соседству с регистрирующей нитью в качестве уравнивающего резистора. Из-за своего высокого коэффициента теплового сопротивления материал нити обычно представляет собой тонкую вольфрамовую проволоку; хорошо работает 10-ваттная лампочка [6] (см. рис. 8).

Соответствующим образом сконструированный, имеющий компенсацию вакуумметр Пирани с чувствительной цепью способен производить измерения до 10^{-4} мм рт. ст. Однако теплопроводность газов изменяется, вызывая колебания показаний вакуумметра. Эти колебания могут доходить до коэффициента 5 на границе низкого давления и коэффициента 10 на границе высокого давления шкалы (см. рис. 9). Если состав газа известен, можно пользоваться калибровочными кривыми, предоставляемыми производителями. Не рекомендуется эксплуатация вакуумметра при высоких значениях парциального давления органических веществ, например масел.

Термопарные вакуумметры

Термопарный вакуумметр — это еще один пример теплового вакуумметра с косвенным измерением давления. Чувствительным элементом термопарного вакуумметра является нить

Рис. 8. Основная цепь вакуумметра Пирани (источник: A User Guide to Vacuum Technology, John F. O'Hanlon, p. 57)



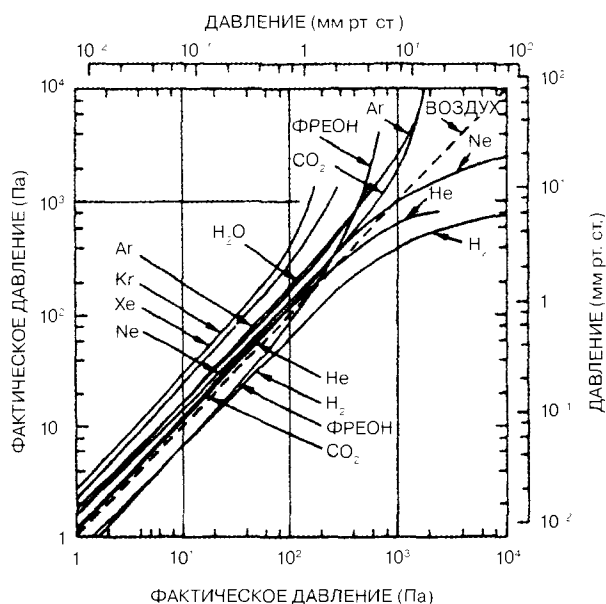


Рис. 9. Калибровочные кривые для вакуумметра Пирани (источник: Leybold-Heraeus G. M. B. H., Postfach 51 07 60 5000, Kohn, Germany)

обычно из сплава с высоким сопротивлением, которая нагревается в результате пропускания постоянного тока (см. рис. 10). Термопара приваривается непосредственно к срединной точке нити или желательно к мосту проводимости в центре нагреваемой нити. Это обеспечивает средство непосредственного измерения температуры. При прохождении постоянного тока через нить температура увеличивается по мере уменьшения давления. Это происходит потому, что для отвода теплоты имеется меньшее количество молекул, которыми окружена нить. Выходное напряжение термопары растет в результате увеличения температуры и является обратной индикацией давления. Вакуумметр с термопарой может эксплуатироваться в режиме постоянной температуры точно так же, как и вакуумметр Пирани.

Те же самые соображения, касающиеся состава газа, указанные для вакуумметра Пирани, относятся ко всем тепловым вакуумметрам. На рис. 11 показаны калибровочные кривые для типичного термопарного вакуумметра. Как и вакуумметр Пирани, его можно оптимизировать для эксплуатации при различных диапазонах давления.

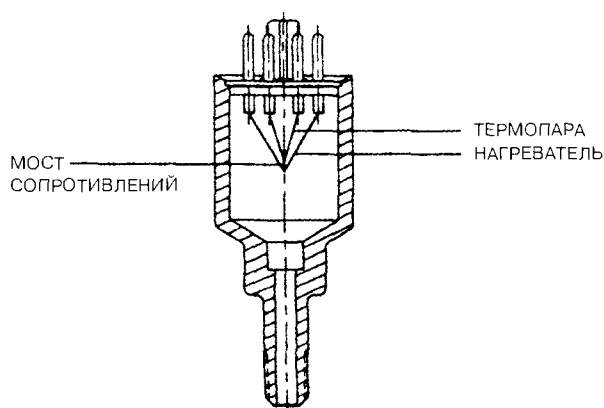
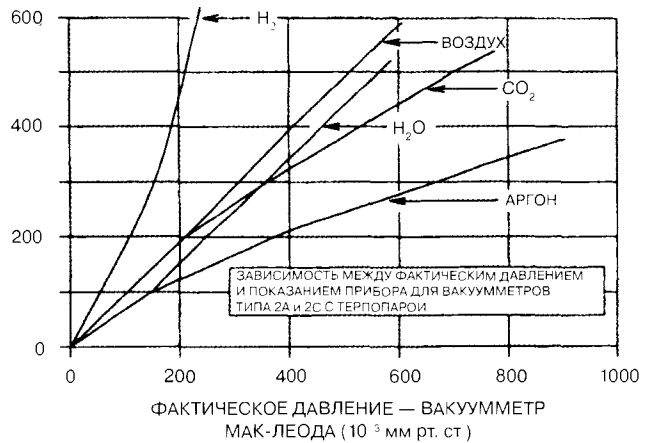


Рис. 10. Термопарный вакуумметр

Рис. 11. Калибровочные кривые для термопарного вакуумметра

ПОКАЗАНИЕ
ПРИБОРА
(10^{-3} мм рт. ст.)



Как и в случае с вакуумметром Пирани, следует избегать его эксплуатации при высоких значениях парциального давления органических веществ, например масел. Один из производителей проводил предварительное окисление датчика термопары для стабильности в «грязных» средах и для большей взаимозаменяемости.

Вакуумметры сопротивления

Устройство, очень похожее на вакуумметр Пирани, — это вакуумметр сопротивления. В этом вакуумметре в качестве одной ветви цепи моста используется один термистор. Обратные характеристики сопротивления термисторного элемента разбалансируют мост по мере изменения давления, вызывая соответствующее изменение тока. Чувствительный микрометр, откалиброванный в единицах давления, производит измерение тока. Вакуумметр сопротивления охватывает приблизительно тот же самый диапазон давления, что и термопарный, но может обладать некоторым преимуществом с точки зрения устойчивости перед загрязнением маслами и другими органическими соединениями. Как и в случае других тепловых вакуумметров, точная калибровка зависит от характера измеряемого газа. В хорошо сконструированной цепи моста график зависимости тока и давления является практически линейным в диапазоне от 10^{-3} до 1 мм рт. ст. [7]. В современных вакуумметрах сопротивления используется постоянная температура, как об этом говорилось ранее.

Конвекционные вакуумметры

Как указывалось, рабочий диапазон высокого давления тепловых вакуумметров обычно ограничивается 1 мм рт. ст. Это связано с тем, что теплопроводность является почти постоянной при значениях давления выше 1 мм рт. ст. Однако небольшую роль в усилении теплоотдачи играет конвекция. Некоторые производители разработали вакуумметры, в которых используется конвекция для расширения используемого диапазона до атмосферного давления и несколько выше [8, 9, 10, 11, 12]. Поскольку в этом процессе используется конвекция, то положение в пространстве является критическим фактором.

В ConvectroneTM используется базовая конструкция вакуумметра Пирани со специальными функциями для усиления конвекционного охлаждения в области высокого давления [13].

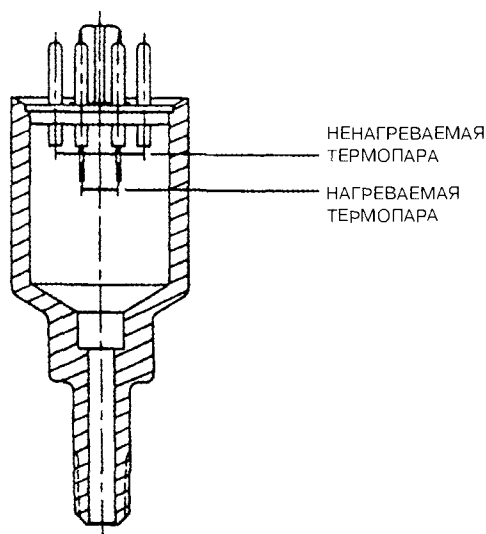


Рис. 12. Конвекционный вакуумметр

давление путем определения потери теплоты на тонкой проволоке, поддерживаемой при постоянной температуре. Реакция датчика зависит от типа газа. Две термодатчики установлены на фиксированном расстоянии друг от друга (рис. 12). Одна, установленная ниже, нагревается до постоянной температуры источником питания переменного тока. Теплота импульсами подается на эту нижнюю термодатчик, а температура измеряется между импульсами нагревания. Вторая (верхняя) термодатчик измеряет эффекты конвекции, а также компенсирует температуру окружающей среды. При значениях давления ниже ~ 2 мм рт. ст. (270 Па) температура в верхней термодатчик является незначительной. Трубка вакуумметра действует как типичная термодатчик в режиме постоянной температуры. При давлении выше 2 мм рт. ст. конвективная теплоотдача вызывает нагревание верхней термодатчик. Выходной сигнал по напряжению вычитается из выходного сигнала по напряжению нижней термодатчик, требуя большей силы тока для поддержания температуры проволоки. Следовательно, измеряемый диапазон давления (посредством изменения тока) расширяется до атмосферного давления (рис. 13). Ориентация датчика предполагает вертикальное расположение оси.

Использование конвекционных вакуумметров с электронным управлением процесса допускает автоматическую откачку с гарантией того, что система не будет ни открываться под действием вакуума, ни подвергаться избыточному давлению во время обратного заполнения до воздушных условий. Эти вакуумметры со своими контроллерами являются относительно недорогими. В системах без использования масла они обеспечивают продолжительный срок службы и воспроизводимые результаты.

3.1.3.2. Ионизационные вакуумметры с горячим катодом

Ионизационные вакуумметры с горячим катодом включают электронные ионизационные (триодные) вакуумметры, как вакуумметры Байярда — Альтерта и другие конструкции.

Электронные ионизационные (триодные) вакуумметры с горячим катодом

Основная часть электронного ионизационного вакуумметра — триодная электронная трубка — это устройство, состоящее из термоэлектронного эмитирующего катода (в данном случае

Для того чтобы использовать вакуумметр при давлениях выше 1 мм рт. ст. (133 Па), трубка датчика должна быть установлена так, чтобы ее основная ось была в горизонтальном положении. Если единственной интересующей областью является область ниже 1 мм рт. ст., трубка может устанавливаться в любом положении. Как упоминалось выше, вакуумметр-контроллер предназначен для использования с трубкой датчика конкретной модели, и поскольку широко используются калибровочные кривые и контрольные таблицы в памяти контроллера, замену делать не рекомендуется.

В конвекционном вакуумметре Televac используется базовая конструкция термодатчикно-го вакуумметра, но только с двумя термодатчиками [14]. Как в любом вакуумметре с термодатчикной, конвекционный вакуумметр измеряет

КОНВЕКЦИОННЫЙ ВАКУУММЕТР 4А

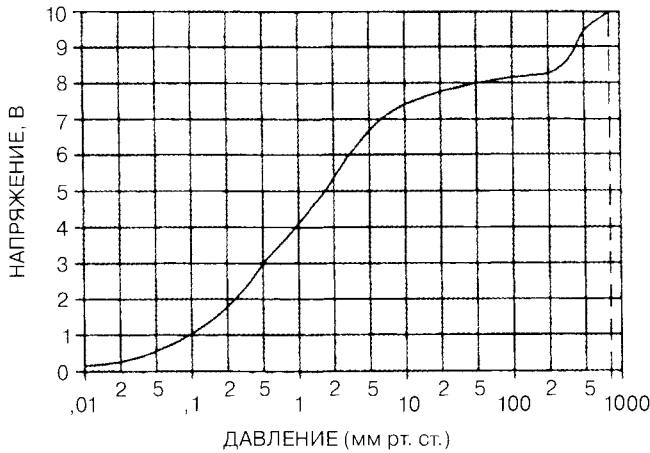


Рис. 13. Кривая выходного сигнала для конвекционного вакуумметра

нити), сетки и анода (ранее назывался пластиной). Это устройство используется для косвенного измерения давления по крайней мере 80 лет [15]. Фактически этот вид применения — это расширение диагностического «газового теста», используемого по сей день производителями трубок вакуумметра [16]. В газовом тесте триод или любая термоэлектронная трубка вакуумметра с тремя или более элементами подсоединяется как усилитель (рис. 14, где показано типичное подсоединение триода). Значения напряжения распределены таким образом, что сетка имеет напряжение — 10 В или более относительно катода. Сравнительно высокое напряжение (+250 В) создается на аноде или пластине, а напряжение нити регулируется так, чтобы позволить току силой 10 мА протекать от катода до анода. В этих условиях ток, текущий на сетку, безусловно, вызывается положительными ионами, образующимися от столкновения потока электронов с молекулами газа в пространстве между катодом и пластиной. Если триод имеет осевую симметрию, можно легко оценить ионный/коллекторный ток [17]. Если принять, что пространство между нитью и пластиной равняется 1 см, давление в трубке — 10^{-5} мм рт. ст., электронный (анодный) ток, протекающий в цепи между катодом и пластиной (анодом), — 10 мА, тогда средняя длина свободного пути электрона в воздухе при 10^{-5} мм рт. ст. составляет $4 \cdot 10^3$ см, и вероятность ионизации — 10%. Используя уравнение (1), мы можем тогда сказать, что ток ионов, собираемый сеткой, составляет $2,5 \cdot 10^{-7}$:

$$I_i = (I_e)(D_{i-p})(R_i/L_e), \quad (1)$$

где I_i — сила ионного тока, А; I_e — сила тока электронов, А; R_i — вероятность ионизации (десятичная) [ионов/см³/мм рт. ст.]; L_e — средняя длина свободного пути электронов, см; D_{i-p} — расстояние между нитью и пластиной (см).

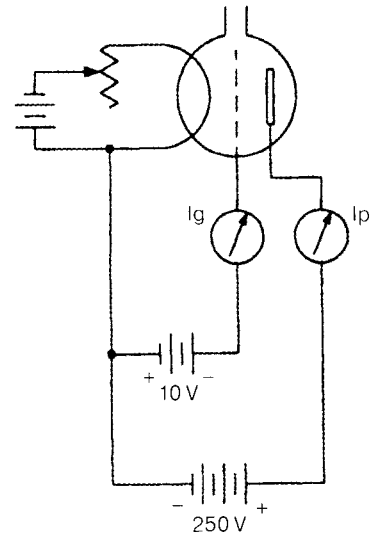


Рис. 14. Типичная цепь электронного ионизационного (триодного) вакуумметра

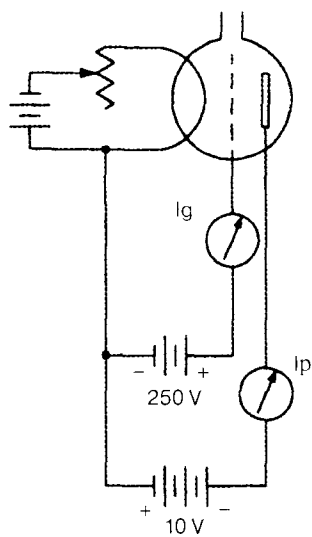


Рис. 15. Альтернативное подключение триода

Более жесткая трактовка работы триодного вакуумметра была дана Моргулисом [18], Рейнольдсом [19] и Лekom [20].

Было установлено, что если триод подсоединить относительно нити так, как на рис. 15, чтобы сетка была положительной, а пластина отрицательной, то ток ионов, собираемый пластиной для того же самого тока электронов к сетке, значительно увеличивался [21]. Ток ионов увеличивается потому, что путь электрона значительно длиннее, так как электроны не попадают на проволоку сетки, разворачиваются и снова пролетают мимо. Электроны, таким образом, колеблются до тех пор, пока не ударяются о сетку.

Именно в этом втором режиме более высокой чувствительности триодный вакуумметр используется сегодня. Линейная зависимость ионного тока от плотности (давления) молекул была продемонстрирована несколькими исследованиями [15, 21, 22]. Данная линейность позволяет определить коэффициент чувствительности S так, чтобы

$$I_i = S \times I_e \times p, \quad (2)$$

где I_i — сила ионного тока, А; I_e — сила тока электронов, А; p — давление; S — чувствительность вакуумметра (в единицах взаимного давления).

Другим и, возможно, более трудным для понимания типом чувствительности, который использовался в отрасли в прошлом, является выражение чувствительности в микроамперах на микрон Hg (10^{-3} мм рт. ст.) при определенном токе электронов. Таким образом, микрометр в цепи ионного коллектора способен давать прямое показание в миллиметрах ртутного столба с соответствующим множителем. Например, VG1A, возможно, самый распространенный триодный вакуумметр своего времени, имел чувствительность к сухому воздуху 100 микроампер/микрон при токе электронов 5,0 миллиампер.

Электронный ионизационный вакуумметр с подходящим контроллером, создающим регулируемые напряжения сетки и коллектора, вместе с сервоцепью, обеспечивающие постоянный ток электронов и чувствительный измеритель силы тока на коллекторе, способен измерять давление от 10^{-3} до 10^{-8} мм рт. ст. Триодные вакуумметры Шульца — Фелпса позволяют делать измерения в диапазоне давления от 10^{-1} до 10^{-6} мм рт. ст. [23]. Стабильность и линейность триодных вакуумметров таковы, что они использовались в качестве вторичного стандарта [24], однако так же как в случае всех вакуумметров для косвенных измерений, чувствительность триодного вакуумметра зависит от вида измеряемого газа [25].

Во всех, кроме специальных, видах применения, требующих производить работу при относительно высоких значениях давления, триодный вакуумметр был заменен вакуумметром Байярда — Альперта.

Ионизационный вакуумметр Байярда — Альперта с горячим катодом

В 1940-х гг. вакуумметром, способным измерять самое низкое давление, был электронный ионизационный (триодный) вакуумметр. Вскоре стало очевидным, что так называемый барьер давления в 10^{-8} мм рт. ст. был вызван пределом измерения, а не откачкой [26]. Ноттингем правильно заключил, что этот искусственный барьер обусловлен ударами электронов о сетку, ко-

торые вызывали рентгеновское излучение низкой энергии, попадавшее в свою очередь на ионный коллектор (пластину), излучающую фотоэлектроны. Эмиссия электронов является неотличимой от собирания положительных ионов, и, как показали расчеты, она составила порядка 10^{-8} мм рт. ст. для триодных вакуумметров, которые в то время находились в употреблении [27]. В 1950 г. Байярдом и Альпертом было предложено простое решение этой проблемы [28]. В настоящее время это наиболее широко используемый вакуумметр для измерения сверхвысокого вакуума.

Вакуумметр Байярда — Альперта в сущности является триодным вакуумметром, переделанным таким образом, что только небольшое количество генерируемых внутри рентгеновских лучей попадает на коллектор. На рис. 16 показаны существенные особенности вакуумметра, а также простая цепь. Можно видеть, что катод заменен тонким коллектором, расположенным в центре сетки. Нить катода теперь находится за пределами сетки и на расстоянии нескольких миллиметров от нее. Одним преимуществом конструкции Байярда — Альперта является ее способность использовать тот же самый контроллер, что и для триодного вакуумметра, учитывая любые различия в чувствительности. Схема вакуумметра Байярда — Альперта приведена на рис. 17. Приблизительно в то же самое время, когда вакуумметр Байярда — Альперта приобретал популярность, Вайнрих предложил решение проблемы выгорания вольфрамовых нитей, которое в тот период было преобладающей проблемой [29, 30]. Применение платиновых металлов, покрытых огнеупорными оксидами, позволило вакуумметру противостоять воздействию атмосферы, когда нить находится в горячем состоянии. Распространенными комбинациями являются либо торий, либо иттрий на иридии. Вскоре было отмечено, что вакуумметры Байярда — Альперта и даже триодные вакуумметры идентичной конструкции, но с другими нитями, например вольфрама, по сравнению с торием-иридием, имели другие значения чувствительности, при этом варианты вольфрамовых нитей были на 20—40% более чувствительными по сравнению с иридием той же самой конструкции.

Как говорилось выше, рентгеновское излучение низкой энергии, попадающее на ионный коллектор и излучающее электроны, устанавливает предел самому низкому давлению, которое может быть измерено. Были предложены разнообразные схемы уменьшения этого предела рентгеновского излучения и изготовлены специальные конструкции с крайне тонкими коллекторами, расширяющие предел считываемости показаний высокого вакуума до 10^{-12} мм рт. ст., но за счет противоположной стороны диапазона, т. е. предела высокого давления [31, 32].

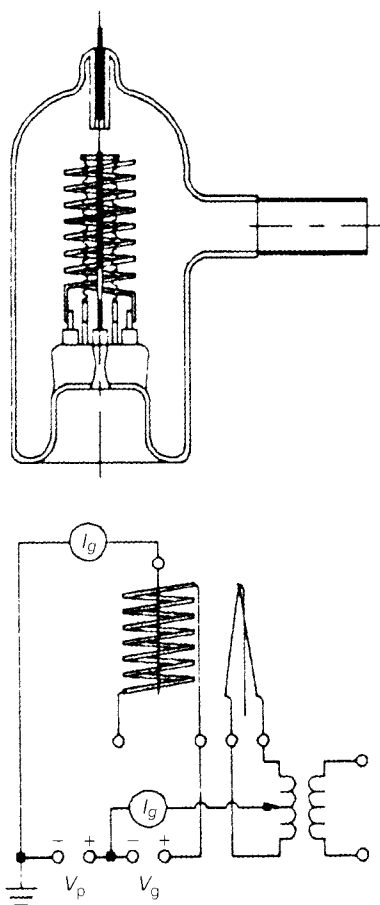


Рис. 16. Ионизационный вакуумметр с горячим катодом Байярда-Альперта

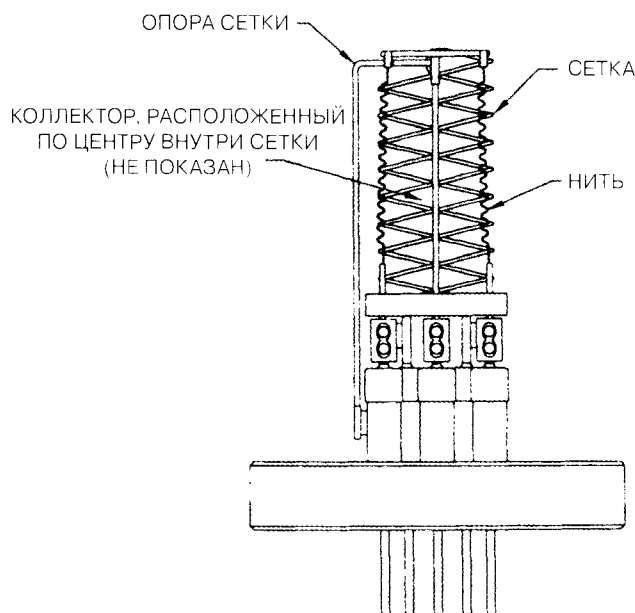


Рис. 17. Схема позиционного вакуумметра

Редхел [33] сконструировал модулируемый вакуумметр с дополнительным электродом, расположенным рядом с коллектором. Измерение тока ионов при двух потенциалах модулятора позволяет вычитать ток рентгеновского излучения, увеличивая диапазон до $5 \cdot 10^{-11}$ мм рт. ст. В других вакуумметрах используются электроды-наблюдатели перед коллектором ионов

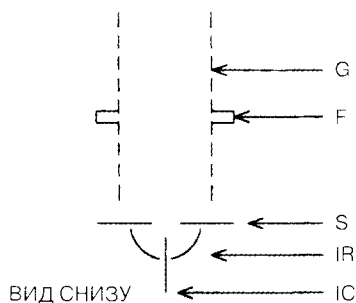
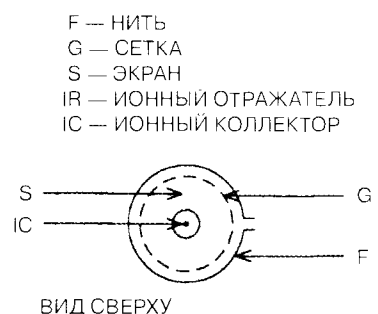


Рис. 18. Экстракторные вакуумметры

[34, 35]. Однако в настоящее время для измерений давления сверхвысокого вакуума порядка 10^{-12} мм рт. ст. наиболее широко используется экстракторный вакуумметр [36]. Этот вакуумметр показан схематично на рис. 18. В этом вакуумметре ионы вылетают из ионизирующего объема и отклоняются или фокусируются на маленьком коллекторе. Были разработаны более новые конструкции [37, 38], а также вариант с использованием множителя электронов канала [39] позволил уменьшить предел низкого давления до 10^{-15} мм рт. ст.

Хотя вакуумметр Байярда — Альперта является наиболее широко используемым в своем диапазоне давления, он все же страдает некоторыми недостатками. Исследование уравнения (1), которое является справедливым для вакуумметров Байярда — Альперта, показывает, что ток ионов зависит не только от давления, но и от геометрии трубки и ее изменений во время срока службы, что отражается на чувствительности вакуумметра. Редхел [40] писал об этих изменениях, так же как Охсако [56]. Другие исследователи писали о неточности и нестабильности вакуумметров Байярда — Альперта, а так-

Таблица 2. Средняя относительная чувствительность гониозационных вакуумметров для различных газов¹

Газ	Рей-нольдс ^[19]	Лэшман и Янг ^[76]	Вегнер и Джонсон ^[77]	Ридли-форд ^[78]	Шульц ^[79]	О'Ханлон ^[11]	ЕТИ ^[80]
He	0.16	0.15		0.26	0.21	0.18	0.13
Ne	0.23	0.24			0.33	0.25	
Ar	1.30	1.19		1.06	1.49	1.20	1.47
Kr		1.86					
Xe		2.73					
H ₂		0.46	0.52	0.38	0.42	0.48	0.42
N ₂	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
O ₂			0.85	1.14		0.85	0.77
Hg	2.75	3.44				3.50	
Сухой воздух				0.81			
CO			1.07			0.48	1.01
CO ₂			1.37				1.09
H ₂ O			0.89			0.90	
SF ₆					2.54		

же о результатах, разнящихся в широких пределах [41, 42, 43, 45, 46]. Были предложены конструкции, уменьшающие или исключаяющие эти проблемы [47, 48]. Как упоминалось выше, чувствительность вакуумметра Байярда — Альперта зависит от характера измеряемого газа. Флейм и Оунбай [49] представили данные об относительной чувствительности различных газов, описанных О'Ханлоном [50]. Эти данные с учетом дополнений из коммерческих источников представлены в виде таблицы 2.

3.1.3.3. Ионизационные вакуумметры с холодным катодом

В 1936 году Пеннинг [51] разработал разрядный вакуумметр с холодным катодом в качестве средства измерения давления ниже 10^{-3} мм рт. ст. В трубке Крукса ниже 10^{-3} мм рт. ст. средняя длина свободного пути так велика, что имеет место незначительная ионизация. Пеннинг увеличил вероятность ионизации, поместив магнитное поле параллельно путям пробега ионов и электронов, благодаря чему обе частицы вынуждены следовать спиральной траектории.

В конструкции данного вакуумметра (рис. 19) анод помещается посередине между двумя параллельно подсоединенными катодами. Анод представляет собой петлю металлической проволоки, плоскость которой параллельна плоскости катодов. Между анодом и катодами поддерживается разность потенциалов, равная нескольким киловольтам. Кроме того, посредством обычно находящегося за пределами корпуса вакуумметра постоянного магнита между катодами создано магнитное поле. Электроны, эмитируемые из любого из двух катодов, должны перемещаться по винтообразным траекториям благодаря магнитному полю. Достигая в конечном итоге анода, на котором присутствует высокий положительный заряд. На протяжении этого долгого пути электрона многие электроны сталкиваются с молекулами остаточного газа, создавая положительные ионы, которые движутся в более прямом направлении к катодам.

¹ Отношение чувствительности вакуумметра для данного газа к его чувствительности для азота.

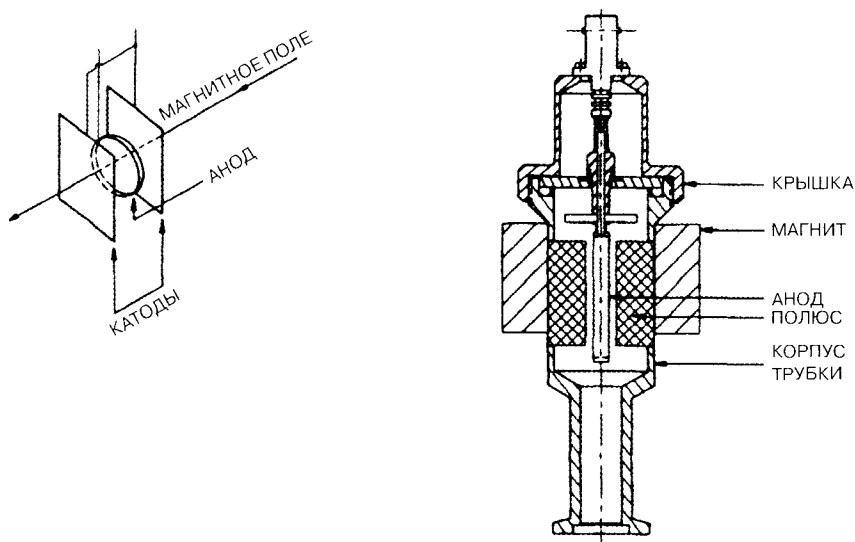


Рис. 19. Вакуумметры Пеннинга

Ток ионизации, полученный таким образом, считывается на чувствительном измерительном приборе тока в единицах давления.

Этот вакуумметр, обладая повышенной прочностью по сравнению с ионизационным вакуумметром с горячим катодом, имеющим стеклянную оболочку, в последние годы снискал популярность для промышленных видов применения. Виды применения включают детекторы течей, вакуумные печи и электронные лучевые сварочные аппараты. Вакуумметр с холодным катодом также известен под названием вакуумметра Пеннинга или ионизационного вакуумметра Филиппса (PIG).

Вакуумметр Пеннинга является прочным, простым и недорогим. Однако сила тока не является линейной функцией давления. Диапазон измерений вакуумметра Пеннинга имеет пределы всего лишь от 10^{-3} до 10^{-6} мм рт. ст. Этот вакуумметр не имеет точности и стабильности, свойственной вакуумметрам с горячим катодом. Пеннинг и Ньенхаус [52] усовершенствовали прибор, воспользовавшись цилиндром в качестве анода с катодными пластинами, расположенными с каждого конца цилиндра и предусмотрев в конструкции цилиндрический магнит. Этот несколько более сложный вакуумметр работает в диапазоне от 10^{-2} до 10^{-6} мм рт. ст. (от 1 до 10^{-4} Па). Даже с учетом усовершенствования конструкции Пеннинга имеют одну проблему: при значениях давления ниже 10^{-5} мм рт. ст. или 10^{-6} мм рт. ст. ионизирующая разрядная операция может быть безуспешной. Если приложить более высокое напряжение, то это действительно будет способствовать пуску, но приводит к полевой эмиссии с ионного коллектора, которая затем устанавливает предел измерению низкого давления.

Редхед расширил диапазон, благодаря применению магнетрона в конструкции [53], а Хобсон впоследствии использовал инверсную конструкцию магнетрона [54]. Эти конструкции расширили диапазон низкого давления до 10^{-12} мм рт. ст. [55] или ниже. При всех этих усовершенствованиях проблемы с нестабильностью, гистерезисом и пуском хотя и уменьшились, но по-прежнему остались [57, 58]. В современных магнетронах используется более упрощенная конструкция без вспомогательного катода.

В самое последнее время был внедрен двойной инверсно-магнетронный вакуумметр [59]. Этот вакуумметр имеет большую чувствительность (ампер/мм рт. ст.), чем другие типы. Он успешно работает при 10^{-11} мм рт. ст. Вакуумметр (рис. 20) состоит из двух соосно намагниченных кольцеобразных магнитов (1), установленных вокруг цилиндра (2) таким образом, чтобы северный полюс одного магнита смотрел на северный полюс другого. Немагнитная распорка (3) установлена между двух магнитов, а для фокусирования магнитных полей используются тонкие подкладки (4). Этот вакуумметр до сегодняшнего дня работает при -10^{-11} мм рт. ст., остается зажженным и снова быстро загорается, когда при этом давлении восстанавливается питание. В сущности, мгновенное повторное зажигание было продемонстрировано путем использования радиоактивного пуска [60].

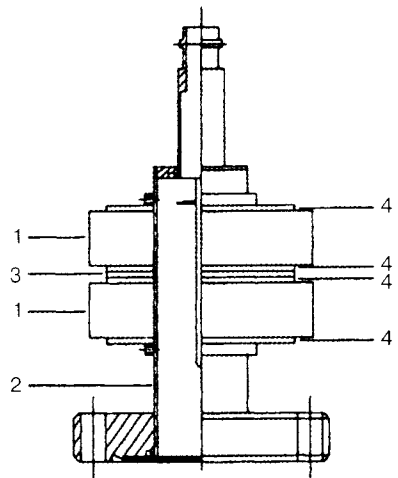


Рис. 20. Двойной инверсно-магнетронный вакуумметр

3.1.3.4. Резонансные вакуумметры¹

Примером вакуумметра резонансного типа является кварцевый фрикционный вакуумметр. Хотя он широко и повсеместно не используется для общего измерения вакуума, один подобный пример рассмотрен отдельно [61].

Можно создать кварцевый генератор для измерения давления посредством смещения резонансной частоты, вызываемого статическим давлением окружающего газа за или увеличением мощности, необходимой для поддержания постоянной амплитуды. Используемый таким образом, он позволяет делать измерения давления, начиная от близкого к атмосферному до приблизительно 0,1 мм рт. ст. Второй метод заключается в измерении резонансного электрического импеданса (полного сопротивления) камертонного генератора. Доказано, что он пропорционален силе трения, создаваемой окружающим газом. Результаты испытаний этого устройства свидетельствуют о точности в пределах $\pm 10\%$ для давления от 10^{-3} до 10^3 мм рт. ст. Длина камертонного генератора колеблется в пределах от 2,5 до 20 мм.

3.1.3.5. Вакуумметры молекулярного торможения (роторные вакуумметры)

Идея измерения давления посредством молекулярного торможения вращающимися устройствами была выдвинута Мейером [62] и Максвеллом [63] в 1865 г. В их устройствах роторы были надеты на проволоку или тонкую нить. Холмс [64] ввел понятие магнитной роторной подвески, что привело к созданию вакуумметра с вращающимся ротором. Бимз [65] и другие открыли использование вращающегося стального шара на магнитной подушке для измерения давления в высоком вакууме. Фремерсей [66] описал интересную историческую эволюцию этого вакуумметра.

Роторные вакуумметры, которые чаще называются вакуумметрами молекулярного торможения [ММТ], стали более популярными с момента своего коммерческого внедрения в 1982 г. [67]. По своему диапазону измерений ММТ находятся между нижним пределом измерений

¹ В российской классификации — кварцевые вязкостные вакуумметры (прим. ред).

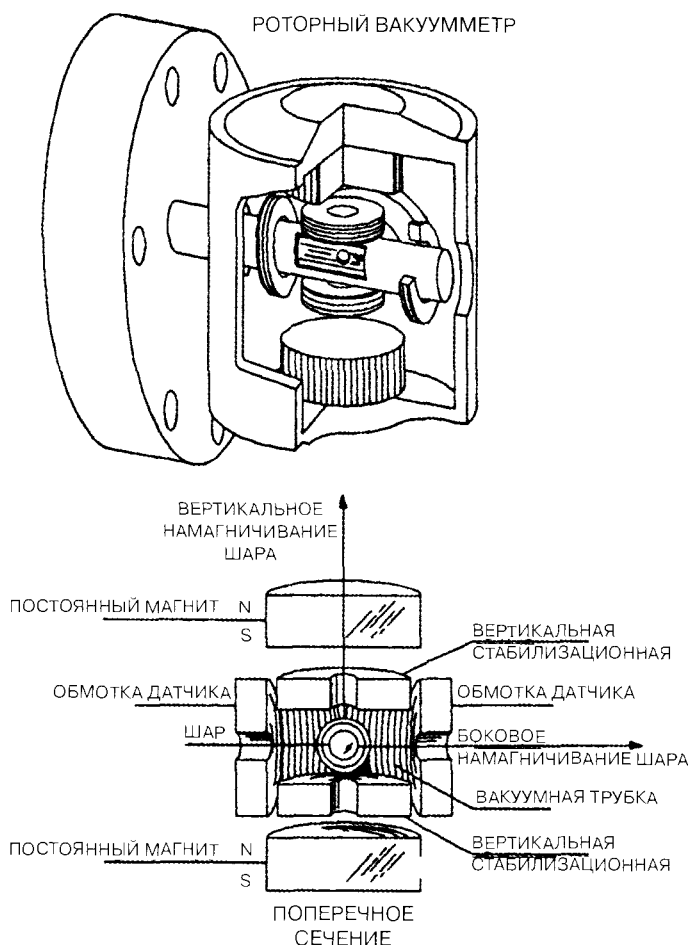


Рис. 21. Вакуумметр молекулярного торможения (роторный вакуумметр)

мембранно-емкостного вакуумметра и верхним пределом ионных вакуумметров с горячим катодом, заполняя, таким образом, важный пробел. Линейная характеристика ММТ лучше, чем у ионного вакуумметра при высоком давлении (10^{-2} — 10^{-4} мм рт. ст.), и теоретически более стабильна, чем у других вакуумметров при более низких значениях давления [68].

В ММТ скорость изменения угловой скорости свободно вращающегося шара пропорциональна давлению газа и обратно пропорциональна средней молекулярной скорости. Угловая скорость определяется снятием приводной силы и последующим измерением напряжения переменного тока, наводимого в обмотках датчика магнитным моментом шара (рис. 21).

Вкратце можно сказать, что маленький ротор (стальной шариковый подшипник), имеющий диаметр приблизительно 4,5 мм, поднимается на магнитной подушке и посредством индукции раскручивается до частоты приблизительно 400 Гц. Шар, заключенный в наперетковую ионизационную камеру, подсоединенную к вакуумной системе, получает возможность двигаться по инерции после выключения индуктивного привода. Затем время вращения шара измеряется посредством синхронизирующего сигнала, наводимого в наборе обмоток датчика компонентом вращения магнитного момента шара. Молекулы газа оказывают тормозящее воздействие на шар, замедляя его со скоростью, заданной давлением р, его молекулярной мас-

сой m , температурой T и коэффициентом передачи импульса σ между газом и шаром. Также имеет место зависящее от давления остаточное торможение (ОТ), создаваемое потерями вихревого тока в шаре и окружающей конструкции. Существуют также температурные воздействия, вызывающие изменение диаметра шара и момента инерции.

В области молекулярного потока давление может определяться из следующего уравнения

$$p = \frac{\pi \rho a^3}{10 \sigma_{\text{ст}}} \left(\frac{\omega'}{\omega} - RD - 2\alpha T' \right), \quad (3)$$

где ρ — плотность материала ротора; a — радиус ротора; ω'/ω — относительная скорость замедления ротора; \bar{c} — средняя скорость молекул газа; α — линейный коэффициент расширения шара; T' — скорость изменения температуры шара.

Все выражения в правой части уравнения можно легко определить, кроме коэффициента аккомодации σ , который зависит от вида поверхности шара и молекулярного сцепления между газом и поверхностью шара. Коэффициент аккомодации σ должен определяться посредством калибровки ММТ по известному стандарту давления или, если повторяемость имеет большее значение, чем точность, путем принятия значения 1 для σ . Диттман и другие [68] выполнили повторные измерения σ на многих шарах в течение нескольких лет. Полученные значения колебались в диапазоне от 0,97 до 1,06 в случае 68 визуально гладких шаров. Принятие значения 1 для σ не вносит большую погрешность и, согласно Фремерею [66], позволяет рассматривать ММТ в качестве первичного стандарта. Контроллер [68] содержит электронное устройство для питания и регулирования подвески и привода, обнаружения и усиления сигнала от обмоток датчика и последующего измерения времени вращения шара. Он также содержит процессор данных, который хранит данные калибровки и рассчитывает давление.

Маккуллох и другие [69] изучили стабильность нулевых показаний ММТ и сделали вывод, что самым значительным фактором, способствующим нестабильности, является изменение температуры ротора. Изменения коэффициента аккомодации были изучены Фремереем [66], а также Космоп и другими [70], и хотя значение не изменяется более чем на несколько процентов, трудно прогнозировать, как будет реагировать конкретный шар на различные виды газа. Невзирая на эти трудности, Диттман и другие [68] отмечают, что краткосрочная стабильность ММТ гораздо меньше 1 %, а долгосрочная составляет порядка нескольких процентов. Хотя эти результаты были получены в почти идеальных лабораторных условиях, аккуратные пользователи смогут воспроизвести эти результаты. ММТ, возможно, является наилучшим имеющимся эталоном сравнения для диапазона давления от 10^{-2} до 10^{-7} мм рт. ст. ($1 - 10^{-5}$ Па), но поскольку он предназначен для лабораторного использования в контролируемых, относительно свободных от вибрации средах, его применение в промышленности крайне ограничено. ММТ — дорогой прибор. Как правило, требуется несколько минут для достижения точных результатов при преимущественно статических условиях, поэтому его используют для исследований и в лабораторных стандартизации.

3.1.3.6. Масс-спектрометры

Теория и практические виды применения масс-спектрометров рассматриваются в подразделе 3.3.5 настоящего справочника. Калибровка масс-спектрометров может осуществляться посредством отождествления интеграла (всей площади под всеми пиками с учетом коэффициентов масштаба) с общим давлением, измеряемым другим вакуумметром (с холодным катодом

или ММТ). После калибровки масс-спектрометр может использоваться в качестве чувствительного монитора давления системы. При мониторинге давления системы важно также знать, какие газы присутствуют. Чувствительность большинства вакуумметров сильно варьируется в зависимости от вида газа.

3.1.3.7. Инструменты для вакуумных измерений

Простые инструменты

Некоторые производители предлагают вакуумные инструменты, которые выполняют одинарные измерения или содержат несколько датчиков одного и того же типа (рис. 22). Они предлагаются либо с аналоговыми, либо с цифровыми дисплеями, аналоговыми выходами «самописца» и реле. Некоторые также имеют выход для непосредственного сопряжения с компьютерами с целью управления процессами.

Комбинированные или модульные инструменты

В тех случаях, когда необходимо измерять большой диапазон давлений, требуется комбинация датчиков различного типа. В этом случае вакуумметры представляют собой сложную измерительную систему. В последнее время эти комбинированные приборы стали появляться в модульном исполнении, с взаимозаменяемыми печатными платами для каждого типа необходимого датчика.

В состав модульного вакуумметра могут входить следующие инструменты:

От 1 до 10 бар	Мембранный вакуумметр (положительное давление)
1—1000 мм рт. ст.	Мембранный вакуумметр
1, 10, 100, 1000, 10 000 мм рт. ст.	Мембранно-емкостный вакуумметр
От 10^{-3} до 1000 мм рт. ст.	Конвекционный вакуумметр
От 1 до 20 000 мм рт. ст.	Термопарный вакуумметр
От 10^{-7} до 10^{-3} мм рт. ст.	Вакуумметр с холодным катодом
От 10^{-11} до 10^{-2} мм рт. ст.	Вакуумметр с холодным катодом
От 10^{-11} до 10^{-3} мм рт. ст.	Вакуумметр с горячим катодом

Примеры этих комбинированных приборов, предлагаемых различными производителями, приведены на рис. 22, а—д.

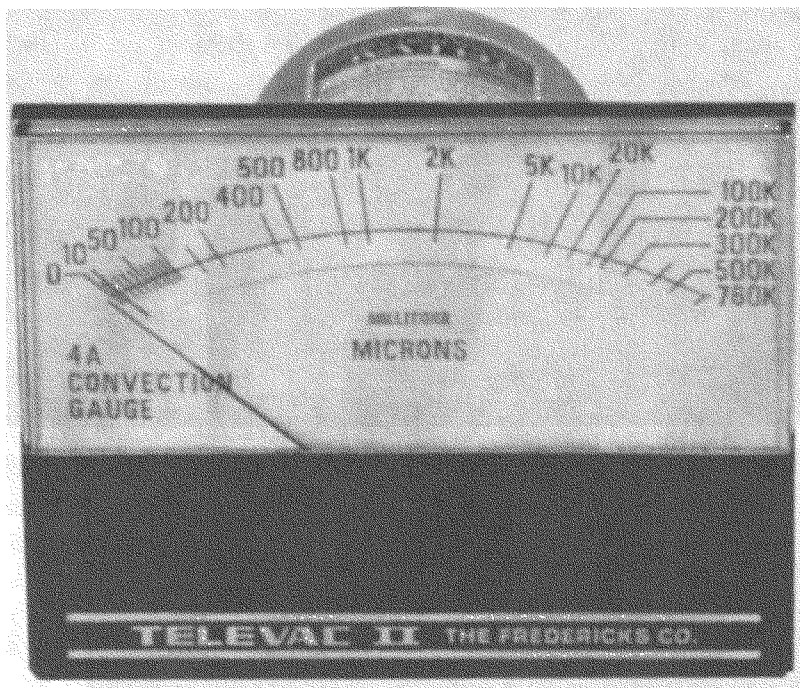
Интеллектуальные трубчатые датчики

Для некоторых видов применения прибор с дисплеем не требуется. В этом случае используется «интеллектуальный» («умный» или «активный») датчик. Датчик содержит свою собственную электронику. Он питается от внешнего источника и обеспечивает выходной сигнал (обычно с напряжением до 10 вольт или цифровой коммуникационный интерфейс). Затем этот сигнал поступает в систему управления пользователя или на компьютер (рис. 24).

3.1.4. Калибровка вакуумметров

Калибровка любого вакуумметра не является неким рутинным мероприятием, а становится все более необходимой процедурой, если учитывать возрастающую сложность вакуумных процессов. Некоторые технологические процессы военной промышленности требуют соблюдения особых стандартов, которые предусматривают калибровку вакуумметров, связан-

а



б

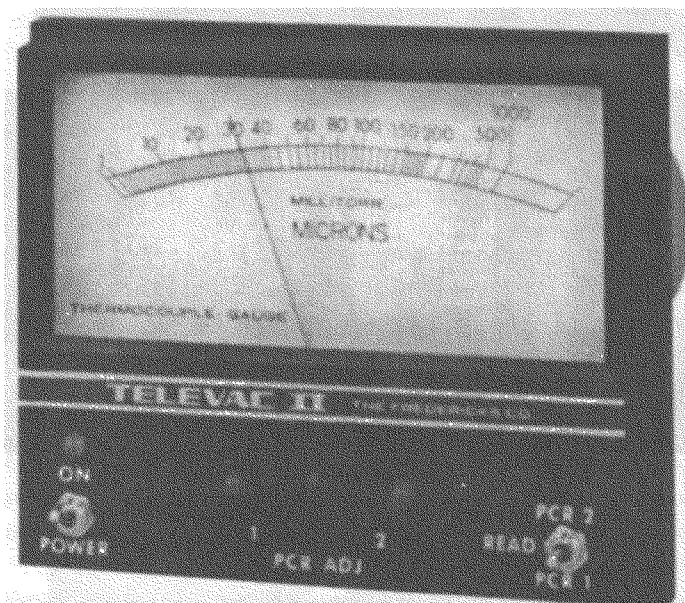


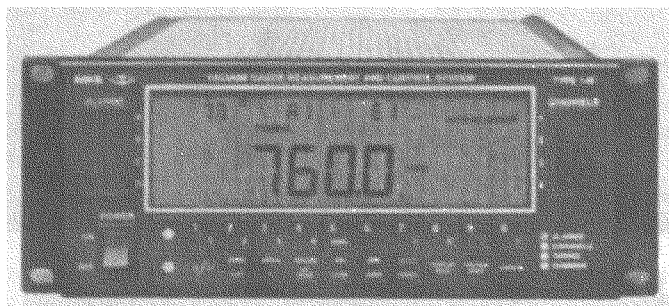
Рис. 22. Простые вакуумметры: а — конвекционный; б — термопарный

ную с лабораториями национальных стандартов. Способность получения вакуумметров, имеющих калибровку, выполненную национальными лабораториями стандартизации или лабораториями, связанными с этими лабораториями, является относительно недавним явлением.

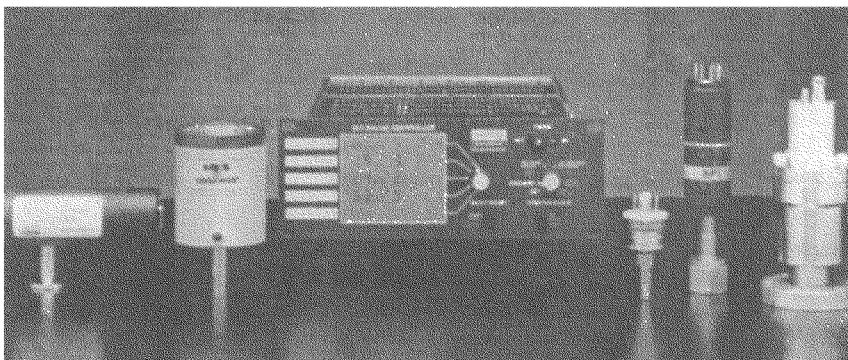
a



б



в



г

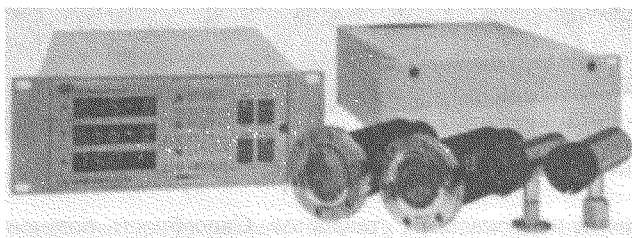


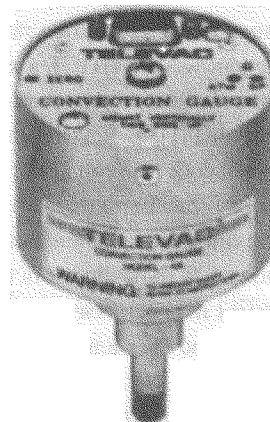
Рис. 23. Комбинированные вакуумметры (источники: *a* — Varian Vacuum Products; *б* — MKS Instruments, Inc.; *в* — MKS Instruments, Inc., HPS Division; *г* — Granville Phillips Company; *д* — Televac)

d



Рис. 23. Окончание

Рис. 24. Интеллектуальные датчики



Предусматривая калибровку вакуумметра, вначале нужно проанализировать диапазон давления, в котором будут вестись измерения. Следующая и, возможно, более трудная задача заключается в определении (если возможно) чувствительности процесса к изменению давления. Эти данные должны позволить оценить точность, необходимую для обеспечения эксплуатации в пределах этого диапазона давления. Для выполнения некоторых операций, таких как вакуумная плавка и простое выпаривание, могут требоваться только знания заданного предела понижения давления. Для этой цели достаточной будет точность 10% или даже 20%. Другие операции, включающие обратное заполнение полностью откачанных камер, могут потребовать значительно более высокой степени точности, равной приблизительно 2%. Возможно, самой важной особенностью любого вакуумметра является повторяемость результатов измерений.

Откалибровать вакуумметр можно путем сравнения его показаний с показаниями стандартного вакуумметра или проведения измерений при фиксированном известном давлении.

В диапазоне от атмосферного давления до приблизительно 0,5 мм рт. ст. использование U-образных вакуумметров того или другого вида калибровки с поправкой на местное атмосферное давление и температуру может обеспечить стандарт, который может использоваться для других вакуумметров с косвенными методами измерений.

В диапазоне от 0,5 мм рт. ст. до 10^{-5} мм рт. ст. компрессионные вакуумметры Мак-Леода с калиброванными объемами могут использоваться в качестве стандартов, но следует проявлять осторожность в отношении исключения конденсируемых паров и возможности ртутного загрязнения датчика и системы. Годами существовала практика, когда просто заявлялось, что вакуумметр был калиброван относительно вакуумметра Мак-Леода с ловушкой. Эта практика больше не считается целесообразной из-за токсичного характера ртути и трудности получения точных воспроизводимых показаний ртутного мениска. Роторный вакуумметр может также использоваться в качестве калибровочного стандарта, как об этом говорилось выше.

В самое последнее время различные национальные лаборатории стандартизации учредили программы, направленные на создание стандартов давления и предоставление услуг калибровки инструментов, в результате чего вакуумметры сертифицируются путем сравнения с этими стандартами давления [72]. Несколько компаний в настоящее время могут предложить услуги по калибровке на основе требований Национального института стандартов и технологии. Предоставляются также и другие калибровочные услуги [73]. Устройства, наиболее часто используемые НИСТ в качестве вторичного калибровочного стандарта в области от 10^{-3} мм рт. ст. и ниже — это роторный вакуумметр и вакуумметр Байярда — Альперта с вольфрамовой нитью [41]. В других национальных лабораториях использовались триодные вакуумметры своей собственной конструкции [74, 75].

Основой процесса стандартизации является получение точно известного давления. Статический метод является самым простым в том смысле, что известному малому объему известного газа (обычно азота или аргона) известного давления, измеряемого вакуумметром с прямыми измерениями, например U-образного, разрешается расширяться до большого объема. Затем, во всех или в большинстве случаев, малому объему расширившегося газа разрешается расширяться до большего объема и т. д., до тех пор, пока не будет получено желаемое давление. Проявляя соответствующую осторожность, можно получить известные значения давления, достигающие до 10^{-7} мм рт. ст., но, что более реально, — до 10^{-5} — 10^{-6} мм рт. ст. Вакуумметры можно откалибровать при конечном давлении или при нескольких значениях промежуточного давления в процессе расширения.

Динамический процесс — это метод, предпочитаемый и используемый НИСТ [71, 72], другими лабораториями национальной стандартизации и некоторыми компаниями. Этот метод является несколько более сложным в том смысле, что в камеру выпускают постоянный поток газа Q . При равновесии $p = Q/S$. Сложность заключается в том, чтобы поддерживать Q и S известными и постоянными. Производство такой системы — это дорогостоящее и требующее много времени предприятие и при наличии откалиброванных приборов в сущности, ненужное.

Литература

1. X. F. O'Hanlon. A User's Guide to Vacuum Technology (Wiley, New York, 1980), p. 47.
2. H. McLeod. Phil. Mag., 47 (1874) 110.
3. C. Engleman. The Fredericks Co., private communication.
4. Wallace and Tiernan Div., Pennwalt Corp., Bellville, NJ.
5. R. W. Hyland and R. L. Shaffer. Recommended Practices of Calibration and Use of Capacitance Diaphragm Gauge for a Transfer Standard. J. Vac. Sci. Tech., A9 (6) (1991) 2843.
6. K. R. Spangenberg. Vacuum Tubes (McGraw — Hill, New York, 1948) p. 766.



7. S. Dushman. *Scientific Foundations of Vacuum Technique* (2nd ed.), edited by J. M. Lafferty (Wiley, New York, 1962), p. 220.
8. W. Steckelmacher and B. Fletcher. *J. Physics E.*, 5 (1972) 405.
9. W. Steckelmacher. *Vacuum*, 23 (1973) 307.
10. A. Beiman. *Total Pressure Measurement in Vacuum Technology* (Academic Press, Orlando, FL 1985).
11. Granville — Phillips. 5675 Arapahoe Ave., Boulder, CO 80303.
12. Televac Div., The Fredericks Co., 2337 Philmorit Ave., Huntingdon Valley, PA 19006.
13. Granville — Phillips Data Sheet 360127, March 1995.
14. Televac US Patent No. 5351551.
15. O. E. Buckley. *Proc. Nat. Acad. Sci.*, 2 (1916) 683.
16. M. D. Sarbey. *Electronics*, 2 (1931) 594.
17. R. Champeix. *Physics & Techniques of Electron Tubes*, Vol. 1 (Pergamon Press, New 1961), pp. 154—156.
18. N. Morgulis. *Physik Z. Sowjetunion*, 5 (1934) 407.
19. N. B. Reynolds. *Physics*, 1 (1931) 182.
20. J. H. Leck. *Pressure Measurement in Vacuum Systems* (Chapman & Hall, London, 1957), pp. 70—74.
21. S. Dushman and C. G. Found. *Phys. Rev.*, 17 (1921) 7.
22. E. K. Jaycock and H. W. Weinhart. *Rev. Sci. Instr.*, 2 (1931) 401.
23. G. J. Schulz and A. V. Phelps. *Rev. Sci. Instr.*, 28 (1957) 1051.
24. Japanese Industrial Standard (JIS-Z-8570), Method of Calibration for Vacuum Gauges. Electro technical Laboratory, Sakura-mura, Niihari, Ibaraki 305, Japan.
25. J. W. Leck, p. 69.
26. W. B. Nottingham. *Proc. 7th Ann. Conf. on Physical Electronics* (Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, MA, 1947).
27. H. A. Steinhertz and P. A. Redhead. *Scientific American*, 206(3) (March 1962), p. 78.
28. R. T. Bayard and D. Alpert. *Rev. Sci. Instr.*, 21 (1950) 571.
29. O. A. Weinreich. *Phys. Rev.*, 82 (1951) 573.
30. O. A. Weinreich and H. Blecher. *Rev. Sci. Instr.*, 23 (1952) 56.
31. H. C. Hseuh and C. Lanni. *J. Vac. Sci. Technol.*, A5 (September — October 1987) 3244.
32. T. S. Chou and Z. Q. Tang. *J. Vac. Sci. Technol.*, A4 (September — October 1986) 2280.
33. P. A. Redhead. *Rev. Sci. Instr.*, 31 (1960) 343.
34. G. H. Metson. *Br. J. Appl. Phys.*, 2 (1951) 46.
35. J. J. Lander. *Rev. Sci. Instr.*, 21 (1950) 672.
36. P. A. Redhead. *J. Vac. Sci. Technol.*, 3 (1966) 173.
37. J. Groszkowski. *Le Vide*, 136 (1968) 240.
38. L. G. Pittaway. *Philips Res. Rept.*, 29 (1974) 283.
39. D. Blechshmidt. *J. Vac. Sci. Technol.*, 10 (1973) 376.
40. P. A. Redhead. *J. Vac. Sci. Technol.*, 6 (1969) 848.
41. S. D. Wood and C. R. Tilford. *J. Vac. Sci. Technol.*, A3 (May — June 1985) 542.
42. C. R. Tilford. *J. Vac. Sci. Technol.*, A3 (May — June 1985) 546.
43. P. C. Arnold and D. G. Bills. *J. Vac. Sci. Technol.*, A2 (April — June 1984) 159.
44. P. C. Arnold, and S. C. Borichevsky. *J. Vac. Sci. Technol.*, A12 (March — April 1994) 568.

45. D. G. Bills, *J. Vac. Sci. Technol.*, **A12** (March — April 1994) 574.
46. C. R. Tilford, A. R. Filippelli, et al. *J. Vac. Sci. Technol.*, **A13** (March — April 1995) 485.
47. P. C. Arnold, D. G. Bills, et al. *J. Vac. Sci. Technol.*, **A12** (March — April 1994) 580.
48. ETI Division of the Fredericks Co. Gauge Type 8184.
49. X. A. Flaim and P. D. Owenby, *J. Vac. Sci. Technol.*, **8** (1971) 661.
50. J. F. O'Hanlon, p. 65.
51. F. M. Penning, *Physica*, **4** (1937) 71.
52. F. M. Penning and K. Nienhaus, *Philips Tech. Rev.*, **11** (1949) 116.
53. P. A. Redhead, *Can. J. Phys.*, **36** (1958) 255.
54. P. Hobson and P. A. Redhead, *Can. J. Phys.*, **33** (1958) 271.
55. NRC type 552 data sheet, Varian Associates, Lexington, Mass., February 1973. I. N. Ofasako, *J. Vac. Sci. Technol.*, **20**(4) (April 1982) 1153. ; 56, D. Pelz and G. Newton, *J. Vac. Sci. Technol.*, **4** (1967) 239.
57. K. N. Peacock, N. T. Peacock, and D. S. Hauschulz, *D.S. J. Vac. Sci. Technol.*, **A9** (May — June 1991) 1977.
58. E. Drabetsky, D. R. Taylor, and W. H. Bayles, Jr. Amer. Vac. Soc. New Eng. Chapter, 1993 Symposium. Unpublished paper.
59. B. R. Kendall and E. J. Drabetsky, *J. Vac. Sci. Technol.*, **A14** (May-Jun 1996), p. 1292.
60. M. Ono, K. Hirata, et al. Quartz Friction Vacuum Gauge for Pressure Range from 0.001 to 1000 Torr, *J. Vac. Sci. Technol.*, **A4**(3) (May — June 1986) 1728.
61. Meyer, *Pogg. Ann.*, **125** (1865) 177.
62. J. C. Maxwell, *Phil Trans. R. Soc.*, **157** (1866) 249.
63. T. Holmes, *Rev. Sci. Instrum.*, **8** (1937) 444.
64. Beams, J. L. Young, and J. W. Moore, *J. Appl. Phys.*, **17** (1946) 886.
65. J. K. Fremery, *Vacuum*, **32** (1946) 685.
66. VNIST, Vacuum Calibrations Using the Molecular Drag Gauge, Course Notes, April 15—17, 1996, National Institute of Standards and Technology.
67. Dittman, B. E. Lindenau, and C. R. Tilford, *J. Vac. Sci. Technol.*, **A7** (November-December 1989) 3356.
68. K. E. McCulloh, S. D. Wood, and C. R. Tilford, *J. Vac. Sci. Technol.*, **A3** (1985) 1738.
69. G. Cosma, J. K. Fremery, B. Lindenau, G. Messer, and P. Rohl, *J. Vac. Soc. Technol.*, **17** (1980) 642.
70. C. R. Tilford, S. Dittman, and K. E. McCulloh, *Vac. Sci. & Technol.*, **A6** (1988) 2855.
71. S. Dittman, NIST Special Publication 250—34 (1989), National Institute for Standards and Technology, Gaithersburg, MD 20899.
72. National Conference of Standards Laboratories, Boulder, CO, National Conference of Standards Laboratories, 1800 30th St., Suite 305B, Boulder.
73. M. Hirata, M. Ono, H. Hojo, and K. Nakayama, *J. Vac. Sci. Technol.*, **20**(4) (April 1982) 1159.
74. H. Gantsch, J. Tewes, and G. Messer, *Vacuum*, **35**(3) (1985) 137.
75. S. Dushman and A. Young, *Phys. Rev.*, **68** (1945) 278.
76. S. Wegener and C. Johnson, *J. Sci. Instr.*, **28** (1951) 278.
77. L. Riddiford, *Sci. Instr.*, **28** (1951) 375.
78. G. J. Schulz, *Appl. Phys.*, **28** (1957) 1149.
79. Electron Technology Inc. Div., The Fredericks Co. Private communication.

3.2. Масс-анализ и измерение парциального давления

Дасло В. Линковскини

GE Lighting

3.2.1. Общие сведения

Существует ряд ситуаций, когда требуется больше информации, чем может предоставить вакуумметр общего давления. Часто настоящей проблемой является состав остаточных газов, изменение состава или значения парциального давления некоторых компонентов.

Когда давление образца газа является близким к атмосферному, можно выбрать метод анализа из нескольких существующих методов. Одним из таких методов является масс-анализ. Однако при низких значениях давления или когда масса образца слишком мала, анализаторы парциального давления (АПД) сталкиваются с небольшой сложностью. В данном разделе приведено общее описание АПД, описаны некоторые области применения и даны определения терминов, используемых при описании прибора. В последующих разделах дается описание главных элементов АПД: системы ввода образца, источника ионов, анализатора и детектора. Система ввода преобразует давление образца в вакуум, уровень которого приемлем для понижения, и направляет образец к источнику ионизации. Источник ионов создает ионы из нейтрального газа для последующего разделения электрическим или магнитным полем. Анализатор отделяет ионы в зависимости от соотношения массы к заряду (M/Q , также называемого «массовым числом»). В случае пространственного разделения ионы, созданные в то же самое время, вынуждены перемещаться по различным траекториям в зависимости от отношения массы к заряду. Ионы с траекториями, ведущими к детектору, обеспечивают ионный сигнал, другие теряются. Разделение во времени – это другой метод: ионы, созданные в одно и то же время, движутся с различными значениями скорости в зависимости от соотношения массы к заряду, достигая детектора в разное время. Наконец, детектор преобразует ионный сигнал в легко измеряемый электрический ток. Преимущества и ограничения этих вариантов указываются ниже, а также рассматриваются некоторые базовые принципы.

В масс-анализаторе, как в самом чувствительном ионном вакуумметре, используются ионы (в подавляющем большинстве случаев положительные ионы), образовавшиеся из атомов образца или молекул, для получения сигнала. В то время как ионный вакуумметр измеряет все ионы, не отличая их друг от друга, секция анализатора в масс-спектрометре будет проводить разделение видов газа на основе соотношения массы к заряду (M/Q): например, двузарядный ион наиболее распространенного изотопа $^{40}\text{Ar}^{2+}$ имеет номинальное массовое число $M/Q = 20$. Отношение массы к заряду в качестве первичной координаты измерения представляет собой важную проблему масс-спектрометрии: сигнал при данном отношении массы к заряду необязательно будет соответствовать определенному виду газа ($M/Q = 20$ может иметь $^{40}\text{Ne}^{+}$; $M/Q = 28$ может иметь CO^{+} , N_2^{+} , Si^{+} или C_2H_4^{+} ; $M/Q = 44$ может иметь CO_2^{+} или N_2O^{+} и т. д.).

Проблема может быть даже более сложной. Вид иона одного компонента появляется с различными массовыми числами не только из-за изотопов, но также потому, что различные виды газов создаются самим процессом ионизации (называемым *фрагментацией*: например, CO_2 может иметь такие ионы, как C^{+} , $M/Q = 12$; CO^{+} , $M/Q = 28$; O^{+} , $M/Q = 16$; O_2^{+} , $M/Q = 32$ и CO_2^{+} , $M/Q = 44$ «родительский ион»).

В табл. 1—5 содержатся нормализованные спектры различных веществ (величина наиболее распространенного пика равна 100). Также приведены атомная или молекулярная масса, относительная чувствительность наиболее распространенного пика по сравнению с $^{40}\text{Ar}^{2+}$ (относит. чувст.) и изотопные соотношения. Спектры и значения относительной чувствительности приведены только для иллюстративных целей — они зависят от конструкции прибора и установок. (Приведенные значения измерены при энергии электрона 70 электрон-вольт, $\Delta m = 1$ режим постоянной ширины пика квадрупольного масс-спектрометра.)

Тем не менее могут потребоваться определенный опыт, таблицы изотопов и стандартные спектры для интерпретации этой информации. Несмотря на (или в некоторых случаях из-за) этих тонкостей, масс-анализаторы успешно используются для различных измерений, начиная с воздуха и заканчивая вакуумом.

3.2.1.1. Виды применения

Измерение количества веществ, загрязняющих воздух, когда состав примесей неизвестен, может представлять проблему для газовой хроматографии, для которой требуются оборудование, детекторы и т. д. Вымораживание — метод масс-спектрометрии с использованием термического анализа — способен выделять примеси, в частности такие, как фреоны и углеводороды при уровнях ниже части на миллион [1]. При поиске аномальных и, возможно, токсичных загрязняющих веществ, использование программы кластер-анализа и масс-спектров стандартной библиотеки может помочь в их выделении или, по крайней мере, классификации [2]. Калибровка инструментов для измерения нестабильных атмосферных компонентов, в частности таких, как озон, требует специальных процедур [3], а также она необходима и масс-спектрометрам, которые запускаются на шарах для измерения высотных профилей стандартных компонентов атмосферы [4].

Экологическая оценка и мониторинг опасных компонентов атмосферы в реальных условиях, как правило, предполагают сочетание газового хроматографа — масс-спектрометра (ГХ-МС), где ГХ используется для грубого разделения, а МС — для точного разделения и обнаружения. Существуют портативные приборы для анализа на месте с использованием квадрупольных анализаторов или квадрупольных ионных ловушек [5] (см. подраздел 3.2.4.1).

Биохимический анализ включает в себя ферментацию, экологический мониторинг и контроль, кинетику и механизм ферментных реакций для определения констант скорости, параметры физиологии растений — измерение газового обмена (метаболизма) и т. д. Масс-спектрометры с мембранным впуском стали хорошим инструментом, способным осуществлять онлайн-мониторинг растворенных в воде газов и органических соединений с малой молекулярной массой. Если органические молекулы проникают в вакуумную камеру через мембрану, сигнал представляет собой наложение информации о двух переходных процессах, где один отражает реакцию мембраны, а другой — процессы адсорбции/десорбции на вакуумных стенках. Поэтому конструкция впускной системы имеет критическое значение [6]. Многокомпонентный анализ с многоканальным отбором пробы из газовой и жидкой фаз способен вести мониторинг или контроль за процессами ферментации (брожения) [7, 8, 9]. В исследованиях физиологии растений соответствующее устройство отбора проб позволяет проводить измерения в живом организме, не влияя на газовый метаболизм. Еще одним примером может служить анализ воздействия сельскохозяйственных химикатов на урожайность растений [10].

Анализ изотопных отношений — это классическая область масс-спектрометрии магнитного сектора, где также используются квадрупольные масс-спектрометры [11]. Анализ постоянно отрабатывается и совершенствуется в целях измерения изотопных эффектов в благородных газах для изучения естественных или индуцированных в лаборатории ядерных процессов [12] или для изучения изотопов легких элементов, таких как водород, углерод, кислород, сера и азот в земных или внеземных геологических веществах [13]. Приборы квадрупольного типа были испытаны для таких видов применения, как возможная ядерная защита, требующая мобильного измерения изотопа урана. В установках соответствующего типа была получена решающая способность, равная 233, и изотопическая чувствительность, равная 3500 [14]. Очевидно, что анализ изотопного отношения — это область, в которой могут возникать вышеупомянутые сложности, касающиеся интерпретации спектра (например, изотопы кислорода ^{16}O , ^{17}O , ^{18}O , измеренные при $M/Q = 32, 33, 34, 35, 36$, приводят в результате к получению набора линейных уравнений — молекулы и $^{16}\text{O}^{18}\text{O}$, и $^{17}\text{O}^{17}\text{O}$ способствуют пиковому значению при $M/Q = 34$) [15].

В анализе состава газа и анализе чистоты объемных образцов газа обычно используется периодический выпуск для определения состава газа или следовых примесей. Анализ состава газа обычно требует тщательных процедур калибровки для обеспечения количественных результатов [16], в основном в силу фракционирования/нефракционирования потока газа при выпуске или в вакуумной системе [18]. Количество примесей может быть измерено в пределах диапазона 10 частей на миллион. Анализ электронных газов представляет особые трудности в силу коррозионной, токсичной и реактивной природы участвующих в процессе газов. Проблемы, связанные с образцами, заключаются в потере незначительных компонентов и добавлении загрязняющих веществ в результате процессов адсорбции/десорбции, реакций с компонентами прибора, возможно, приводящих к ухудшению эффективности работы, реакций ионов и молекул, выпуске газов посредством электронной, ионной бомбардировки поверхностей или бомбардировки их нейтральными молекулами [19]. Приемы, направленные на сведение этих эффектов к минимуму, включают быстрый поток газа в системе транспортировки и обработки образца, дифференциальную откачку ионизатора и массовый фильтр для поддержания высокого давления в ионизаторе при сохранении давления анализатора на низком уровне, а также прерывание луча с синхронным детектированием, чтобы можно было отличить сигнал пробы от фона [20]. При уровне ниже 10 частей на миллион требуются специальные процедуры, в частности методы предварительного концентрирования либо с помощью вымораживания (He в N_2 , и H_2 в Ar) [21], либо с помощью химических методов (измерение следов примесей в кислороде путем химического удаления кислорода с помощью сплава NaK) [22], либо в некоторых случаях увеличения рабочего предела высокого давления спектрометра (CO_2 в N_2) [23]. При попытке достижения уровня частей на миллиард успешно использовалась комбинированная система газового хроматографа — масс-спектрометра для обнаружения следов газа в газах высокой чистоты, применяемых в производстве полупроводников (H_2 , N_2 , CO , Ar, SiH_4 , N_2O и т. д.) [24]. В самом чувствительном методе, который существует, используется предварительная ионизация примесей посредством механизма передачи заряда в камере высокого давления масс-спектрометра с ионизацией при атмосферном давлении (APIMS), что позволяет производить измерение количества примесей сверхчистых газов на уровнях частей на триллион. Этот метод является последним словом в области анализа следовых газов [25].

Обнаружение течей — встроенная функция многих современных систем анализаторов парциального давления. Обнаружение течей или проверка герметичности вакуумных камер — это вездесущая проблема вакуумных работ, и существуют случаи, когда традиционные гелиевые детекторы течей представляют собой худшее решение по сравнению с масс-анализаторами. В больших и сложных вакуумных системах, таких как завод по обогащению урана газовым центрифугированием в Огайо, установки которого состояли из трубопровода длиной более 1000 км и объема вакуумной камеры 10^6 л, проблемы улавливания и просачивания гелия через уплотнительные кольца делают традиционные испытания на герметичность очень неэффективным методом. Вместо этого была изготовлена специальная тележка для испытания на наличие воздушных течей, которая может подсоединяться к большому количеству портов системы и позволяет изолировать негерметичные секции за счет манипуляции с клапанами в соответствующей зоне [26]. Испытания на наличие течей герметичных изделий могут быть также реализованы для проверки качества с производительностью 6000 единиц в день (проверка герметичности капсул, заполненных фреоном) [27].

Применение в медицине представлено примерами диагностики определенных заболеваний посредством наблюдения за реакцией дыхательной системы на газы различной растворимости в кровотоке или посредством мониторинга концентрации анестезирующих газов (в частности галотана, пентрана, закиси азота) в интересах безопасности пациентов и операционного персонала [28, 29]. Газовые датчики для мониторинга уровня газов крови могут быть мембранного типа — катетеры или преобразователи-датчики, измеряющие уровень газа, диффундирующего через кожу. Требования к этим устройствам заключаются в скорости реакции на изменения пробы, стабильности результатов [30, 31], что осуществляется посредством правильной конструкции системы ввода пробы газа [32].

В *металлургическом производстве* масс-спектрометры вынуждены конкурировать с приборами инфракрасной абсорбции для определения оксида и диоксида углерода. Преимущества, обеспечиваемые методом масс-анализа при определении состава выхлопных газов, контроля вакуумного металлургического или сталеплавильного процесса, состоят в скорости, а также полном и непрерывном анализе многокомпонентных смесей посредством одного прибора (включая прямое определение уровня азота) [33]. Затруднение, связанное с интерпретацией взаимного наложения пиковых значений двух важных газов, азота и оксида углерода ($M/Q=28$), появляется снова, но зависимость ковариантной матрицы от электрических характеристик спектрометра может помочь в решении конкретных проблем и достичь максимальной точности [34]. Масс-анализатор также использовался для анализа готовой продукции, например, содержание газа в стали или других металлических изделиях измеряется посредством плавления образцов и одновременного определения уровня оксида углерода, азота и водорода в диапазоне нескольких частей на миллион [35].

Измерение скорости *газовыделения* и проницаемости обычно включает масс-анализ для определения основных видов газа, способствующих измерению скорости газовыделения различных металлов и керамики [36]. При измерении выделения газа из пластмасс (плексигла, полистирол, тефлон) [37] и эластомеров (витон, пербунан, силастомер и других органических веществ, иногда используемых в вакуумных работах, в частности, аралдита, нейлона, полиэтилена, ПТФЭ) [38], знание массовых чисел газов, участвующих в газовыделении, по крайней мере имеет такое же значение, как и знание скорости газовыделения. Хотя за исключением полиэтилена и ПТФЭ основным компонентом в большинстве случаев является вода.

Связанное с плазмой применение масс-анализа включает в себя распознавание видов ионов для исследования газовых плазм (NeAr и NeKr) [39], отбор проб светящихся разрядов, исследование аспектов работы газового CO_2 -лазера [40], определение парциального давления или анализ потока газа в термоядерных устройствах (Испытательный ядерный реактор «Токамак» (Нью-Джерси) [41], эксперимент по созданию осесимметричного дивертора (Германия) [42] (Общий европейский тор) [43]). Масс-спектрометры используются здесь в качестве диагностического инструмента для оптимизации и технологического мониторинга процедур кондиционирования стенок светящимся разрядом в различных вариантах очистки, в частности таких, как импульсные разряды или светящиеся разряды постоянного тока. (Сами эксперименты синтеза создают сильные магнитные поля, делающие невозможным использование стандартных анализаторов вблизи от плазменного резервуара.) Две основные категории таких исследований следующие: (1) анализ парциального давления, отбор проб летучих продуктов реакции, представляющих собой интегрированные эффекты взаимодействий плазмы и стенки, и (2) анализ плазменного потока, отбор проб нейтральных плазменных частиц, поступающих потоком напрямую в спектрометр [44]. Хотя последний метод требует более сложных и совершенных вакуумных соединений и связи между плазмой и спектрометром, он позволяет выполнять энергетический анализ видов плазмы. Поскольку источники ионов обычно работают вблизи предела высокого давления (10^{-4} мм рт. ст. $\sim 10^{-2}$ Па), водородное кондиционирование можно использовать для сокращения уровней остаточного газа [45]. В литературе сообщалось о сокращении долгосрочных изменений чувствительности в результате использования вольфрамовой нити (в отличие от рения) и о работе при постоянной температуре [46]. Вопрос наложения пиков в плазмах водорода, дейтерия, трития (H_2 , D_2 , T_2 , HD , HT , DT , ^3He , ^4He , которые все попадают в диапазон $M/Q = 1-6$) может быть решен за счет использования зависимости присутствия вида газа от настроек прибора (например, установка энергии электронов, обеспечивающая разделение гелия и водорода, а в случае квадрупольных приборов — установка потенциала оси поля, обеспечивающая отделение молекулярных ионов от ионов-фрагментов) [47].

Контроль технологических процессов может представлять собой самую крупную область применения масс-спектрометров. Мониторинг качества семи основных компонентов природного газа для контроля станций смешивания с помощью масс-анализа производился гораздо быстрее и более тщательно, чем при использовании альтернативных технологий (газовой хроматографии, инфракрасной технологии). Общими характеристиками, делающими привлекательным масс-анализ как технологический процесс, являются скорость анализа, комплексность — способность адаптации к широкому диапазону анализов при минимальной модификации (в отличие от газовой хроматографии), прочность (специально изготовленных приборов) и надежность. Что касается стоимости, технология масс-спектрометрии является, как правило, более дорогой, чем существующие специфические приборы, а также существуют некоторые ограничения ее специализации (например способность различать изомеры) [48].

Однако существует одна область, где ее широкое применение является неоспоримым — производство полупроводников и осаждение тонкой пленки. Виды применения масс-анализа включают мониторинг или контроль процессов металлизации напылением и химическим осаждением из паровой фазы. Определение момента завершения операции в процессах плазменного травления — это одна из наиболее важных характеристик. При металлизации типичные значения давления рабочей атмосферы приближаются к 10^{-2} мм рт. ст. (~ 2 Па). Обычно здесь требуется этап понижения давления (через отверстие) и дросселирование вакуумного насоса для ми-

нимизации эффектов предпочтительной откачки. Калибровка коэффициента чувствительности масс-спектрометра *in situ* позволяет идентифицировать примеси, которые могут иметь значительное воздействие на свойства полупроводника [49]. Уровни окисляющих компонентов рабочей атмосферы при металлизации, такие как вода и кислород, как правило, должны контролироваться на уровне частей на миллион. Преимуществом выпуска рабочей атмосферы при металлизации без этапа уменьшения давления является предотвращение больших ошибок в измерении фоновых газов [50]. Недавно вошедшие в практику подходы предусматривают открытие области формирования ионов непосредственно воздействию высокого технологического давления, в то время как нить и масс-анализатор, поддерживаемые при высоком вакууме, подсоединяются через малые отверстия к области ионизации [51]. Удаление горячих нитей из области ионизации сокращает технологическое взаимодействие газа и нити и снижает вероятность ухудшения работоспособности прибора (например осаждение металла на изоляторах при использовании WF_6). Также улучшается стабильность, поскольку колебания откачки оказывают очень незначительное воздействие на давление проб, а колебания давления пробы оказывают незначительное воздействие на производство электронов или эффективность разделения ионов. Устойчивость анализатора к загрязнению и его чувствительность могут быть дополнительно улучшены за счет использования схемы тройного фильтра, в которой фильтры предварительной и последующей очистки являются радиочастотными [52]. Мониторинг в реальном времени содержания продуктов реакции дает возможность динамической оптимизации параметров процесса. Основой для обнаружения конца операции является скорость изменения состояния продуктов реакции между субстратом и смесью газа травления (в частности изменение SiF_4 при травлении SiO_2 перфторуглеродами или образование CO_2 , что является сигналом конца операции и удаления фоторезиста с помощью кислородной плазмы) [53].

Квадрупольные масс-спектрометры используются также в качестве датчиков скорости при мониторинге процессов осаждения в условиях сверхвысокого вакуума (например испарение с помощью электронного источника в системах молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ)). Заметными преимуществами является большая чувствительность, большая ширина полосы и возможность мультиплексирования (мониторинг нескольких источников одновременно путем переключения между различными массовыми числами), большой динамический диапазон для измерения скорости и низкие потребности в техническом обслуживании. Ограничения заключаются в возможной нестабильности этого сложного прибора и необходимости отдельного фланца, на котором прибор должен вставляться относительно глубоко в камеру. Кроме того, угол обзора может быть недостаточно широким, точка осаждения может быть дальше от точки измерения и время стабилизации масс-спектрометра при новом массовом числе может быть продолжительным в мультиплексном режиме [54, 55]. Для идентификации вида присутствующего пара и измерения плотности частиц в аппарате МЛЭ был разработан время-пролетный метод [56].

Масс-спектрометрический контроль загрязнений технологических газов, используемых при изготовлении электронного устройства, требует решения нескольких вопросов, относящихся к реактивной и коррозионной природе этих газов. Эффекты памяти, взаимодействия с поверхностью, а также реакции в области источника ионов или анализатора, а также в системе откачки должны сводиться к минимуму наряду с возможными реакциями между ионами и молекулами. Предлагаемая установка состоит из системы впуска молекулярного пучка с механическим прерывателем и синхронным детектированием, а также комбинации турбомолеку-

лярного и двухступенчатого крионасоса с охлаждением жидким гелием — для обеспечения низкого фона требуется поверхность при 14 К, закрывающая источник ионов [57].

В этой связи следует упомянуть метод, называемый *эмиссионной спектроскопией электронного возбуждения*. Этот метод позволяет вести селективный мониторинг значений парциального давления газов путем обнаружения их линий излучения в оптическом диапазоне в результате возбуждения посредством бомбардировки электронами. Этот принцип используется в некоторых контроллерах парциального давления, а также в некоторых мониторах вакуумного осаждения. Простой порядок калибровки, высокая стабильность и нечувствительность ее системы обнаружения к электрическим помехам или заряженным частицам (в частности таким, как в электронно-лучевых испарителях) обеспечивают преимущества по сравнению с принципами работы масс-спектрометрии [58, 59, 60].

Анализ герметизированного образца газа посредством разбивания, прокалывания или плавления образца применяется в различных отраслях промышленности, в частности таких, как производство микроэлектроники, стеклянной или светотехнической продукции в качестве инструмента контроля качества или инструмента исследований/разработок. В полупроводниковых устройствах влага, как правило, доставляет самые большие проблемы, потому что она может создавать поверхностные слои, нежелательную электропроводность и приводить к интерметаллическому росту, в конечном итоге к коррозии и отказу изделия. Несмотря на то, что имеются неразрушающие методы (датчик проводимости поверхности, тест соотношения емкости), а также разрушающие оптические методы контроля (в частности инфракрасная спектроскопия или в самое последнее время — абсорбция перестраиваемого диодного лазера и внутрирезонаторная лазерная спектроскопия) [61], масс-спектрометрия с электронной бомбардировкой или химической ионизацией является предпочтительной в качестве инструмента для разработки комплексной технологии или анализа отказов [62]. Причины — это главным образом чувствительность и способность предоставлять информацию о виде вещества, кроме влажности, которая может присутствовать в результате использования плохо отвердевших смол, использования чистящих растворителей, осушителей и т. д. Некоторые лаборатории регулярно контролируют 32 массовых числа [63]. Главная проблема, касающаяся точности измерения, вытекает из эффектов стенок — адсорбции/десорбции влаги и других нелетучих компонентов. Поэтому основное значение имеет соответствующая калибровка «разрыва», имитирующая прокол пакета и последующий выпуск его газообразного содержимого либо посредством стандартных пакетов влаги [64], либо посредством использования контролируемого аппарата введения влаги с соответствующим образом управляемыми схемами клапанов [65, 66]. Другой подход заключается в попытке уйти от проблемы эффекта стенки за счет химической и количественной конверсии влаги и генерирования простых неадсорбирующих продуктов газа. Используемые реагенты — это гидрид натрия или кальция, производящий водород, нитрид магния или амид натрия, производящие аммиак, и карбид кальция, производящий ацетилен [67].

Измерение газов, адсорбированных стеклом, представляет интерес для стеклянной промышленности. Аналитическая процедура дополнительно осложняется воздействием механического удара при разбивании стекла (десорбция), поверхностными эффектами, относящимися к разбитому стеклу [68]. Хотя отмечалась незначительная адсорбция либо азота, либо кислорода поверхностью разбитого стекла, адсорбция SO_2 , CO_2 и влаги может быть значительным источником ошибок. Наблюдаемое внезапное падение сигнала CO_2 сопровождается появлением

CH_4 — реакция конверсии была предложена в качестве объяснения [69]. Две основные схемы, используемые для анализа таких образцов, — это так называемая «статическая», когда вакуумные насосы переключаются, и «динамическая», когда вакуумные насосы включены [70].

Анализ источников электрического света поднимает аналогичные вопросы. В целях расширения чувствительности за пределы диапазона ниже уровня величин, выражаемых в частях на миллион, для ламп накаливания может использоваться криогенная технология предварительной концентрации [71]. В этой отрасли измерение влаги также представляет большой интерес, поскольку это является причиной почернения в лампах накаливания, возможно, короткого срока службы галогенных ламп и причиной проблем пуска в источниках выброса. В литературе описано несколько методик взятия пробы для определения содержания влаги в гигроскопичных ампулах с йодной смесью, используемых в дозировании галидных разрядных ламп [72]. В этих изделиях, а также в герметизированных электрических контактах (герконовых реле) сам процесс герметизации изменит загрязняющие вещества посредством различных реакций при высокой температуре, но дозированные примеси обеспечат основу для устранения неисправности (например CO , CO_2 , указывающие на O_2 и т. д.) [73, 74]. Измерения заполнения газом микросфер-мишеней лазерного синтеза — это пример определения крайне малого количества газа ($<10^{-9}$ л), где использовалась масс-спектрометрическая методика замкнутого объема [75]. Существуют коммерческие и специализированные системы для анализа захваченных образцов газа (корпусы ИС, лампы, включения в стекло), характеризующиеся пределами обнаружения, находящимися в диапазоне низких значений в частях на миллион и объемами образца, достигающими до 10^{-9} л [76].

В случае стекла технологией, являющейся альтернативой механическим дробилкам и устройствам прокалывания, выступает плавка образца в печной установке. В случае металлов это практически единственный способ измерения захваченного количества газов-примесей. Измерение продуктов разложения в зависимости от времени нагревания предоставляет информацию о типах стекла, подходящих для некоторых видов применения [77], и содействует разработке новых сплавов [78, 33].

Вакуумные виды применения имеют большое значение — это то, что называется анализом остаточного газа. И действительно масс-анализаторы с ограниченным диапазоном масс (от 1 до нескольких сотен атомных единиц массы), также называемые *анализаторами остаточных газов* (АОГ), что указывает на типичный вид применения, можно найти в большинстве вакуумных систем, поскольку они позволяют улучшить конкретные условия откачки или понять явления, имеющие место в вакууме. Как только достигается степень вакуума 10^{-4} мм рт. ст. ($\sim 10^{-2}$ Па), АОГ могут показать возможное существование течей, позволят вести наблюдение за составом остаточных газов и факторами, которые ограничивают достижение предельного вакуума и оптимизацию процессов. Настроенные на гелий АОГ могут оказаться более простым и экономичным способом проверки вакуумной герметичности, чем специализированные детекторы течи [79]. Масс-анализаторы представляют собой незаменимые инструменты в анализе процессов вакуумных камер и малых систем [80, 81], в рассмотрении эффективности работы насоса и воздействия условий эксплуатации турбомолекулярных насосов [82]. К сожалению, поскольку анализатор является частью системы, его присутствие влияет на состав остаточных газов, и это необходимо учитывать [83]. В данных видах применения обычно используются анализаторы с низкой разрешающей способностью, поэтому интерпретация их показаний должна основываться на допущениях, в особенности в случае взаимного наложе-

ния пиков. Только анализатор остаточных газов высокой разрешающей способности может определить, например, что обычный пик $M/Q = 28$ на типичной масляной диффузионной системе с ловушкой из жидкого азота в реальности является мультиплетом (CO , N_2 , C_2H_4) и что их соотношение заметно отличается в масляных системах по сравнению с ртутными диффузионными откачиваемыми системами [84]. Большие вакуумные системы, в частности такие, как источник синхротронного излучения [85] или космические тренажеры [86], также полагаются на АОГ, с помощью которых осуществляется анализ и наблюдение за условиями установки и идентификация продуктов загрязнения.

Различные другие виды применения, как сообщается в литературе, находятся в таких областях, как базовые исследования, в частности изучение химических реакций посредством подсоединения микрореактора к масс-спектрометру [87] или изучение кинетики реакции в случаях, когда практические основания запрещают использовать абсорбционную спектроскопию (например в случае твердых веществ с высокой точкой плавления, которые не растворяются в большинстве растворителей, таких как галиды вольфрама) [88]. Подсоединение масс-спектрометра к термоанализатору предоставит информацию о газах, образующихся во время процесса нагревания. Такие комбинации приборов были предложены для измерений при температурах до 1400°C в вакууме и газовой атмосфере, а также в качестве способа сокращения загрязнения источника ионов при помощи криоперехватчиков [89]. Пиролизное изучение материалов (которое, кроме прочего, включает изучение разложения политетрафторэтилена) [90] — это еще один пример комбинации контролируемого нагревания/масс-анализатора. Изучение пламени, понимание процессов, происходящих в двигателях внутреннего сгорания, часто предусматривает использование модулирования молекулярного пучка, которое позволяет обнаруживать высоко реактивные частицы, радикалы или конденсируемые виды веществ [91]. Изучение нейтральных и заряженных частиц из нестабильного источника, где точное время и положение неизвестны, требует быстро реагирующей технологии, характеризующейся легким запуском. Время-пролетная масс-спектрометрия использовалась для электрического разрушения изолирующих поверхностей (тонкие полимерные пленки) [92]. В исследованиях ресурса, выходной мощности лазера и изменений состава газа газовых лазеров использовались различные методики, в частности спектроскопический и хроматографический анализ. Однако масс-спектрометрический метод характеризуется преимуществом, заключающимся в одновременном анализе многих компонентов в реальном времени, но у него есть и недостаток — уменьшение количества газа в лазерной трубке. Для того чтобы свести потери газа к минимуму, может понадобиться специальная система ввода пробы, в частности в виде клапана включения/выключения с крайне низкой проводимостью с нулевым мертвым объемом [93].

Масс-анализ с помощью МС-МС (масс-спектрометр — масс-спектрометр), три квадрупольных ионных ловушки широко используются в исследованиях и повседневном органическом анализе (например ионная ловушка в качестве детектора хроматографов), но это выходит за рамки измерения парциального давления, относящегося к вакуумной технологии.

3.2.1.2. Технические характеристики системы

Работоспособность системы масс-анализатора оценивается исходя из нескольких характеристик, и главным образом зависит от вида применения. Для количественного измерения необходима соответствующая процедура калибровки. Рекомендуемую практику и методы калибровки, а также определение терминологии можно найти в недавнем выпуске уточненного

Стандарта 2.3—1972 (1991) Американского вакуумного общества [94]. Некоторые важные соображения приводятся ниже.

Диапазон массы — диапазон между минимальным и максимальным массовыми числами, в пределах которых работает прибор.

Чувствительность — коэффициент изменения в ионном токе или высота пика в силу соответствующего изменения парциального давления конкретного вида вещества ($A/\text{мм рт. ст.}$ или $A/\text{Па}$). Основные факторы, влияющие на чувствительность, — это ток эмиссии, настройки разрешающей способности анализатора и коэффициент усиления множителя, если таковой используется (смотрите подразделы 3.2.3—3.2.5).

Изотопическая чувствительность — термин, часто используемый в изотопных измерениях, который указывает на способность прибора распознавать пики редких изотопов рядом с распространенными изотопами. Это отношение высоты пика часто встречающегося изотопа при M/Q и наименьшем обнаруживаемом ионном токе редкого изотопа при последующем массовом числе, $M/Q+1$.

Типичными являются значения в диапазоне от 10^3 до 10^6 . Этот критерий качества относится к разрешающей способности и чувствительности прибора.

Остаточный эффект — это еще один термин, которым обозначается остаточный сигнал от основного пика при предыдущем и последующем массовом числе от центра основного пика.

Линейность. Чувствительность может быть независимой от давления только в ограниченном диапазоне. Линейностью называется величина, в пределах которой изменение выходного сигнала масс-спектрометра будет пропорциональным соответствующему изменению парциального давления. Как правило, анализаторы парциального давления характеризуются чувствительностью, не зависящей от давления, в пределах $\pm 15\%$ при давлении до 10^{-5} мм рт. ст. ($\sim 10^{-3}$ Па), выше которого чувствительность уменьшается в зависимости от давления. Это давление называется верхним рабочим пределом. Выше этого давления столкновения ионов и молекул приводят к увеличению потерь ионов, и чувствительность будет постепенно приближаться к нулю. Линейный диапазон квадрупольного прибора зависит от его конструкции, а также от настройки источника ионов и параметров анализатора. Эффекты пространственного заряда ионов могут вызывать значительную нелинейность даже при значениях давления на несколько порядков ниже верхнего рабочего предела. В некоторых случаях чувствительность может увеличиваться в зависимости от давления до резкого падения при верхнем рабочем пределе [95].

Разрешающая способность — способность прибора отделять ионы в соответствии с их соотношением M/Q . Соотношение ширины пика (Δm , при 10% его высоты в атомных единицах массы (а. е. м.)) и массового числа (m , а. е. м.) — это широко распространенное определение разрешающей способности. ($R = m/\Delta m$; $R = 200$ означает, что ширина пика достигает 1 а. е. м. при массовом числе 200.) Разрешающая способность магнитных приборов имеет тенденцию быть постоянной по всему диапазону массы, в то время как для квадрупольных приборов она часто изменяется пропорционально в зависимости от m (в зависимости от настроек электрического управления).

Еще один способ измерения степени разделения пика — это просто использовать ширину пика, Δm (при 10% его высоты), который особенно хорошо подходит для квадрупольных приборов. (Квадрупольные приборы часто используются таким образом, чтобы ширина пика Δm была постоянной на протяжении всего диапазона массы.) Следует отметить, что по мере уве-

личения разрешающей способности ширина пика уменьшается — меньшее число для Δm соответствует более высокой разрешающей способности.

Скорость сканирования — скорость, с которой предоставляется информация о масс-анализе (а. е. м./с). Существует компромисс между скоростью сканирования и уровнем помех (произвольное колебание выходного сигнала, несвязанное с изменением парциального давления). Использование множителей позволяет обеспечить гораздо большие скорости сканирования при одном и том же соотношении сигнал — шум (помехи).

Стабильность — изменение чувствительности на протяжении определенного периода времени. Примеси в источнике, анализаторе и электронном множителе или скачки напряжения электрического источника — это основные причины ухудшения чувствительности (а также разрешающей способности) в зависимости от времени и использования [95].

В последующих подразделах дается описание компонентов системы масс-спектрометра. Этими компонентами являются система впуска, ионный источник, анализатор и детектор.

3.2.2. Системы ввода проб (впуска)

Масс-анализатору, как правило, требуется уровень вакуума ниже 10^{-5} мм рт. ст. ($\sim 10^{-3}$ Па). Область ионного источника может работать при давлении на один или два порядка выше этого давления при использовании специальных конструкций, но тем не менее в большинстве случаев необходимо средство уменьшения давления образца газа. Одним из способов классификации различных систем впуска является классификация в зависимости от диапазона давления образца согласно нижеследующему.

Если давление образца меньше 10^{-5} мм рт. ст. ($\sim 10^{-3}$ Па), в частности при анализе остаточных газов системы сверхвысокого вакуума или в процессах осаждения тонкой пленки в условиях сверхвысокого вакуума, анализатор может просто погружаться в вакуумную камеру или подсоединяться к фланцу большого диаметра, возможно, с изолирующим клапаном. Погружение в камеру обеспечивает контроль за атмосферой камеры, а не за изолированным карманом в трубке, где могут быть более выраженными эффекты, относящиеся к нити или стенке. В особенности это относится к ионным источникам открытого типа. Возможность отключения анализатора клапаном может обеспечить поддержание масс-анализатора в состоянии вакуума в случае временных операций при более высоких значениях давления, или чистота анализатора может быть сохранена при краткосрочном использовании инертных газов.

Если давление находится в пределах от 10^{-5} до 10^{-3} мм рт. ст. ($\sim 10^{-3}$ — 10^{-1} Па) и отношение между минимальным и максимальным давлениями значением равняется 1:10, как в случае некоторых видов применения мониторинга процесса, может использоваться отверстие соответствующего размера, которое представляет собой отверстие фиксированных размеров с дополнительным изолирующим клапаном. Как правило, входящий через малое отверстие поток (отверстие диаметром 0,05 мм) будет молекулярным при давлении ниже 1 мм рт. ст. (~ 100 Па) [94], поэтому поток в анализатор будет такого же типа, что и в направлении вакуумного насоса. (Предполагается, что быстрота откачки для газов с различной молекулярной массой соответствует законам идеального молекулярного потока.) Фракционирование [96, 97] образца не будет изменять состав, если количество газа образца не будет слишком малым, и более легкие компоненты не улетучатся в резервуаре перед отверстием. (В режиме молекулярного потока пропускная способность обратно пропорциональна квадратному корню молекулярной массы.)

Если максимальное давление ниже 10 мм рт. ст. ($\sim 10^3$ Па), но соотношение между минимумом и максимумом давления выше 1:10, тогда параллельное расположение нескольких отверстий различного размера с индивидуальными отсечными клапанами может охватывать достаточно широкий диапазон давлений за счет сложности системы выпуска. Очень распространенной является схема, когда отсечной клапан большого диаметра высокого вакуума установлен параллельно отверстию для выполнения анализа остаточных газов, обнаружения утечек и управления процессом с помощью одного и того же прибора. Другой вариант заключается в использовании переменных напускных клапанов с охватом диапазона давлений в несколько порядков работой одного клапана. Несмотря на то, что это более простое решение, существуют случаи, когда преимущества высокой стабильности встроенного отверстия фиксированного размера, обеспечивающего воспроизводимое соотношение давления, перевешивают преимущество свободно регулируемого давления в масс-анализаторе. (Некоторые напускные клапаны проявляют большой гистерезис и ползучесть; их скорость утечки зависит от направления регулировки (в направлении вверх или в направлении вниз), причем отмечается этап, когда изменяется направление (гистерезис) или когда скорость утечки медленно изменяется в зависимости от времени при данной настройке (ползучесть).)

Если давление образца превышает 10 мм рт. ст. ($\sim 10^3$ мм рт. ст.), простейшим решением будет снова применить регулируемый напускной клапан или использовать отверстие фиксированного размера. Однако при таких высоких значениях давления образца поток в напускном клапане или отверстии, безусловно, будет находиться в вязкостном режиме, в то время как поток из ионизатора будет находиться в молекулярном режиме. Поскольку вязкостный поток будет нести каждый компонент равномерно, не изменяя состав газа, в то время как молекулярный поток преимущественно будет уносить более легкие компоненты, следовательно, будет происходить фракционирование газа. Это необходимо учитывать при расчете состава газа либо нужно выполнить калибровку с использованием смеси, состав которой близок к составу образца при аналогичных значениях давления образца и анализатора. В этом случае эффект фракционирования будет «скрыт» в коэффициенте калибровки вместе с различными вероятностями ионизации и обнаружения различных видов вещества.

Вместо простого отверстия или напускного клапана для уменьшения давления образца может использоваться фриттованный фильтр или капилляр. Конец капилляра можно вести непосредственно в источник, сводя до минимума загрязнение, но его медленная реакция (обычно более 10 секунд, возможно, минут) делает использование капилляра во многих случаях нецелесообразным. Проблемы, связанные с фракционированием, должны решаться так, как описывалось ранее (калибровка или расчеты), но капилляры не создают проблем с засорением в том размере, который характерен для отверстий. (Отверстие — это крайне «короткая трубка», поэтому ее диаметр должен быть значительно меньше диаметра длинного капилляра сравнимой проводимости.) В случае фриттованного фильтра, где существует множество параллельных утечек, засорение — это обычно медленный, но часто наблюдаемый процесс. Поэтому рекомендуется фильтровать мелкие частицы в любом случае.

Еще один способ уменьшения давления заключается в расширении небольшого количества образца под высоким давлением (например 1 см³, стандартные условия) в вакуумированные камеры большего объема (несколько литров). Для того чтобы минимизировать поверхностные эффекты и потерю следовых веществ, можно повторить несколько циклов расширения и откачки. Такая система называется *системой периодического выпуска*. Необходимость по-



вторных циклов расширения и откачки приводит к тому, что метод теряет целесообразность в случае, когда речь идет об экологически опасных газах. Может потребоваться коррекция на фракционирование в зависимости от размера отверстия и давления камеры расширения [16].

Широко используемым методом для того, чтобы избежать фракционирования, является использование капилляра, когда образец перетекает со стороны высокого давления капилляра в направлении «тройника» и когда его давление уменьшается на два-три порядка. Другая сторона «тройника» подсоединена через отверстие к ионизатору, в то время как третий конец проходит через ограничение в направлении вакуумного насоса. Постоянное обновление образца газа наряду с отверстием, работающим в диапазоне молекулярного потока позволяет достичь гораздо большего потока образца, чем если бы капилляр вел непосредственно в ионизатор. Время реагирования составляет порядка нескольких секунд или меньше. Несколько капилляров могут подсоединяться к селекторному клапану, образуя многокапиллярную систему впуска, экономя время откачки и позволяя делать быстрые переключения между различными образцами. Альтернативным вариантом для нескольких образцов является использование роторных клапанов нулевого мертвого объема и непрерывного потока (как клапаны переключения колонны, используемые в хроматографии) в стандартной трубной системе перед элементом редукции давления. Элемент-«тройник» на впускном порте капиллярной передаточной линии может обеспечить непрерывное вентилирование, в то время как капилляр ведет прямую в анализатор. Это обеспечивает самый высокий поток вентилирования, поскольку капилляр его не ограничивает, но происходит это за счет большего времени реакции. (Для достижения такого же уменьшения давления через один капилляр должен использоваться капилляр меньшей проводимости, чем в случае двухэтапного уменьшения давления, где используется более крупный капилляр и отверстие.) Опять-таки, поскольку капилляр работает в режиме переходного потока, будет происходить фракционирование, и необходима калибровка по газу с составом, аналогичным образцу. В случае быстро адсорбируемых или конденсируемых образцов рекомендуется использовать нагретую трубку и нагретый капилляр.

Мембранный впуск часто используется, когда отбираются жидкости или газы, в особенности в медицинских или биологических исследованиях [26—29]. Его динамическая природа требует тщательного тестирования для получения правильной интерпретации результатов. Поскольку вещества имеют различную проницаемость, для различных компонентов можно ожидать медленную реакцию изменяющихся временных констант, а истощение жидкостной пленки на мембране следует предотвращать посредством встряхивания. Другие проблемы заключаются в долгосрочной стабильности и взаимной интерференции проницаемости различных компонентов. Единственным решением является тестирование системы снова и снова.

Модулированный впуск, в частности такой, как импульсный отбор пробы газа [98], может в основном устранить нестабильность фоновых уровней, возникающих в результате взаимодействий с газом образца [19]. Модулированный молекулярный луч вместе с фазочувствительным обнаружением улучшает отношение сигнал — помеха, а также используется в изучении химических реакций.

3.2.3. Генерация ионов и ионные источники

Образец, поступающий в ионный источник, претерпевает фундаментальные изменения. Меняется не только его электрическое состояние, что приводит к образованию одно- или многозарядных ионов, но происходят процессы фрагментации, т. е. могут разрушаться химические свя-

зи в зависимости от их прочности. В подавляющем большинстве анализаторов для разделения используются положительные ионы, поскольку их получить намного легче. Получение различных ионов из одного компонента сложного вещества может осложнить идентификацию; с другой стороны, эта «схема разлома» содержит полезную структурную информацию о молекуле. Одним из способов выражения эффективности данного процесса конверсии нейтральных частиц в ионы является отношение ионного тока к давлению (чувствительность источника [А/мм рт. ст. или А/Па], которая часто приближается к константе до предела высокого давления).

Существует несколько методов генерации ионов.

Электронный удар является наиболее широко используемым методом благодаря своей простоте, силе и высокой чувствительности. В ионном источнике нить нагревается до температуры, которая является достаточно высокой для термоионной эмиссии (рис. 1). Сетка, поддерживающая потенциал более высоким, чем нить, ускоряет электроны (диапазон от 50 до 150 эВ). Ускоренные электроны затем поступают в «камеру ионизации», или ионную клетку — область, где происходит образование ионов, поскольку у электронов достаточно энергии для образования положительных ионов (и в определенной степени отрицательных) из присутствующих нейтральных молекул. (Потенциал ионизации большинства видов веществ попадает в диапазон от 1 до 25 эВ.) Существует выходное отверстие (фокусная пластина), поддерживаемая при более низком потенциале для вытягивания ионов и допущения входа электронов в анализатор. Кроме этих базовых особенностей, может присутствовать еще несколько электродов в зависимости от конструкции, частично для того, чтобы помочь образованию электронного пучка (а именно отражатель для направления электронов в область ионизации или фокусирующий электрод для фокусировки пучка), частично для образования и фокусирования ионного пучка для его подготовки к входу в анализатор.

Материалы нити [99] подбираются исходя из необходимости получения высокого тока эмиссии при возможно низкой рабочей температуре и продолжительном сроке службы нити.

Вольфрам, будучи металлом с наивысшей точкой плавления, применяется достаточно широко, поскольку он обеспечивает высокий ток эмиссии на единицу площади поверхности ($\sim 0,4$ А/см²) при температуре (~ 2500 °С), где средний срок службы нити составляет несколько тысяч ча-

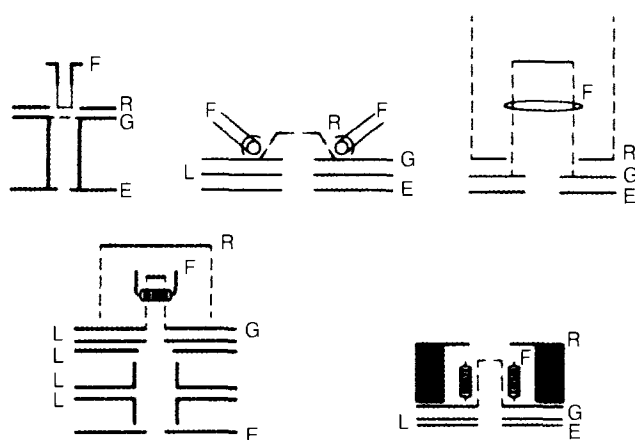


Рис. 1. Конструкции ионного источника с бомбардировкой электронами

F – нить, R – отражатель электронов, G – сетка,
L – линза фокусировки ионов, E – выходная линза ионизатора

сов (как правило, 6 месяцев непрерывного использования). Срок службы при постоянной температуре нити пропорционален используемому диаметру проволоки и для данного диаметра проволоки срок службы является ярко выраженной функцией температуры нити (срок службы \sim (температура нити)³⁵; 10%-ное уменьшение температуры нити (К) увеличивает срок службы в 40 раз, в то время как 10%-ное увеличение температуры сокращает срок службы приблизительно до 4% его первоначального значения). К сожалению, вольфрам чувствителен к циклу Ленгмюра, в то время как остаточные молекулы воды реагируют с горячей нитью, образуя летучие оксиды вольфрама и водород. Оксиды, осажденные на более прохладных окружающих поверхностях, в конечном итоге восстанавливаются водородом, приводя к появлению молекул воды, которые участвуют в следующем цикле, оставляя металлическую пленку. Это может создавать нежелательную траекторию тока на изоляторах или изменение потенциалов в источнике. Другое нежелательное свойство вольфрама — это его реакция с кислородом, образующийся оксид вольфрама может образовывать изолирующие слои на металлических электродах. Зарядка этих слоев может привести к изменению потенциала в источнике, что приводит к его неэффективной работе, неудовлетворительным формам пика и т. д. Также примеси углерода в вольфрамовой проволоке реагируют с кислородом на поверхности нити, в то время как углерод постоянно диффундирует к поверхности из внутренних слоев. Получаемые в результате этого СО и СО₂ образуют нежелательно высокий уровень фона. Молекулярный водород разлагается на нити, образуя атомарный водород, который легко адсорбируется большинством поверхностей. В результате этого сигнал водорода меньше — происходит локальная «откачка» водорода.

Рений является более устойчивым к водяному циклу, но его скорость испарения приблизительно в 150 раз выше скорости испарения вольфрама при той же плотности тока эмиссии, поэтому рекомендуется работать при более низкой температуре. Он не образует стабильных карбидов, поэтому высокий фон СО, который демонстрируется в случае нитей W, может быть уменьшен. Известно, что его устойчивость к другим соединениям также выше, хотя соединения галогенов будут образовывать оксигалогениды [100].

(Тантал — еще один материал с высокой точкой плавления — является бесполезным в качестве материала нити из-за его склонности поглощать большие количества водорода, который при высоких температурах будет изменять кристаллическую структуру тантала, вызывая крайнюю хрупкость и сокращая срок службы.)

Торированный вольфрам — это вольфрамовая проволока с добавлением 0,5–1% ThO₂. При рабочих температурах оксид тория диффундирует в ранее науглероженную поверхность, производя свободный торий. Этот мономолекулярный слой будет сокращать рабочую функцию вольфрама почти в два раза, обеспечивая высокий ток эмиссии на единицу площади поверхности (~4 А/см²) при более низких температурах, тем самым удлиняя срок службы.

Катоды с покрытием из тория производятся посредством другого процесса, в котором базовый металл покрывается толстым слоем ThO₂, который активируется при помощи операции в вакууме. Более низкая рабочая функция позволяет работать при более низких температурах [101], поэтому базовый металл необязательно должен быть огнеупорным. Таким образом, часто приходится выбирать между иридием или родием для получения значительно более высокого уровня устойчивости к окислению. (Случайное воздействие воздуха не приводит к внезапному выгоранию.) Даже после повторного воздействия коррозионных газов наблюдались постоянные характеристики эмиссии. Эта нить обеспечивает преимущества при работе с высоким давлением ионизатора, поскольку реакции между образцом и нитью подавляются, но

также при крайне низких значениях давления, когда более низкая температура нити сохраняет газовыделение поверхностей на более низком уровне.

Базовые металлы с покрытием из *гексаборида лантана* также могут (и должны) эксплуатироваться при более низких температурах (ниже 1400 К) для обеспечения продолжительного срока службы и устойчивости к реактивным газам. При более высоких температурах бор имеет тенденцию диффундировать в базовый металл, ухудшая его свойства, а скорость испарения LaB_6 становится высокой. Рений является самым устойчивым к этой диффузии бора и поэтому является предпочтительным выбором в качестве базового металла для катодов из гексаборида лантана. В отличие от чистых металлов катоды с покрытием могут загрязняться агрессивными газами, приводя к повышению рабочих функций.

Конструкции ионного источника так же различны, как и особые требования, которым они должны удовлетворять. Тем не менее есть возможность классифицировать по крайней мере типичные схемы, используемые в коммерческих квадрупольных приборах.

Осевые (радиальные) источники обычно предлагаются в качестве стандартных. Название «осевой» связано либо с тем, что образец поступает по оси прибора (четырёхполюсные стержни), либо с тем, что пучок электронов является соосным (и образец поступает через все отверстия в источнике). Название *радиальный* связано с радиальной симметрией схемы, когда используются нити в форме колец. Электроны генерируются нитью либо на оси, либо нитью (нитями) в плоскости перпендикулярной оси (нить в форме кольца или несколько нитей, образующих многоугольник). Они предназначены для общего анализа газа или работы при среднем давлении (10^{-7} – 10^{-5} мм рт. ст.) \sim (10^{-5} – 10^{-3} Па). Для улучшения следовой чувствительности существует вариант, называемый *закрытой, газогерметичной* или *огражденной* конструкций. В этом варианте ионизационная камера отделена от нити, а остальная часть анализатора снабжена маленькими отверстиями, что позволяет ему работать при более высоком давлении. Этим увеличивается отношение образец—фон, а также ограничиваются взаимодействия образец—нить. Образец непосредственно направляется в эту камеру через небольшую трубу.

Источники с *поперечным пучком* будут направлять образец в источник по линии, перпендикулярной оси анализатора. Это в особенности подходит для молекулярных пучков и плохо коллиминированных пучков конденсируемого материала или агрессивных газов. Охлаждаемые жидким азотом стопоры пучка или встроенные экраны пучка затем позволяют непрерывно эксплуатировать вакуумные системы осаждения, осуществлять эпитаксию молекулярного пучка и т. д., не образуя доставляющих неприятности осадков в аналитическом приборе. Могут существовать «открытый» и «закрытый» вариант или варианты, интегрированные с оптической экстракцией ионов.

Источник с сеткой, открытый источник, источник анализатора остаточного газа или *сверхвысокого вакуума* — все это названия, охватывающие открытую конструкцию для высокой скорости откачки, низкой скорости газовыделения и низкой электрон-стимулируемой десорбции. Эти источники используются при крайне низких значениях давления, для анализа остаточных газов и в работах со сверхвысоким вакуумом. Вместо металлических листов для отталкивания электронов или клетки используется сетка. Если прибор предназначен в качестве анализатора остаточного газа, это может быть стандартный источник ионов.

На рис. 1 показано несколько типичных конфигураций, встречающихся в анализаторах парциального давления. (Источники на рис. 1, а, г, д — это модификации источника осевого типа, на рис. 1, в изображен источник с сеткой, а источник на рис. 1, б может использоваться в

качестве источника с перекрестным пучком.) Электроны, излучаемые нитью (F) ускоряются положительным напряжением, приложенным к сетке (G), и направляются в ионизационную камеру в центре посредством отрицательного напряжения, приложенного к отражателю (R) (обе величины напряжения сравниваются с потенциалом нити). Ионы выделяются из области ионизации посредством отрицательного напряжения, приложенного к линзе (L) или выходному отверстию (напряжение сравнивается с потенциалом сетки).

Для конкретных видов применения, конкретных анализов или для того, чтобы попытаться устранить несовершенства стандартных источников, были созданы ценные источники *специальной конструкции*. Наиболее распространенным ионным источником в магнитном секторном масс-анализаторе является вариант традиционной конструкции, описанной Ньером [102]. Улучшенный вариант источника обеспечивает дополнительное фокусирование для оптимизации прохождения ионов через масс-анализатор и может эксплуатироваться при более высоких ускоряющих напряжениях без дугообразования [103]. В результате дальнейших совершенствований прямоугольные элементы линзы были заменены элементами с круглой симметрией, формирующей ионный пучок вдоль первоначально длинной стороны прямоугольного элемента. Это обеспечило более оптимальную точность, лучшее прохождение и более четкое фокусирование ионов [104]. Полусферическая полость в фокусирующем электроде (выход ионов), действующая в качестве линзы Пирса, может поддерживать почти постоянными потенциалы в ионизационной камере. Благодаря этому ионы образуются на равнопотенциальной поверхности, поддерживая низким разброс энергии [105]. Источник, обеспечивающий широкий диапазон энергии электронов (9 — 70 эВ), включение запасной нити и почти 10-кратный коэффициент дифференциальной откачки были описаны для применения в космической промышленности [106]. Было выполнено несколько компьютерных расчетов траектории с целью получения ионного пучка более высокой плотности с переменным успехом [107, 108, 109] или с целью разобраться в сути эффектов пространственного заряда и дискриминации массы.

Для источников ионов, эксплуатируемых с *квадратными масс-анализаторами*, для улучшения выхода ионов и чувствительности также использовалось отслеживание траекторий ионов. В целях устранения электрон-стимулируемой десорбции [110] модулируют напряжение, ускоряющее электроны, а ионный ток измеряется в схеме фазовой подстройки частоты [111]. Для увеличения высокого рабочего предела источника ионов на впуске в камеру ионизации были установлены вспомогательные электроды, обеспечивающие короткий, параллельный путь электронов [112]. В литературе сообщалось о линейной реакции в случае такого источника в пределах до 10^{-3} мм рт. ст. ($\sim 10^{-1}$ Па) [113].

Фотоионизация — это «мягкая» ионизация по сравнению с электронным ударом. Поскольку химические связи, как правило, не разрушаются, количество фрагментации или сигнал от матрицы может подавляться. С другой стороны, величина чувствительности этих источников составляет только часть чувствительности источника электронного удара. По сравнению с электронной ионизацией низкой энергии (менее 15 эВ) гораздо легче производить фотоны в узком диапазоне энергии, чем электроны. Также при немного более высоком потенциале ионизации эффективность ионизации электронного удара выше, чем удара фотонами. С помощью селективной лазерной ионизации были замеры следовые загрязняющие вещества в воздухе, для этого был выбран источник фотонов, чтобы энергия света была выше порогового потенциала ионизации для загрязняющих веществ, но ниже для главных компонентов [114]. Лазерная ионизация открывает путь к расширению измерения парциального давления в диа-

пазоне сверхвысокого вакуума (менее 10^{-9} мм рт. ст., $\sim 10^{-7}$ Па) путем предотвращения проблем, относящихся к нити накаливания и десорбции, вызываемой электронами [115].

Ионизация альфа-частицами — это способ предотвращения реакций между горячим катодом и образцом. Альфа-излучение от источника ^{210}Po представляет собой «холодный» способ производства ионов. Он является крайне стабильным, так как не зависит от внешних источников питания. Однако для того чтобы предотвратить сублимацию полония и увеличение уровня шума умножителя, необходимо поставить источник в отдельную камеру высокого вакуума с Ni 2—4 м. Чувствительность источника составляла всего лишь приблизительно 10^{-9} А/мм рт. ст. ($\sim 10^{-11}$ А/Па) [116].

Полевая ионизация — это еще один метод предотвращения термических эффектов. Однако он производит ионы с относительно высокой энергией (диапазон 10^3 эВ) и при использовании с квадрупольным анализатором требуется торможение ионов до достижения ими диапазона 5—50 эВ. Для предотвращения потерь луча необходима сложная ионная оптика. Одианный точечный источник, в котором образец течет по оси через вулканообразное отверстие (~ 20 м) полевого эмиттера с сетчатым контрэлектродом, выдерживаемом при потенциале 1—3 кэВ, способен развивать чувствительность, равную приблизительно 10^{-8} А/мм рт. ст. ($\sim 10^{-10}$ А/Па) [117]. Серии полевых эмиттеров, имеющие огромное количество эмиттеров на малой площади, могут развивать токи эмиссии, равные приблизительно 1 мА. При использовании этого устройства полупроводникового типа вместо нити могут генерироваться ионы низкой энергии, поскольку высокое напряжение (~ 100 В) находится между базой и затвором полупроводникового устройства и не влияет на потенциал ионизационной камеры. Может достигаться чувствительность, приближающаяся к чувствительности стандартного ионизатора электронного удара с горячим катодом (10^{-2} А/мм рт. ст. $\sim 10^{-4}$ А/Па), но еще предстоит справиться с такой проблемой, как газоразделение фтора из полупроводника [118].

Химическая ионизация — это метод мягкой ионизации, который применяется при анализе парциального давления под названием *газовой вторичной ионной масс-спектрометрии*. В этом методе газ-реагент (в частности такой, как Kr, Xe или CH_4) ионизируется в камере посредством электронного удара. Получающиеся в результате ионы разделяются с помощью электрических полей и перемешаются в камеру, где посредством ионно-молекулярных столкновений с образцом происходит обмен зарядами. Те компоненты образца, которые имеют уровни энергии ионизации ниже ионов благородных газов, ионизируются без значительной фрагментации (без бомбардировки электронами). Кроме своей «мягкости», этот метод также открывает путь, позволяющий различать разные виды ионов с одним и тем же значением M/Q на основе различий уровней энергии ионизации (CO от N_2 или CH_3OH от O_2).

3.2.4. Разделение ионов в масс-анализаторах

Масс-анализаторы традиционно подразделяются на статические и динамические в зависимости от того, изменяются ли со временем электрические и магнитные поля, используемые для разделения ионов. Характер полей представлен в правой части уравнения движения ионов:

$$\frac{M}{Q} \frac{d^2 \mathbf{r}}{dt^2} = \mathbf{E}(\mathbf{r}, t) + \mathbf{v}(\mathbf{r}, t) \times \mathbf{B}(\mathbf{r}, t), \quad (1)$$

где M — масса иона; Q — электрический заряд иона; $\mathbf{E}(\mathbf{r}, t)$ — интенсивность электрического поля; $\mathbf{v}(\mathbf{r}, t)$ — скорость иона; $\mathbf{B}(\mathbf{r}, t)$ — магнитная индукция; \mathbf{r} — вектор скорости иона, t — время.

Поскольку силовое поле, используемое для разделения, создается магнитным и/или электрическим полями, другим способом классификации является отнесение масс-спектрометров к «магнитному» или «электрическому» типам. В магнитных приборах обычно используется комбинация магнитного и электрического полей, а электрические приборы в основном относятся к динамическому типу, например электрический квадрупольный масс-анализатор. Динамические приборы могут быть далее подразделены на приборы со «стабильными» временем пролета или траекторией ионов в зависимости от того, отделяются ли ионы выбранного соотношения массы и заряда от других на основе их траектории (электрический квадрупольный масс-анализатор, магнитный секторный масс-анализатор) или на основе времени, в течение которого они преодолевают определенное расстояние (время пролета).

3.2.4.1. Электрические квадрупольные масс-анализаторы

Квадрупольные масс-анализаторы состоят из четырех параллельных металлических стержней, подключенных к генератору высокочастотного напряжения, они являются наиболее широко используемыми динамическими приборами с постоянным расстоянием пролета ионов (рис. 2).

Уравнения движения ионов определяются постоянным напряжением U постоянного тока и высокочастотным напряжением $V \cos \omega t$, которое приложено к двум противоположным парам соединенных стержней (в идеале с сечением в форме гиперболы, но часто на практике в форме круга) с разностью фаз 180° :

$$\frac{M}{Q} \frac{d^2 x}{dt^2} = \frac{2x}{r_0^2} (U + V \cos \omega t) \quad (2)$$

$$\frac{M}{Q} \frac{d^2 y}{dt^2} = \frac{2y}{r_0^2} (U + V \cos \omega t) \quad (3)$$

$$\frac{M}{Q} \frac{d^2 z}{dt^2} = 0. \quad (4)$$

В этих уравнениях описываются колебательные движения, находящиеся под влиянием $V \cos \omega t$, которое налагается на фокусирующий эффект U в направлении x и на расфокусирующий эффект в направлении y . (r_0 — радиус делительной окружности стержней, ω — это частота колебаний напряжения, и ось z параллельна оси цилиндров.) Отношение между M/Q и параметром сканирования (напряжением) является линейным, в результате чего получается линейная ось центров тяжести. (Расстояние между пиками не зависит от M/Q .)

Движение ионов в направлениях x и y является независимым. При движении в направлении x уравнение (2) обеспечивает простое объяснение: напряжение постоянного тока будет генерировать простое гармоническое движение, в то время как высокочастотное напряжение будет генерировать вынужденное колебание. Наложение двух сил создаст в результате траектории, аналогичные резонансной системе, возбуждаемой «нерезонансно» — колебания вначале происходят с увеличивающейся, а затем с уменьшающейся амплитудами [119]. В результате создается сила в направлении оси z , образуется фокусирующий эффект для движения ионов в направлении y .

Посредством подстановки уравнения движений в направлении x и y могут быть приведены к одному виду — уравнению типа уравнения Матье [120]. Решения уравнения Матье выража-

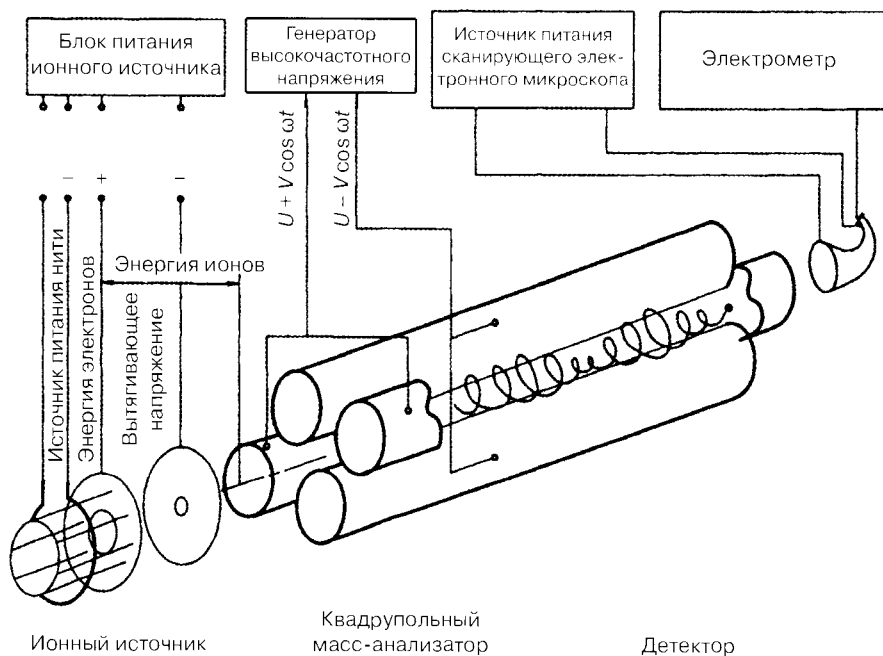


Рис. 2. Схема электрического квадрупольного масс-анализатора

ют траектории ионов как функцию операционных параметров U , V , ω и отношения массы к заряду. Те комбинации, которые в результате образуют стабильные траектории, определяют «область стабильности» (может выражаться с точки зрения двух безразмерных переменных $a = 8U/mr_0^2\omega^2$ и $q = 4V/mr_0^2\omega^2$, где $m = M/Q$). В плоскости $a-q$ площадь, похожая на треугольник, содержит все такие пары a , q , которые соответствуют стабильным траекториям. (Три угловые точки являются: a , q (0, 0); a , q (0,237, 0,706) — вершина; a , q (0, 0,91).) Кривая, соединяющая первые две точки, отмечает границу неустойчивости в направлении y , при этом все точки слева являются неустойчивыми в направлении y . Линия, соединяющая последние две точки, отмечает границу области неустойчивости x , при этом все точки справа являются неустойчивыми в направлении x . На вершине треугольника только одно массовое число (m) имеет стабильные траектории (неограниченная разрешающая способность), в то время как на линейном сегменте внутри треугольника «стабильным» является диапазон массовых чисел. Высокий предел этого массового диапазона называется «критической массой верхних частот»; ионы с более высоким массовым числом будут иметь неустойчивые траектории в направлении y . Ионы с более низким массовым числом, чем «критическая масса низких частот» будут иметь неустойчивые траектории в направлении x [121]. Примеры траекторий ионов и область стабильности $a-q$ были опубликованы в более раннем издании [122]. Вместо карты стабильности $a-q$ мы рассмотрим критерии стабильности и сканирование в плоскости $U-V$ (рис. 3). Как мы видели выше, три угловые точки отмечают подобную треугольнику площадь пар $a-q$, обеспечивающих стабильные траектории. В данном приборе (при r_0), работающем при определенной частоте (ω), a и q являются пропорциональными U/m и V/m соответственно. Поэтому в плоскости $U-V$ каждая масса имеет свой собственный треугольник стабильности. Сканирование реализуется путем одновременного увеличения напряжения постоянного тока и ча-

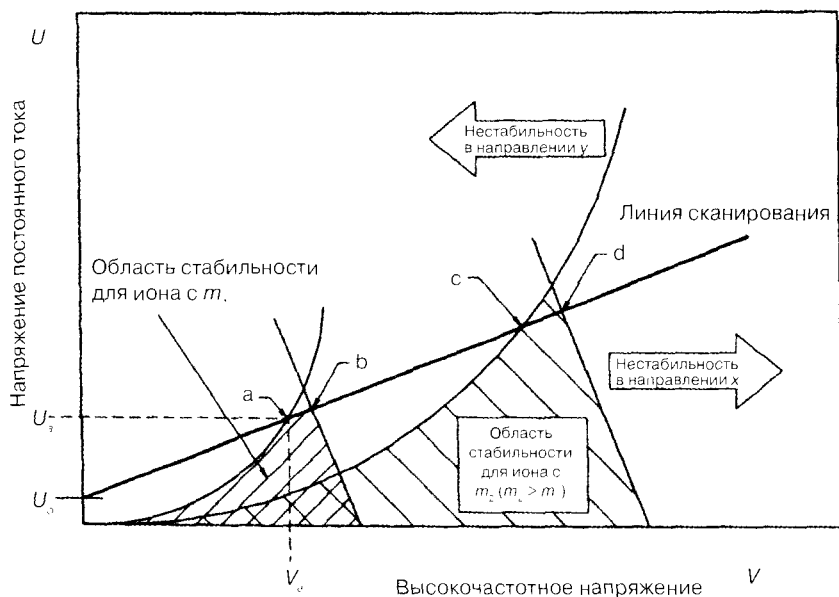


Рис. 3. Графики стабильности траектории ионов (квадрупольные масс-анализаторы). Направления x и y перпендикулярны оси анализатора

стоты относительно первоначального значения напряжения постоянного тока (U_0) и «линии сканирования». Ионы с более высокими массовыми числами (m) по сравнению с «критической массой высоких частот» будут иметь нестабильные траектории в направлении y , в то время как ионы с более низкими массовыми числами, чем «критическая масса низких частот», имеют нестабильные траектории в направлении x [121]. Примеры траекторий ионов можно найти в работе [122], а график с областями стабильности показан на рис. 3.

Точка a на рис. 3 на линии сканирования соответствует паре U_a и V_a , где траектории ионов с отношением массы к заряду, равным m_1 , становятся стабильными не только в направлении x , но также в направлении y . Траектории ионов с большим массовым числом будут нестабильными в направлении y — кривая «нестабильности в направлении y », m_2 ($m_2 > m_1$), которая пересекает линию сканирования в точке c . Траектории ионов со значительно более низкими массовыми числами, чем m_1 , являются нестабильными в направлении x . Кривая «нестабильности в направлении x » для отношения m_1 пересекает линию сканирования в точке b , в то время как в случае m_2 она имеет пересечение в точке d . Для пары напряжения U_a , V_a кривая «нестабильности в направлении x » пересекает линию сканирования для несколько более низкой массы, чем m_1 в точке a . (Это массовое число будет определяться как $m_1 - \Delta m$.) Это означает, что ионы с массовым числом выше $m_1 - \Delta m$, но ниже m_1 будут иметь стабильные траектории как в направлении x , так и в направлении y , когда выбирается пара напряжения U_a , V_a . Ширина этого окна, Δm , очевидно связана с углом наклона линии сканирования — вблизи вершины областей стабильности ширина полосы фильтра будет узкой.

Если U и V увеличиваются одновременно по линии сканирования, в конечном итоге достигается точка b . Это точка, где траектории x ионов массой m_1 становятся нестабильными. Кривая «нестабильности в направлении y » для несколько более высокого массового числа ($m_1 + \Delta m$) будет пересекать линию сканирования в той же самой точке b . Поэтому по мере то-

го, как увеличиваются одновременно U и V по линии сканирования, окно Δm перемещается от более низких массовых чисел к более высоким (сканирование).

Общий результат заключается в том, что высокочастотное поле без компонента постоянного тока создаст фильтр «высоких частот», пропускающий ионы выше критического соотношения M/Q , в то время как добавление компонента постоянного тока будет создавать фильтр «низких частот». Величина напряжения постоянного тока определяет критическую массу «низких частот»: если она ниже критической массы «высоких частот», никакие ионы не могут дойти до детектора; если она выше критической массы «высоких частот», создается окно.

Сканирование массы осуществляется путем перемещения окна (Δm) посредством изменения амплитуды высокочастотного напряжения (и величины постоянного тока). Когда отношение U/V будет низким (менее 0,1), ширина окна будет большой, что приводит к низкой разрешающей способности масс-анализатора. При увеличении отношения U/V разрешающая способность увеличивается за счет эффективности прохождения ионов. Если отношение U/V приближается примерно к 0,168, то достигается вершина области стабильности, когда прохождение ионов падает до нуля при бесконечно высокой разрешающей способности. Экспериментально это критическое отношение U/V , как было установлено, слабо зависит от частоты колебаний [123]. Частота колебаний ω также оказывает воздействие на предельную достигаемую разрешающую способность ($M/\Delta M$ в 2—3 раза выше при 1,66 МГц, чем при 0,87 МГц).

В то время, как разрешающая способность будет изменяться по мере изменения массового числа в типичном приборе, могут быть выделены два особых случая. Если соотношение U/V сохраняется постоянным (U/V не зависит от M/Q), тогда мы получаем «режим постоянной разрешающей способности» (постоянное $M/\Delta M$). В этом случае ширина пика будет пропорциональна массовому числу, что в результате создаст узкие пики при малых массах и более широкие пики при больших массах. В другом особом случае отношение U/V изменяется по мере увеличения массового числа таким образом, что ширина пика (ΔM) поддерживается постоянной. Это называется «режимом постоянной ширины пика». Разрешающая способность ($M/\Delta M$) будет, следовательно, пропорциональной массовому числу.

На практике напряжение «смещения» постоянного тока (U_0 , «низкая разрешающая способность») и угол наклона кривой функции U/V (U/V при высоких массах, «высокая разрешающая способность») могут изменяться отдельно для регулирования разрешающей способности при низком и высоком значениях M/Q . Величины высокочастотного напряжения и напряжения постоянного тока увеличиваются для смещения «окна» по шкале масс от низких значений M/Q к высоким. Удобной и часто используемой схемой является поддержание ширины пика (ΔM) более или менее постоянной по всему диапазону массы. Так называемый интегральный спектр получается легко путем выключения напряжения постоянного тока, чтобы все ионы с отношением M/Q достигали детектора по мере изменения высокочастотного напряжения (V) и записи спектра. Как видно из уравнения (4), квадруполь первоначальная осевая скорость остается без изменения.

Кроме так называемых областей первой стабильности, показанных на рис. 3, имеется еще несколько теоретически прогнозируемых областей, когда снова пересекаются кривые неустойчивости в направлениях x и y . Они имеют ограниченную практическую ценность из-за уменьшения прохождения ионов и используемого диапазона массы, но для некоторых видов применения может быть полезной значительно улучшенная изотопическая чувствительность (в частности при отделении He от D_2) [124, 125].

Хотя производители предлагают масс-анализаторы с использованием электродов с идеальным гиперболическим сечением (керамика с покрытием Pt) [126], в большинстве практических масс-анализаторов используются металлические стержни круглого сечения. Преимуществом масс-анализаторов с гиперболическими керамическими электродами заключается не только в более идеальном квадрупольном поле, но скорее в способности предоставлять информацию о парциальном давлении при температурах, повышенных до 400 °С. Эксплуатация масс-анализатора при повышенных температурах имеет смысл, когда предпринимается попытка количественного измерения адсорбирующих компонентов, в частности влаги [127]. Оптимальный радиус для цилиндрических электродов был определен теоретически ($r = 1,148r_0$) [128]. Последствия замены гиперболического сечения на круглое были широко изучены. Уравнение движения включает элементы, отражающие соединение полей x и y . В результате этого у области стабильности получается «притупленная вершина» и некоторый сдвиг вправо, которые ограничивают теоретически достижимую максимальную разрешающую способность [129, 130]. Влияние относительного радиуса электрода по сравнению с оптимальной величиной имеет важное значение в связи с увеличением необходимой приводной мощности для достижения той же самой разрешающей способности и чувствительности (в 2 раза, если r/r_0 на 1% выше оптимального при $M/\Delta M = 400$). При постоянной приводной мощности в результате получается более низкая разрешающая способность и чувствительность [129]. Хотя гиперболические стержни превосходят круглые стержни по техническим характеристикам (максимальная достижимая разрешающая способность), увеличение приводной частоты может компенсировать разницу (квадрупольный масс-анализатор с круглыми стержнями при частоте 1,7 МГц работает так же, как и масс-анализатор с гиперболическими стержнями того же размера при 0,7 МГц) [131]. Резкое уменьшение чувствительности приборов с круглыми стержнями при разрешающей способности ниже разрешающей способности приборов с гиперболическими стержнями главным образом связано с уменьшением эффективного радиуса прибора. Возмущения электрического поля, вызванные круглой формой стержней, ограничивают максимальное отклонение колеблющихся ионов от оси z до радиуса, значительно меньшего, чем r_0 .

Эффективность прохождения ионов через масс-анализатор представляет собой отношение тока собранных ионов к ионному току, входящему в квадрупольный масс-анализатор. Ее величина может быть найдена путем сравнения количества ионов с определенной массой, собранных в интегральном режиме (постоянный ток выключен) и количества ионов, собранных в стандартном режиме (постоянный ток включен) при использовании обычного источника ионов. Нанося на график эффективность прохождения ионов как функцию отношения U/V (которое определяет разрешающую способность), как правило, можно прийти к выводу, что эффективность прохождения ионов превышает на 80% величину отношения U/V , соответствующего вершине области стабильности (приблизительно $U/V = 0,168$) [123]. (Эффективность прохождения ионов измерялась как отношение собранного тока ионов к ионному току, входящему в масс-анализатор при данном M/Q . Этап в режиме «только переменный ток» или в режиме полного давления использовался для измерения тока, проходящего через фильтр. Общая эффективность прохождения ионов для системы системы, т. е. отношение собранных ионов к ионам, генерированным в источнике (для данного M/Q , когда фильтр настроен на это соотношение M/Q), как правило, составляет $10^{-1} - 10^{-3}$.) При использовании узкого ионного луча хорошо определенный источник энергии, перемещаемый в вакууме (в частности такой, как источник

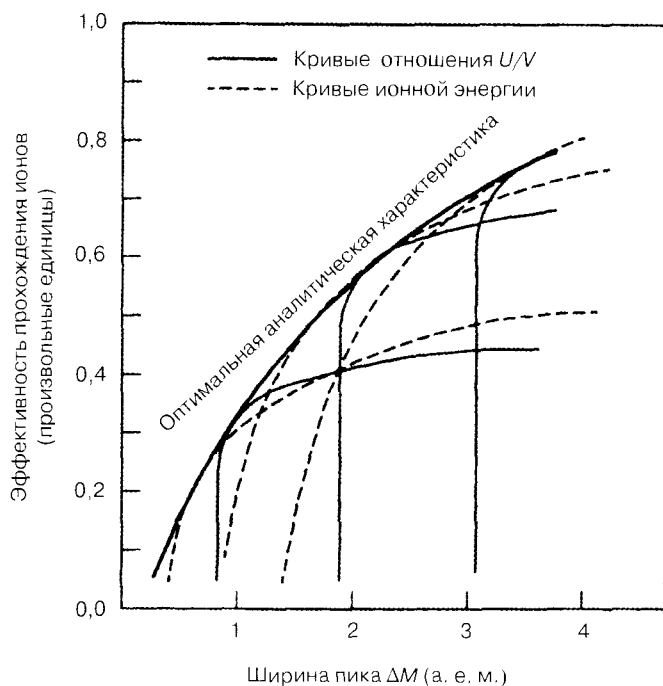


Рис. 4. Зависимость эффективности прохождения ионов через квадрупольный масс-анализатор от его разрешающей способности (измеренной как ширина пика при 10%-ной высоте)

щелочных ионов Na^+ , K^+ и т. д.) позволяет измерить эффективность прохождения ионов как функцию первичного смещения, направления и скорости [132]. Из этих измерений могут быть выведены эмпирические законы прохождения ионов [133] и определены формы эллиптических коллекторов в конкретных конструкциях квадрупольных масс-анализаторов.

При рассмотрении эффективности прохождения ионов в качестве функции разрешающей способности (рис. 4) при данной энергии ионов можно выделить три различных области на кривой функции. Поскольку квадрупольные приборы на практике наиболее часто работают в режиме постоянной ширины пика, а не в режиме постоянной разрешающей способности, далее мы пользуемся шириной пика как мерой разрешающей способности. (Обращаем внимание на то, что ширина пика увеличивается по мере уменьшения разрешающей способности.)

Если при данной настройке ионной энергии разрешающая способность низкая (ширина пика высокая), то будет обнаружено, что эффективность прохождения является медленной функцией разрешающей способности (такой, как почти горизонтальная часть линии *B* на рис. 4). Это режим работы, «ограниченный масс-анализатором»: количество ионов, собранных коллектором, приближается или превышает ионизирующую способность источника. Стабильность и воспроизводимость результатов определяются главным образом изменениями в ионном источнике. Эффективность прохождения ионов, как правило, увеличивается в зависимости от первоначальной скорости ионов (энергия ионов) в силу действия краевых полей (см. далее). Пики имеют «плоскую трапециевидную форму».

Уменьшение разрешающей способности (уменьшение ширины пика) выведет нас в область, где принимающая способность масс-анализатора будет значительно меньше излучательной способности ионного источника. Это режим работы, «ограниченный источником», где эффективность прохождения ионов будет сильно зависеть от входных условий. Последнее

главным образом связано с неустойчивым импульсом, который получают ионы на входе в масс-анализатор. Его характер определяется несовершенными и очень сложными полями квадруполя. Дополнительно установлено, что краевые поля приносят зависимость эффективности прохождения ионов от осевой скорости иона. В краевых полях траектории ионов стабильны в плоскости xz и нестабильны в плоскости yz [134, 135]. Комбинированное прохождение (плоскости xz и yz) находится на максимальном уровне при осевом движении, когда ионы проводят приблизительно два цикла в краевых полях, и резко падает при медленном движении. (Комбинированное прохождение уменьшается в 10 раз, если время, проведенное в краевых полях, увеличивается до четырех пиков [135].) Этот эффект проявляется как уменьшение чувствительности с уменьшением энергии ионов при данной разрешающей способности для данной массы или как дискриминация массы для ионов с постоянной энергией. (Более тяжелые ионы будут более медленными при постоянной энергии, что в результате приводит к более низкой эффективности прохождения, поскольку они проводят больше времени в краевых полях.) Эффективность прохождения в режиме «ограниченного анализатора» будет, как правило, обратно пропорциональна квадрату разрешающей способности. Форма пика является треугольной. (Между 0,7 и 1,5 Δm на линии B .)

Дальнейшее увеличение разрешающей способности при той же самой энергии иона приводит к очень резкому уменьшению эффективности прохождения ионов, указывая на достижение режима работы, ограниченного «длиной». Здесь масс-анализатор все меньше способен отличать ион со стабильной траекторией от иона с нестабильной траекторией, что связано с числом циклов колебаний высокочастотного напряжения, которые должен пройти ион [135]. Пики являются острыми, треугольными, но их высота уменьшается быстрее, чем ширина по мере увеличения разрешающей способности.

Если рассмотреть эти кривые зависимости «эффективность прохождения ионов — разрешающая способность (или ширина пика)» при всех возможных уровнях энергии иона, получившийся в результате контур является оптимальной аналитической характеристикой. Эта кривая соединяет точки, соответствующие самой высокой возможной эффективности прохождения ионов (или чувствительности) при каждом значении разрешающей способности (или ширине пика). Обратите внимание на то, что другая пара отношения U/V и настройки на энергию иона будет давать максимальную чувствительность при каждом значении разрешающей способности. Несмотря на то, что работа на основании этой кривой обеспечивает максимальную эффективность, в некоторых случаях может быть обоснованно работать ниже этой кривой (в частности, например, в режиме, ограниченном источником, избегать, чтобы изменение U/V влияло на высоту пика.) Падение оптимальной аналитической характеристики для конкретного масс-анализатора представляет собой ограничения самого прибора. Факторы, определяющие максимальную достижимую разрешающую способность (кроме конечной длины), состоят в несовершенствах конструкции: круглая форма стержней вместо гиперболической, отклонения от идеальной симметрии (смещение стержней, механические деформации, связанные с термической обработкой), загрязнение поверхностей, поверхностные заряды [136]. Центровка источника ионов, дисбаланс электрических полей (отношения U/V) и ложные импульсы поверх колебаний высокочастотного напряжения — все это может быть дополнительными ограничивающими факторами.

Еще один аспект эффективности прохождения ионов как функции разрешающей способности заключается в том, что только точки на оптимальной аналитической характеристике за-

даются уникальной парой величин ионной энергии и отношения U/V . Все другие комбинации «эффективность прохождения — разрешающая способность» ниже этого уровня могут быть реализованы двумя парами настроек ионной энергии и отношения U/V . Одна пара будет ближе к «режиму, ограниченному источником» (такая как пересечение линий b и B на рис. 4), в то время как другая будет ближе к «режиму, ограниченному длиной масс-анализатора» (такая как пересечение линий a и A). Это результат того, что и передача, и разрешающая способность являются функциями двух переменных: ионной энергии и настройки U/V , задающих таким образом две поверхности. Пересечением этих двух поверхностей будет кривая, называемая «оптимальной аналитической характеристикой».

Оптимальная аналитическая характеристика зависит от соотношения массы и заряда. Поскольку ионы более высоких масс проводят большее время в масс-анализаторе (при одной и той же ионной энергии), область, ограниченная его длиной (продолжительностью), переместится в левом направлении (если ширина пика используется в качестве меры разрешающей способности — более высокой разрешающей силы, т. е. более низкой Δm). С другой стороны, ионы большой массы будут проводить больше времени также в краевых полях, вызывая в результате смещение области, ограниченной источником, в направлении вниз. Общий эффект заключается в том, что оптимальная аналитическая характеристика смещается влево и вниз по мере увеличения соотношения массы и заряда.

Соединение ионизатора с масс-анализатором — это важная тема, в особенности в случае *квадрупольных фильтров массы*. Если анализируемое вещество заполняет равномерно объем ионизационной камеры и находится в термическом равновесии со стенками, ионы образуются в пространстве, определяемом ионизирующим лучом. Вначале рассмотрим значительно более простой одномерный случай, где ионы генерируются по линии между двумя точками, заданными шириной ионизирующего луча (рис. 5). Построение графика зависимости поперечной составляющей начальной скорости ионов, выходящих из источника, от их местоположения позволяет получить эллипс, содержащий все возможные комбинации. Это эллипс *излучательной способности* источника (фазовое пространство) на выходе. С другой стороны, масс-анализатор будет принимать ионы в зависимости от их положения, а также поперечной составляющей начальной скорости ионов. Эллипс, изображающий ионы, которые будут входить в масс-анализатор, называется эллипсом *принимательной способности анализатора*. (Эллипс представляет собой верхнюю границу для комбинаций значений начальной скорости/начального смещения в фазовом пространстве, которые позволяют иону проходить в анализатор, настроенный на конкретное отношение M/Q .) Наложение двух эллипсов — это экстракция. Меньший эллипс и определяет экстракцию, поэтому существуют режимы работы, ограниченные возможностями источника и масс-анализатора [137]. В практическом случае источник может характеризоваться пятимерным фазовым пространством: два направления, перпендикулярные оси симметрии, наряду с двумя скоростями в этих направлениях и скоростью вдоль оси. (Принимательная и излучательная способности могут характеризоваться более подробно серией эллипсов, соответствующих различным процентам вероятностей прохождения и эмиссии.) Электрические поля между источником и анализатором играют критическую роль в определении эффективности прохождения ионов путем изменения излучательной способности источника через блуждающие, так называемые краевые поля [138, 139]. Краевые поля также отвечают за дискриминацию массы: медленные ионы (при постоянной ионной энергии, ионы с большой массой) имеют меньше шансов пройти эту область, чем более быстрые.

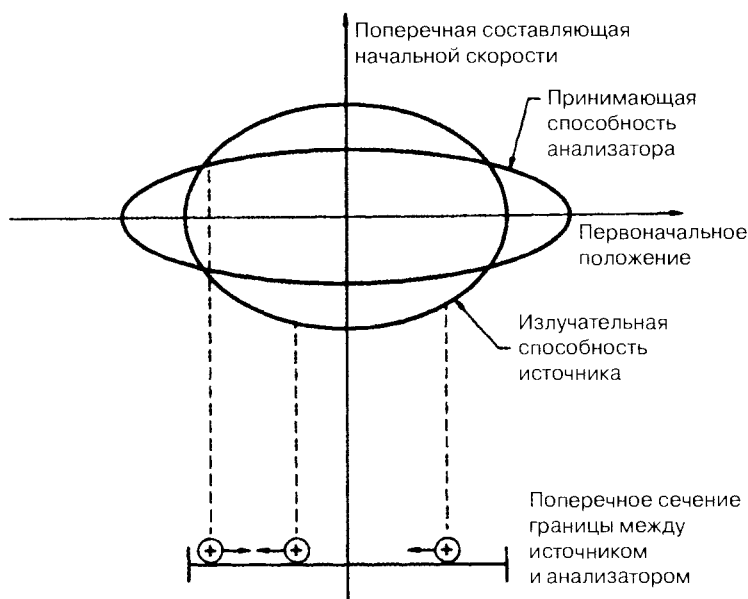


Рис. 5. Эллиптические характеристики (эллипсы) излучательной способности источника ионов и принимающей способности квадрупольного масс-анализатора

Как видно из предыдущего рассмотрения, входная и выходная области анализатора, где поле постоянного тока постепенно приближается к своему конечному значению (краевые поля), играют основную роль в общей эффективности прохождения ионов через масс-анализатор. На графике стабильности краевые поля соответствуют отрезку линии сканирования до того, как она достигнет области стабильности (например, на рис. 3 напряжения U_a , V_a соответствуют состоянию, когда фильтр настроен на приблизительное массовое число m_1). Однако, по мере того как ион (массовое число m_1) перемещается от источника в область между стержнями квадрупольного поля, он испытывает постепенное «наращивание» электрического поля. Это соответствует нахождению под воздействием части линии сканирования между U_0 и точкой a , которая находится за пределами области стабильности для иона массового числа m_1 .) В результате этого траектории ионов являются нестабильными, что приводит к высоким потерям. Способ избежать это состоит в том, что «согнуть» линию сканирования с тем, чтобы она полностью находилась в пределах области стабильности. Это означает, что высокочастотное напряжение нужно увеличить первым, а потом только напряжение постоянного тока. Это называется «задержкой нарастания постоянного тока» [140], которая может быть реализована посредством использования набора четырех дополнительных электродов между источником и анализатором (и, возможно, также между анализатором и детектором), ток которых задается только высокочастотным напряжением. В нескольких коммерческих анализаторах парциального давления используется эта методика.

Варианты квадрупольных масс-анализаторов, основанных на стандартной конструкции, описанной ранее, можно классифицировать по *задающему напряжению* и форме фильтра.

Возможный способ избежать потерь и дискриминации масс, связанных с краевыми полями, состоит в том, чтобы совсем не использовать постоянный ток. Этот так называемый режим *только переменного тока* квадрупольного поля в сущности представляет собой фильтр высоких ча-

стот, обеспечивающий интегральный спектр. Для получения регулярного спектра на выходе анализатора применяется фильтр «тормозящего поля» или энергии, принцип работы которого основан на наблюдении, что пучок ионов, близких к границе области стабильности (соответствующей этапу в интегральном режиме), имеет тенденцию расфокусироваться и заполнять отверстие на выходе. Поскольку сила красевых полей (задаваемых высокочастотным напряжением) увеличивается по мере увеличения смещения от оси z , эти ионы приобретают больше энергии от полей, чем другие [141]. Дополнительное очевидное преимущество заключается в исключении необходимости поддерживать отношение U/V постоянным. В самом деле, приборы с низкими механическими допусками ведут себя превосходно в этом режиме работы, но разница является незначительной, если приборы были изготовлены точно. Недостатки заключаются в трудностях при низком M/Q (ниже 20) и высокой ионной энергии (выше 4eV), связанными с увеличением числа циклов высокочастотного напряжения, которые ион должен провести в фильтре для получения той же разрешающей способности по сравнению со случаем, где также присутствует фокусирующее/расфокусирующее действие напряжения постоянного тока [142, 143, 144].

Снятие строгого контроля отношения U/V можно путем ввода стержней с прямоугольной волной задающего напряжения [145], но этот вариант пока еще не был адаптирован в коммерческих приборах.

Были изучены варианты *геометрии фильтра*, в частности такие, как электроды вогнутой формы [146], плоские электроды [147], керамика с покрытием [148], а также электроды, изготовленные из проводов (4×3) для приближения к квадрупольным полям или исключения элементов более высокого порядка [149]. Во всех этих вариантах по-прежнему функционально используются четыре электрода.

Было признано уже давно (1963) [150], что нет необходимости применять четыре электрода для использования свойств квадрупольного масс-анализатора и уравнений (2)—(4). Комбинирование одного круглого (или гиперболического) и V-образного электрода (круглый стержень находится между сторонами V-образного электрода, соединенными под углом 90°) может имитировать четвертую часть квадрупольного поля. Эта схема представляет собой *монополярный* масс-спектрометр, который был также изготовлен для коммерческих целей. Другие предложения (которые не были освоены для коммерческих целей) — это *дипольный* масс-спектрометр, состоящий из двух круглых электродов на одной стороне пластинчатого электрода, создающего «половину» квадрупольного поля [151]. Уже выполнено теоретическое изучение «*мультipoлярных*» устройств (шестиполюсных, восьмиполюсных) в качестве обобщения геометрии квадрупольного устройства [152]. Некоторые виды геометрии, а также средства ее реализации (в частности фигурное стекло) защищены патентами.

Большее количество более коротких стержней открывают путь для увеличения максимального допустимого рабочего давления. Поскольку средняя длина свободного пути обратно пропорциональна давлению, столкновения ионов и молекул будет оказывать действие на линейность выше 10^{-6} мм рт. ст. ($\sim 10^{-3}$ Па) (смотрите подраздел 3.2.1.2). Более короткие стержни уменьшают столкновения ионов и молекул, но для сохранения разрешающей способности должна увеличиваться частота напряжения. (Разрешающая способность связана с числом циклов, которое ионы проводят в квадрупольном поле.) При использовании того же самого диапазона U и V (ограниченного дугообразованием) радиус начальной окружности стержней (r_0) должен уменьшаться пропорционально увеличению ω . (См. подраздел 3.2.4.1. Переменные a

и q , задающие область стабильности, являются функцией произведения r_0 и ω). Меньший r_0 в свою очередь сократит принимающую область анализатора, что можно компенсировать за счет использования серии действующих параллельно квадруполей. Было описано устройство, в котором используется массив квадруполей 3×3 (16 стержней, образующих 9 квадрупольных анализаторов) [153]. В то время как меньший размер головки анализатора и более высокий предел рабочего давления представляют собой очевидные преимущества, разрешающая способность в целом и мощность, необходимая для такого анализатора, являются менее реализуемыми, чем в случае обычных квадруполей.

Если два стержня квадруполя (состоящего из четырех круглых или гиперболических стержней) завернуть в кольцо, а два других превратить в торцевые крышки, то получим «трехмерный квадруполь» или *квадрупольную ионную ловушку*. Электроны могут входить через центральное отверстие в одной из торцевых крышек, в то время как другая может предоставлять выход для ионов, образовавшихся (и хранящихся) в пространстве, ограниченном кольцевым электродом и двумя торцевыми крышками. Ионы, образованные электронным ударом, анализируются путем увеличения амплитуды высокочастотного напряжения на кольцевом электроде. Это приводит к дестабилизации траекторий ионов для все более высоких масс в осевом направлении. Вытолкнутые ионы обнаруживаются внешним детектором. Захваченные ловушкой ионы могут измеряться также посредством поглощения мощности дополнительного сигнала возбуждения или путем измерения дифференциального заряда на торцевых крышках, индуцированного движением ионов [154]. Квадрупольные ионные ловушки нашли применение в качестве детекторов полевых аппаратов для экологического мониторинга [155].

3.2.4.2. Магнитные секторные масс-анализаторы

Как показывает уравнение (1), ионы со скоростью v в перпендикулярном магнитном поле B будут ускоряться в направлении, перпендикулярном как v , так и B , таким образом описывая круглую траекторию радиуса r :

$$\frac{M}{Q} \frac{v^2}{r} = vB. \quad (5)$$

Ионы приобретают свою начальную скорость v посредством ускорения во время пролета через электрическое поле E , таким образом:

$$\frac{Mv^2}{2} = QE. \quad (6)$$

Из этих двух уравнений получаем «уравнение магнитного масс-спектрометра»:

$$\frac{M}{Q} = \frac{B^2 r^2}{2E}. \quad (7)$$

Поскольку источник и коллектор обычно находятся в фиксированных положениях, двумя вариантами «сканирования» являются следующие: изменение радиуса ионного луча в зависимости от M/Q заключается либо в варьировании напряженности магнитного поля B (с помощью электромагнита), либо в использовании фиксированного магнита и варьировании силы ускоряющего электрического поля E (сканирование напряжения). И в том и в другом случае

соотношение между M/Q и сканирующей переменной является нелинейным, в результате чего получается нелинейная ось массы. (Пространство между пиками меньше (спектр «сжат») на высоком конце по сравнению с более низким концом M/Q .)

Для того чтобы предотвратить попадание ионов с сильно отличающимися углами вектора скорости (и энергии) в спектрометр, используется входная прорезь, уменьшающая отдачу ионного источника, которая определяет размер луча. Для соответствующей разрешающей способности используется выходная прорезь, позволяющая входить в детектор только сфокусированным ионам. (Магнитный секторный анализатор данного типа обеспечивает одинарное фокусирование — ионы равной M/Q и энергии, но разного направления скорости на входе сфокусированы на выходной прорези.) Для наибольшей чувствительности ширина входной прорези (S_1) должна быть максимально возможной. Ширина выходной прорези (S_2) должна быть еще больше на ΔS , чтобы обеспечивать более широкий луч, вызываемый aberrацией в силу изменения первоначальных направлений ($S_2 = S_1 + \Delta S$). В этом случае разрешающая мощность будет составлять [156]

$$\frac{M}{\Delta M} = \frac{r}{2S_2}. \quad (8)$$

Направленное фокусирование может быть достигнуто с различными углами отклонения луча. В приборе типа Демпстер луч ионов отклоняется в поле 180-градусного сектора, таким образом луч ионов является параллельным во входной и выходной прорезях, но движение осуществляется в противоположных направлениях. Источник ионов и детектор находятся внутри магнитного поля в этой конфигурации.

Для облегчения доступа и устранения помех с умножителями может возникать потребность удалить источник и детектор из магнитного поля. Это возможно, если использовать поля сектора 30, 60 или 90°. Для обеспечения фокусирования входная и выходная прорези должны находиться на линии, перпендикулярной оси симметрии магнита, при этом линия помещается в точку, где пограничные линии поля пересекаются (рис. 6). Данная схема предусматривает эффект однократного (направленного) фокусирования.

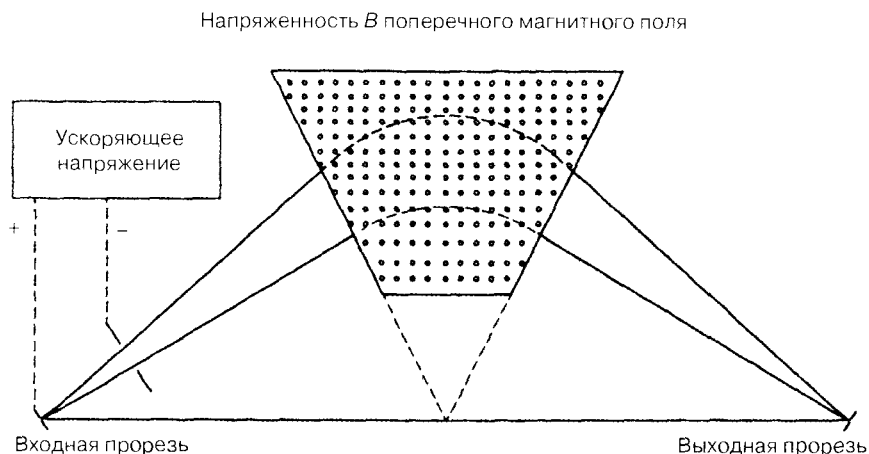


Рис. 6. Схема магнитного секторного масс-анализатора с одинарным фокусированием (угол сектора 60°)

Центровка магнита, как правило, является более критической в данной компоновке, поэтому после его снятия (например для термической обработки) может потребоваться перекалибровка.

Данные спектрометры одинарного фокусирования отделяют ионы в зависимости от M/Q из моноэнергетического ионного луча. Поскольку имеет место неизбежная разница в уровне энергии, только дополнительное электростатическое отклонение может обеспечить направленное и энергетическое фокусирование. Такой прибор двойного фокусирования для анализа парциального давления был описан Ниером [157].

Во всех случаях для оказания влияния на чувствительность и разрешающую способность необходимо менять механические детали (входную и выходную прорези). По сравнению с квадрулями (изменение электронной настройки) частые замены могут представлять собой ограничение, но могут быть и преимуществом с точки зрения стабильности и повторяемости результатов в зависимости от вида применения. Разрешающая сила $M/\Delta M$ является постоянной на протяжении диапазона массы, а типичные скорости сканирования составляют порядка нескольких а. е. м/с.

Подсоединение анализатора магнитного сектора (90 градусов) к источнику электронов типа Нiera было изучено Вернером [110]. При низких токах эмиссии (менее 50 μA) и низких значениях давления (менее 10^{-6} мм рт. ст. или приблизительно 10^{-4} Па) можно пренебречь магнитным полем источника, первоначальной тепловой энергией, а также эффектами отрицательного и положительного пространственных зарядов. При более высоких значениях тока эмиссии и низких значениях давления отрицательный пространственный заряд, а при высоких значениях давления положительный пространственный заряд могут оказывать влияние на ионизацию, приводя к колебанию энергии иона. Дискриминация массы во время сканирования напряжения может объясняться уменьшением размера области формирования ионов и увеличением угловой расходимости в силу уменьшения ускоряющего напряжения. При низком ускоряющем напряжении (соответствующем более высоким массовым числам) ионные траектории продемонстрировали большую расходимость и концентрации на выходной прорези. В противовес этому при более высоком ускоряющем напряжении (2 кВ) ионы концентрируются вдоль оси (более высокая передача при более низких массовых числах).

3.2.4.3. Времяпролетные масс-анализаторы

Ионы генерируются коротким импульсным перекрестным электронным лучом в источнике, за которым следует другой импульс напряжения (экстракция), для того чтобы обеспечить ионы определенной кинетической энергией. Время пребывания ионов в этой ускоряющей области t будет зависеть от их соотношения M/Q ($t(M/Q)$). На основании уравнения (1)

$$\frac{M}{Q} \frac{d^2 r}{dt^2} \tau(M/Q) = E \tau(M/Q). \quad (9)$$

Исходя из энергетических соображений — или интегрируя уравнение (9) траектории ионов в постоянном поле E , — найдем скорость ионов, которая будет пропорциональной квадратному корню их массы:

$$v = \sqrt{\frac{2EQ}{M}}. \quad (10)$$

(Кинетическая энергия иона равна энергии, полученной от электрического поля.) Если эти ионы получают возможность дрейфовать по свободной от поля трубке (пролетная трубка длиной l), то время, необходимое для достижения детектора, будет зависеть от их соотношения M/Q , и можно будет делать анализ массы:

$$t = l * \sqrt{\frac{M}{2EQ}}. \quad (11)$$

В то время как чувствительность будет пропорциональной длительности ионизирующих импульсов, разрешающая мощность будет пропорциональной соотношению времени пролета ионов и длительности импульса экстракции ионов (как правило, нс). Поэтому длина пролетной трубки является критической в определении разрешающей способности (длина пролетной трубки 1 м или более является типичной). Хотя это самое простое устройство анализатора из всех возможных для измерения парциального давления (РРА), требуются довольно-таки сложные задающие цепи для обеспечения импульсов и обнаружения ионов. В исследованиях реакций и быстро изменяющихся процессов используется крайне короткое время ответной реакции данного прибора.

В некоторых приборах используются методы совершенствования разрешающей силы, которая ограничивается — кроме длины трубки — разбросом по энергии ионов, образующихся в различных областях в источнике (методы пространственной фокусировки, фокусировки временной задержки) [158].

Времяпролетные приборы могут подсоединяться относительно легко к ионизаторам электронного удара. Ионы, генерируемые электронной бомбардировкой, удерживаются в потенциальной яме, образуемой электронным лучом, движущимся под прямым углом к оси прибора. Импульс, прилагаемый к экстракционной решетке, перпендикулярной оси, будет отклонять луч, а ионы будут вытягиваться через решетку. Можно применять несколько других решеток для уменьшения проникновения поля в пролетную трубку (0—3 кВ) в источнике [159]. Для измерения сверхвысокого вакуума (ниже 10^{-12} мм рт. ст., $\sim 10^{-10}$ Па) большую проблему представляет собой отделение ионов газовой фазы от ионов, связанных с электронстимулируемой десорбцией. Для таких измерений низкого давления сконструирован времяпролетный квадруполь [160].

3.2.5. Регистрация ионов

Ионы, выходящие из анализатора, разделяются качественно в зависимости от их M/Q , но требуется определение их количества для анализа или просто для целей идентификации. Поэтому ионный ток преобразует электрический сигнал либо просто путем преобразования ионного тока в электрический в металлическом электроде (коллектор Фарадея), либо посредством способа, также предусматривающего усиление тока (умножители).

3.2.5.1. Коллекторы Фарадея

Ионы, ударяющиеся о металлическую поверхность, нейтрализуются посредством передачи электронов, которые создают соответствующий ток. Когда металл поддерживается при постоянном потенциале, сила этого тока может измеряться через большой омический резистор. Преобразователь тока в напряжение затем может создать сигнал, пропорциональный ионному току, однако ионы с двойным зарядом будут создавать сигнал в 2 раза сильнее по сравнению с однозарядными ионами.

В своей самой простой форме коллектор Фарадея — это всего лишь металлическая пластина, расположенная за выходной прорезью анализатора. Крупным недостатком этого простого устройства является то, что падающие ионы могут выпалкивать вторичные электроны при ударе о металлическую поверхность, вызывая ток большей силы, чем соответствующий ионный ток. Золотое покрытие — это способ минимизации эмиссии вторичных электронов.

Эффекты вторичных электронов можно также минимизировать путем использования закрытой конструкции, за исключением прорези для входа ионов (чаша Фарадея). Вторичные электроны ударяются о поверхность внутри чаши и захватываются вновь, и таким образом их воздействие исключается. Другое решение заключается в использовании дополнительной сетки перед чашей Фарадея, которая действует в качестве подавителя электронов (выдерживается при потенциале, который значительно ниже потенциала чаши Фарадея).

Ограниченностью коллектора Фарадея является его скорость измерения. Это связано с емкостью входных кабелей и необходимостью использовать резисторы с высоким входным сопротивлением. При 10^{-16} А временная константа, как правило, составляет приблизительно 1 с. Измерение при такой низкой силе тока ограничивается помехами, создаваемыми кабелями и соединителями, а также термическими помехами, источником которых является сам резистор [161].

3.2.5.2. Дискретные диодные умножители

Для преодоления ограничений, в частности, таких как скорость измерения, чувствительность и динамический диапазон используются электронные умножители. В этих устройствах применяется эмиссия вторичных электронов — явление, подавляемое в коллекторах Фарадея. В дискретном диодном умножителе ионы ускоряются напряжением, величина которого измеряется киловольтами, и направляются на передний конец (первый диод) умножителя. Вторичные электроны (их количество больше количества падающих ионов), эмитируются с этой поверхности и ускоряются в направлении второго диода. При ударе эмитируется еще больше вторичных электронов. Повторением этого процесса в течение нескольких этапов (как правило, 14—16) можно достичь усиления в 10^6 раз. Электронный ток от последнего диода измеряется коллектором Фарадея. Общее усиление данного умножителя зависит от напряжения, увеличивающегося нелинейно. Основными материалами для вторичной эмиссии чаще всего являются бериллий—медь (слой оксида бериллия в качестве вторичного эмитирующего слоя), но также использовались серебро-магний и алюминий [162].

К умножителям предъявляется следующее требование (кроме высокого вторичного эмитирующего соотношения): стабильность усиления на протяжении времени и, возможно, после воздействия образцов. В качестве первого приближения допускается, что усиление изменяется как $M^{-0.5}$ в результате того, что эффективность конверсии ион—электрон является пропорциональной скорости иона (которая при постоянной энергии изменяется как $M^{-0.5}$). К сожалению, усиление также зависит от типа ионов (M/Q) [161] и от состояния поверхностей, эмитирующих вторичные электроны. Воздействие образцов или загрязнение может вызывать сильное ухудшение усиления, делая необходимыми частые проверки. Измерение усиления может осуществляться путем сравнения сигнала, полученного с помощью умножителя, с сигналом, собранным, когда первый диод используется в качестве коллектора Фарадея. Обновление умножителей после уменьшения их усиления, по свидетельствам некоторых ис-

следователей, осуществлялось успешно (в частности термическая обработка при давлении 1 атм. в O_2 при 300 °C) [162, 163].

Если необходимо дальнейшее увеличение чувствительности, умножитель может использоваться в качестве «счетчика ионов», расширяя предел обнаружения до одного иона.

3.2.5.3. Канальные электронные умножители

Вместо сложной конструкции многих динодов может использоваться компактная цельная специальная стеклянная трубка (с высоким содержанием свинца), которая демонстрирует вторичную эмиссию с высокими характеристиками. Высокое напряжение (порядка киловольт), приложенное к контактам на обоих концах, обеспечивает пополнение утраченного заряда и также ускоряет вторичные электроны. В принципе между этим устройством и дискретным динодным умножителем никакой разницы не существует, однако его небольшой размер и низкая стоимость делают его привлекательным для пользователей. Один ион, как правило, создает импульс шириной приблизительно 10 нс (при половине высоты).

Для исключения обратной связи ионов (ионы, создаваемые вторичными электронами от остаточных газов, ударяются о стенки и создают дополнительный всплеск вторичных ионов) трубка имеет кривизну, ограничивая расстояние, которое может преодолеть ион, и количество энергии, которое могут приобретать ионы. Некоторые канальные электронные умножители (СЕМ) [164] были сконструированы специально для режима подсчета импульсов. Эти устройства позволяют использовать дискриминаторы для различения сигнала и помех просто на основе амплитуды импульса. Ресурс зависит от времени воздействия уровней высокого входа (бомбардировка ионами передних поверхностей), а также среды остаточного газа, которая может вызвать деградацию поверхности вторичной эмиссии [165], но в целом канальные электронные умножители являются менее чувствительными к изменению усиления, получающегося в результате воздействия воздуха по сравнению с дискретными динодными умножителями.

Метод измерения усиления СЕМ на основе соотношения постоянного тока и тока помех исключает необходимость измерения усиления посредством переключения кабелей и особенно подходит для СЕМ [166]. Кроме напряжения умножителя, усиление зависит от массы иона, энергии падающего потока и химической природы ионов (оно, как правило, уменьшается при увеличении массового числа), требуя использования коэффициентов коррекции [167].

3.2.5.4. Микроканальные пластинчатые умножители

Интеграция оптических технологий в канальные электронные умножители привела к появлению микроканальных пластинчатых умножителей (МСП). Микроканальные пластины — это тонкие пластины из свинцового стекла с миллионами отверстий диаметром 10 $\mu\text{м}$, действующих в качестве параллельных коротких каналных электронных умножителей. Стенки отверстий обработаны высокоустойчивым покрытием с коэффициентом вторичной эмиссии выше 1. Высокое напряжение подается на верхнюю и нижнюю поверхности пластины, покрытые проводящим слоем. Каналы установлены под углом, чтобы электроны, движущиеся нормально по отношению к пластине, ударялись о стенку. Для исключения обратной связи ионов две таких пластинки помещаются друг на друга («шеvronная конфигурация») [168]. Микроканальные пластинчатые умножители особенно хорошо подходят для квадрупольных масс-анализаторов, обеспечивая большую площадь для регистрации ионов, но также они успешно применялись в магнитных секторных масс-спектрометрах [169]. Как в случае других умножи-

телей, сильные ионные сигналы могут вызывать насыщение в силу пространственного заряда или искажения поля в выходе. Загрязнение поверхностей может вызывать полевую эмиссию, которая в экстремальном случае может приводить к постоянно насыщенному состоянию. Микроканальные пластинчатые умножители являются крайне хрупкими, и если требуется удалить их из вакуумной среды, то последующее хранение нужно осуществлять в осушаемых контейнерах во избежание поломки из-за поглощения влаги. Кратковременное воздействие атмосферы (несколько часов), как правило, не приводит к потере работоспособности; однако воздействие паров углеводородов или использование в вакууме при повышенных температурах (выше 50°C) может вызвать отказ.

Литература

1. R. Schubert. *Anal. Chem.*, **44** (1972) 2084—2087.
2. J. Hardy. *Advances in Mass Spec.*, **6** (1974) 1061—107.
3. K. Anderson and K. Mauersberger. *Rev. Sci. Instrum.*, **52** (1981) 1025—1028.
4. K. Mauersberger and R. Finstad. *Rev. Sci. Instrum.*, **50** (1979) 1612—1617.
5. Leybold Inficon Inc. *American Environmental Laboratory*, (1995) Nov.—Dec., 34—35.
6. F. R. Laurnsen. *Int. J. Mass Spec. Ion Proc.*, **95** (1990) 259—268.
7. S. Bohatka, I. Futo, and I. Gal. *Vacuum*, **44** (1993) 669—671.
8. S. Bohatka. *Vacuum*, **46** (1995) 767—768.
9. S. Bohatka and I. Berecz. *Vakuum Technik.*, **35** (1986) 79—88.
10. G. Langer. *Vacuum*, **34** (1984) 757—784.
11. S. Hiroki et al. *J. Vac. Sci. Technol. A12* (1994) 2711—2715. 12 C. M. Hohenberg, *Rev. Sci. Instrum.*, **51** (1980) 1075—1082.
13. I. P. Wright, I. A. Boyd, and S. R. Franchi. *J. Phys. E. Sci. Instrum.*, **21** (1988) 865—875.
14. F. E. Jones and F. E. Cartan. Report # ICP-1085, 1976 (Available from the Nat'l Technical Information Service, 5285 Port Royal Road, Springfield VA 22161.)
15. J. Dattner and J. Fischler. *Brit. J. Appl. Phys.*, **14** (1963) 728—729.
16. R. E. Ellefson and D. Cain. *J. Vac. Sci. Technol.*, **A5** (1987) 134—139.
17. D. J. Santeler. *J. Vac. Sci. Technol.*, **A5** (1987) 129—133.
18. E. Danes, R. Dobtozemsky, and G. Schwarzingner. *Vacuum*, **43** (1992) 537—539.
19. L. Lieszkovsky, and J. Borossay. *J. Vac. Sci. Technol. AS* (1987) 2819—2822.
20. J. Koprio, and G. Rettinghaus. *Advances in Mass Spec.*, **10** (1985) 891—892.
21. R. T. Parkinson and L. Toft. *Analyst*, **90** (1965) 220—227.
22. J. Roboz, *Anal. Спет.*, **39** (1967) 175—178.
23. E. E. Hughes and W. Dorko. *Anal. Chem.*, **40** (1968) 750—755.
24. I. Morisako, I. Kato, and Y. Ino. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, **48** (1983) 19—22.
25. K. Sieferting, H. Berger, and W. Whitlock. *J. Vac. Sci. Technol.*, **A11** (1993) 1593—1597.
26. G. M. Solomon. *J. Vac. Sci. Technol.*, **A2** (1984) 1157—1161.
27. H. Selhofer and R. Wagner. *Proc. 7th Intern. Vac. Congr., Vienna 1977*, (1977) 211—214.
28. I. Berecz and S. Bohatka. *Proc 8th Intern. Vac. Congr., Cannes 1980*, (1980) 251—254.
29. A. Holme, J. D. Buckingham, and K. T. Fowler. *Dynamic Mass Spectrometry*, **5** (19 129—136.
30. B. Goodwin, A. E. Holme, and J. H. Leck. *Proc. 7th Intern. Vac. Congr. Vienna 1977* (1977) 177—180.
31. A. E. Holme, M. Parris, and S. Purdy. *J. Vac. Sci. Technol.*, **A6** (1988) 1156—1157.

32. L. Niishi, S. Sugai, and K. Kimura. Proc. 6th Intern. Vac. Congr. Kyoto 1974, (1974) 163—166;
33. A. Smith and M. I. Pettifor. Vacuum, 32(1982) 175—181.
34. J. M. Welter. Proc. 6th Intern. Vac. Congr. Kyoto 1974, (1974) 175—178.
35. O. G. Koch and R. Reinhard. Fres. Z. Anal. Chem., 231 (1967) 420—429.
36. W. G. Perkins. J. Vac. Sci. Technol., 10 (1973) 543—556.
37. G. Thieme. Vacuum, 13 (1963) 137—143.
38. R. S. Barton and R. P. Govier. J. Vac. Sci. Technol., 2 (1965) 113—122.
39. M. Mosharrafa and H. J. Oskati. Physica., 32 (1966) 1759—1765.
40. J. J. Sullivan and R. G. Buser. J. Vac. Sci. Technol., 6 (1969) 103—108.
41. H. F. Dylla, W. R. Blanchard, and R. B. Kiawchuk. J. Vac. Sci. Technol., A2 (1984) 1188—1192.
42. W. Poschenrieder. J. Vac. Sci. Technol., A5 (1987) 2265—2272.
43. C. G. Pearce. Advances in Mass Spec., 8 (1980) 1771—1777.
44. H. F. Dylla. Proc. 9th Intern. Vac. Congr. Madrid 1983, (1983) 578—588.
45. H. F. Dylla. J. Vac. Sci. Technol., A1 (1983) 1297—1301.
46. W. R. Blanchard, H. J. McCarthy, and H. F. Dylla. J. Vac. Sci. Technol., A4 (1986) 1715—1719.
47. R. Dobrozemsky and G. Schwarzsinger. J. Vac. Sci. Technol., A10 (1992) 2661—2664.
48. J. H. Scrivens. Vacuum, 32 (1982) 169—174.
49. P. L. Swart and H. Aharoni. J. Vac. Sci. Technol., A3 (1985) 1935—1945.
50. J. Visser. J. Vac. Sci. Technol., 10 (1973) 464—471. 51. N. Muller, G. Rettinghaus, and G. Strasser. J. Vac. Sci. Technol., A8 (1990) 2822—2825. 52. M. E. Buckley. Vacuum, 44 (1993) 665—668.
53. B. Raby. J. Vac. Sci. Technol., 15 (1978) 205—208.
54. A. J. G. Schellingerhout, T. M. Janocko, and M. A. Klapwijk. Rev. Sci. Instrum., 60 (1989) 1177—1183.
55. J. A. Koprio, G. Peter, and H. Fischer. Vacuum, 38 (1988) 783—786. 56. M. Benyezzar, D. King, and P. L. Jones. Vacuum, 43 (1992) 21—24. 57. E. Hasler and G. Rettinghaus. Vacuum, 38 (1988) 1—5.
58. C. Lu, M. J. Lightner, and C. A. Gogol. J. Vac. Sci. Technol., 14 (1977) 103—107. 59. C. A. Gogol and S. H. Reagan. J. Vac. Sci. Technol., A1 (1983) 252—256.
60. R. Kubiak. J. Vac. Sci. Technol., A1 (1991) 2423—2427.
61. P. Looney and S. Tison (eds.). Water: Its Measurement and Control in Vacuum (Gaithersburg 1994).
62. R. K. Lowry. NBS IR 84—2852, Proc. Moist. Meas. Workshop (National Bureau of Standards, Gaithersburg, 1984), p. 59.
63. L. J. Rigby. Int. J. Mass Spec. Ion Proc., 60 (1984) 251—264.
64. L. Perkins. NBS SP 400—69, Proc. Moist. Meas. Workshop (National Bureau of Standards, Gaithersburg, 1981), p. 58.
65. K. Lin and J. D. Burden. J. Vac. Sci. Technol., 15 (1978) 373—376.
66. T. J. Rossiter, F. Gollob et al. NBS IR 84—2852, Proc. Moist. Meas. Workshop (National Bureau of Standards, Gaithersburg, 1984), 8—23.
67. W. M. Hickam. NBS SP 400—69, Proc. Moist. Meas. Workshop (National Bureau of Standards, Gaithersburg, 1984), p. 153.
68. J. E. Fenstermacher. J. Vac. Sci. Technol., 8 (1971) 380—384.
69. S. Baptist and F. Levy. Vacuum, 43 (1992) 213—214.
70. J. E. Fenstermacher. J. Vac. Sci. Technol., A5 (1987) 142—143.

71. A. Pebler and W. M. Hickam. *Anal. Chem.*, 45(1973)315—319.
72. S. K. Gupta, *Analyst*, 109 (1984) 793—794.
73. Schubert and J. A. Augis. *J. Vac. Sci. Technol.*, A1 (1983)248—251.
74. D. G. Mahoney. *J. Vac. Sci. Technol.*, A12 (1994) 1740-I 743.
75. C. M. Ward and L. E. Bergquist, *J. Nucl. Mat.*, 85 (1979) 117—120.
76. J. A. Koprio, H. Gaug. and H. Eppler, *Int. J. Mass Spec. Ion. Phys.*, 48 (1983) 23—26.
77. L. J. Rigby, *Dynamic Mass Spectrometry*, 3 (1972) 237 -242
78. O. G. Koch. *Fres'Z. Anal. Chem.* 284 (1977) 13—18.
79. Y. Rosenthal, G. Adam, and G. Kohn. *J. Vac. Sci. Technol.*, A5 (1987) 389—390.
80. M. C. Paul. *Vacuum*, 15 (1965) 239—247.
81. S. Watanabe, M. Aono, and S. Kato. *J. Vac. Sci. Technol.*, A14 (1996) 3261 -3266.
82. W. Nesselldreher. *Vacuum*, 26 (1976) 281—286.
83. J. R. J. Bennett and R. J. Elsey. *Vacuum*, 44 (1993) 647—651.
84. W. L. Fite and P. Irwing. *J. Vac. Sci. Technol.*, 11 (1974) 351—356.
85. R. J. Reid. *Vacuum*, 28 (1978) 499—505.
86. C. Wursching. *Vacuum*, 43 (1992) 137—141.
87. B. Podor, I. Bertoti, and G. Mink. *Vacuum*, 33 (1983) 71—72.
88. R. D. Pilkington and D. Price. *Dynamic Mass Spectrometry*. 6 (1981) 284—290.
89. H. Eppler and H. Selhofer. *Thermochemica Acta*, 20 (1977) 45—52.
90. R. D. Collins, P. Fiveash, and L. Holland. *Vacuum*, 19 (1969) 113—116.
91. K. Hoefler, A. Hoeglund, and L. G. Rosengren. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 46 (1983) 127—130.
92. B. R. F. Kendall, V. S Rohrer, and V. J. Bojan. *J. Vac. Sci. Technol.*, A4 (1986) 598—601.
93. Y. Wang and Z. Yang. *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 20 (1987) 1483—1486.
94. J. Basford, M. Boeckmann, R. Ellefson, A. Filippelli, D. Holkeboer, L. Lieszkovszky, and C. Stupak. *J. Vac. Sci. Technol.*, A11 (1993) A22-A40.
95. L. V. Lieszkovszky, A. R. Filippelli, and C R. Tilford. *J. Vac. Sci. Technol.*, A8 (1990) 3838 3854.
96. J. H. Batey. *Vacuum*, 44(1993)639—642.
97. G. Bunyard. *Vacuum.*, 44 (1993) 633—638.
98. I. E. Sodal and D. A. Hanna. *J. Vac. Sci. Technol.*, A15 (1997) 176—181.
99. P. E. Gear. *Vacuum*, 26 (1976) 3—10.
100. B. Podor. *Vacuum*, 3.3 (1983) 67—68.
101. J. H. Batey. *Vacuum*, 43 (1991) 15—19.
102. A. Nier. *Rev. Sci. Instrum.*, 18(1947) 398—411.
103. L. Dietz. *Rev. Sci. Instrum.*, 30 (1959) 235—241.
104. J. F. I. Todd and H. S. McKown. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 42 (1982) 183—190.
105. S. Dworetzky, R. Novick, and W. Smith. *Rev. Sci. Instrum.*, 39 (1968) 1721—1723.
106. W. M. Brubaker, D. Burnham, and G. Perkins. *J. Vac. Sci. Technol.*, 8 (1971) 273—2741.
107. P. S. Naidu and K. O. Westphal. *Brit. J. Appl Phys.*, 17 (1966) 645—651.
108. W. Fock. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 3 (1969) 285—291.
109. H. W. Werner. *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 7 (1974) 115—121.
110. J. L. Segovia. *Vacuum*, 47 (1996) 333—340.
111. F. Watanabe and H. Ishimaru. *J. Vac. Sci. Technol.*, A3 (1985) 2192—2195.
112. H. Miyake and M. Michijima. *Proc. 6th Intern. Vac. Congr. Kyoto, 1974* (1974) 171—174.

113. B. Hu and J. Qiu. *J. Vac. Sci. Technol.*, A5 (1987) 2657—2660.
114. C. He-neng, A. J. Genuit, W. Boerboom, and J. Los. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 46 (1983) 277—280.
115. K. Kokubun, S. Ichimura, and H. Shimizu. *Vacuum*, 44 (1993) 657—659.
116. F. Daublin. *Vakuum-Technik*, 20 (1971) 72—78.
117. W. Aberth and C. Spindt. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 25 (1977) 183—198.
118. N. Ogiwara and M. Shiho. *Vacuum*, 44 (1993) 661—663.
119. W. Brubaker. *Proc. 5th Instrum. & Measur. Conf. Stockholm 1961* (1961) 305—315.
120. P. H. Dawson. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 14 (1974) 317—337.
121. J. E. Campana. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 33 (1980) 101—117.
122. W. M. Brubaker. *Methods of Experimental Physics*, Vol., 14, edited by G. L. Weissler and R. W. Carlson (Academic Press, New York, 1979), pp. 81—100.
123. W. M. Brubaker and J. Tuul. *Rev. Sci. Instrum.*, 35 (1964) 1007—1010.
124. S. Hiroki, T. Abe, and Y. Murakami. *Rev. Sci. Instrum.*, 62 (1991) 2121—2124.
125. S. Hiroki, T. Abe, and Y. Murakami. *Rev. Sci. Instrum.*, 63 (1992) 3874—3876.
126. G. Reich. *Proc. 7th Intern. Vac. Congr. Vienna 1977* (1977) 197.
127. L. Frees, D. Holkeboer, and J. Farden. *30th Annu. Conf. Mass Spec. & Allied Topics Honolulu 1982* (1982) 656—656.
128. I. E. Dayton, F. C. Shoemaker, and R. F. Mozley. *Rev. Sci. Instrum.*, 25 (1954) 485—495.
129. D. R. Denison. *J. Vac. Sci. Technol.*, 8 (1971) 266—269.
130. J. Y. Tu. *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 22 (1989) 368—372.
131. W. M. Brubaker and W. S. Chamberlin. *NASA Re. NASW1298* (1970) 98—103.
132. J. F. Hennequin and R. L. Inglebert. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 26 (1978) 131—135.
133. R. L. Inglebert and J. F. Hennequin. *Advances in Mass Spec.*, 8 (1980) 1764—1770.
134. P. H. Dawson. *Mass Spectrometry Reviews*, 5 (1986) 1—37.
135. P. H. Dawson. *J. Vac. Sci. Technol.*, A4 (1986) 1709—1714.
136. A. E. Holme, W. J. Thatcher, and J. H. Leek. *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 5 (1972) 429—433.
137. P. H. Dawson. *Adv. Electron. & Electron Phys.*, 53 (1980) 153—208.
138. P. H. Dawson. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 6 (1971) 33—44.
139. W. M. Brubaker. *Advances in Mass Spectrometry*, 4 (1967) 293—299.
140. C. Trajber, M. Simon, and S. Bohatka. *Vacuum*, 44 (1993) 653—656.
141. U. Brinkmann. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 9 (1972) 161—166.
142. A. E. Holme. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 22 (1976) 1—5.
143. A. E. Holme, S. Sayyid, and J. H. Leek. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 26 (1978) 191—204.
144. P. H. Dawson, M. Meunier, and W. Tam. *Advances in Mass Spec.*, 8 (1979) 1629—1637.
145. J. A. Richards, R. M. Huey, and J. Hiller. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 15 (1974) 417—428.
146. T. Hayashi and N. Sakudo. *Rev. Sci. Instrum.*, 39 (1968) 958—968.
147. C. G. Pearce and D. Halsall. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 27 (1978) 31—41.
148. S. Hiroki et. al. *Vacuum*, 44 (1993) 71—74.
149. H. Matsuda, and T. Matsuo. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 24 (1977) 107—118.
150. U. von Zahn. *Rev. Sci. Instrum.*, 34 (1963) 1—4.
151. P. H. Dawson. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 12 (1973) 53—85.
152. I. Szabo. *Int. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 73 (1986) 197—235.
153. R. I. Ferran and S. Boumsellek. *J. Vac. Sci. Technol.*, A14 (1996) 1258—1265.

154. D. Goeringer, R. Crutcher, and S. McLuckey. *Anal. Chem.*, 67 (1995) 4164—4169.
155. W. C. McDonald, B. Abraham, and A. Robbat Jr. *Environ. Sci. Technol.*, 28 (1994) 336A—343A.
156. G.F. Weston. *Vacuum*, 30 (1980) 49—67. A. Nier. *Rev. Sci. Instrum.*, 31 (1960) 1127.
157. W. C. Wiley and I. H. McLaren. *Rev. Sci. Instrum.*, 26 (1955) 1150—1157.
158. D. B. Wilson. *Vacuum*, 19 (1969) 323—325. .
159. N. Ogiwara, Y. Miyo, and Y. Ueda. *Vacuum*, 47 (1996) 575—578.
160. R. D. Collins. *Vacuum*, 19 (1969) 105 -111.
161. R. Young. *Rev. Sci. Instrum.*, 37 (1966) 1414—1417.
162. G. Salser. *Rev. Sci. Instrum.*, 37 (1966) 674—675.
163. E. Kurz. *American Laboratory*, 3 (1979) 67—82.
164. S. Kaszczyszyn and A. Grzeszczak. *Vacuum*, 45 (1994) 323—324.
165. W. J. Fies. *Int. J. Mass Spec. Ion Proc.*, 82 (1988) 111—129.
166. N. R. Reagan, L. C. Frees, and J. W. Gray. *J. Vac. Sci. Technol.*, A5 (1987) 2389—2392.
167. G. F. Vanderschmidt. *J. Vac. Sci. Technol.*, A9 (1991) 2001—2006.
168. D. Murphy and K. Mauersberger. *Rev. Sci. Instrum.*, 56 (1985) 220—226.

Таблица 1

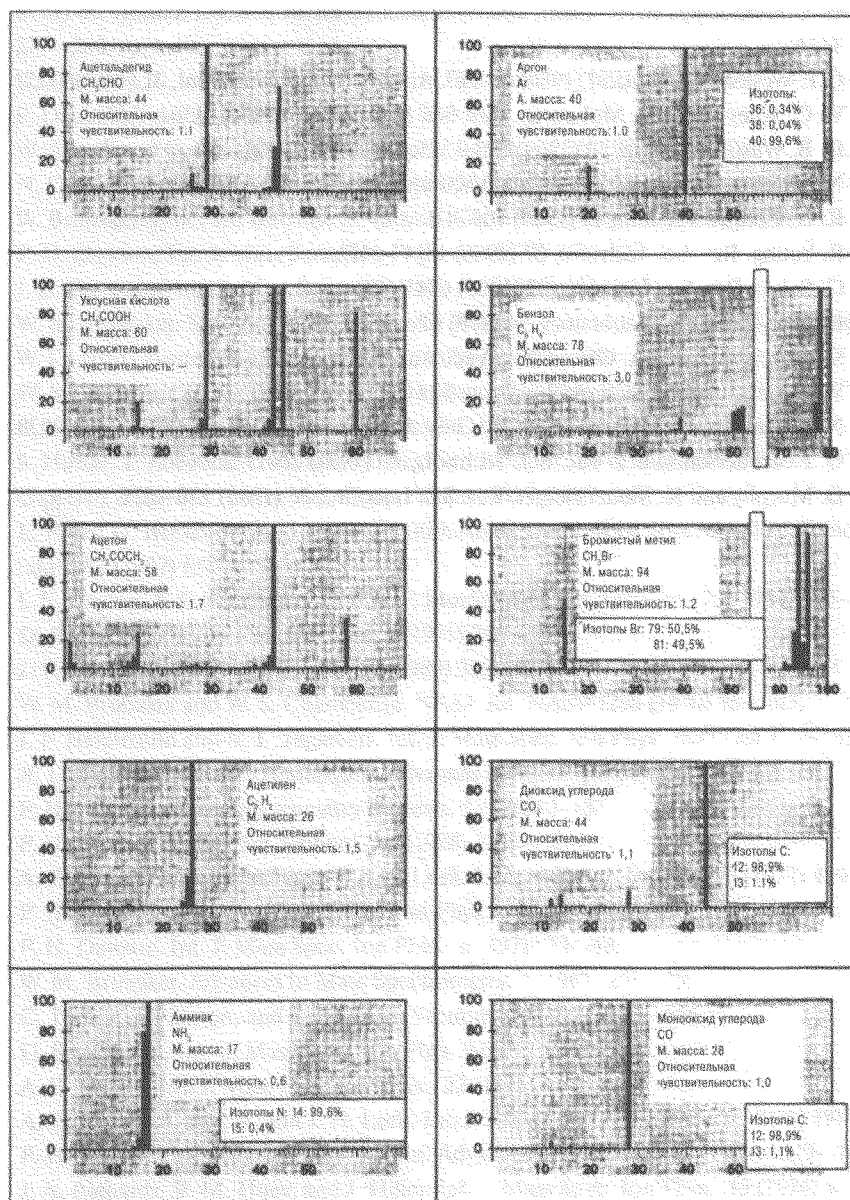


Таблица 2

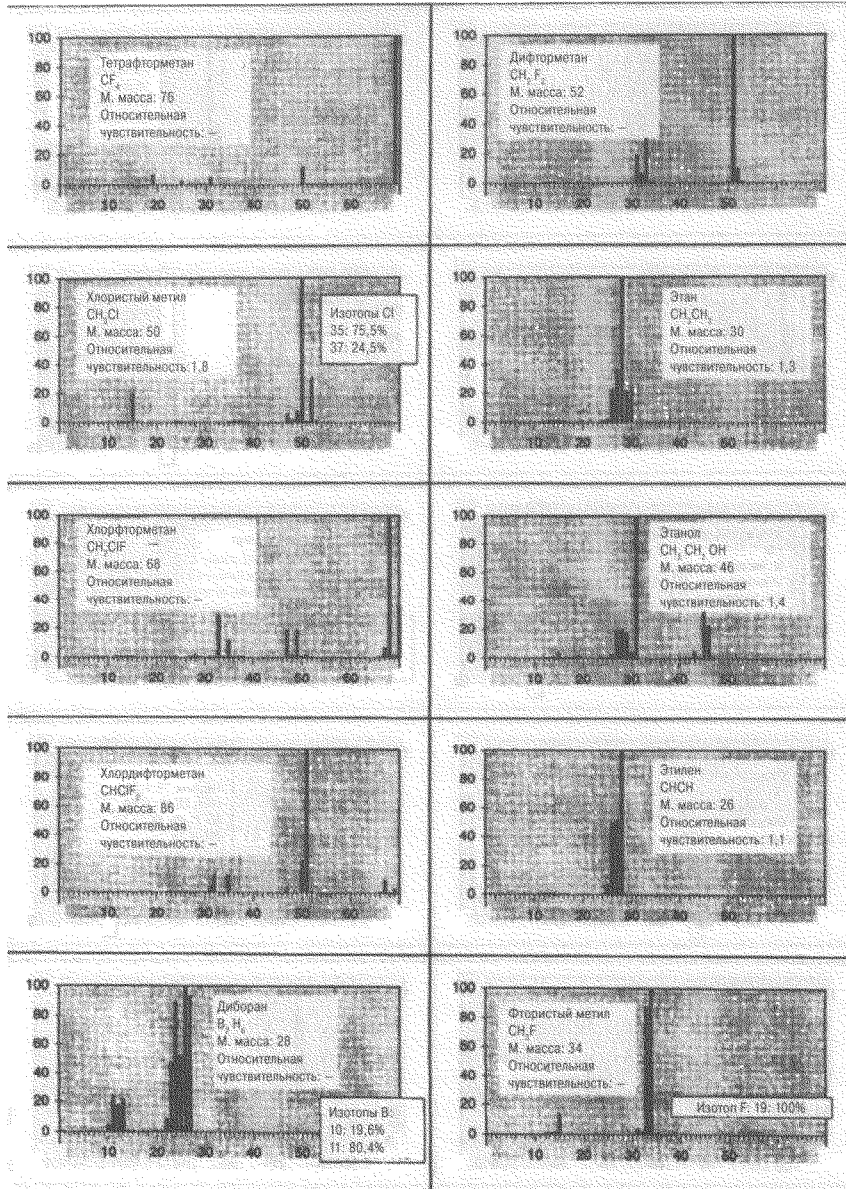


Таблица 3

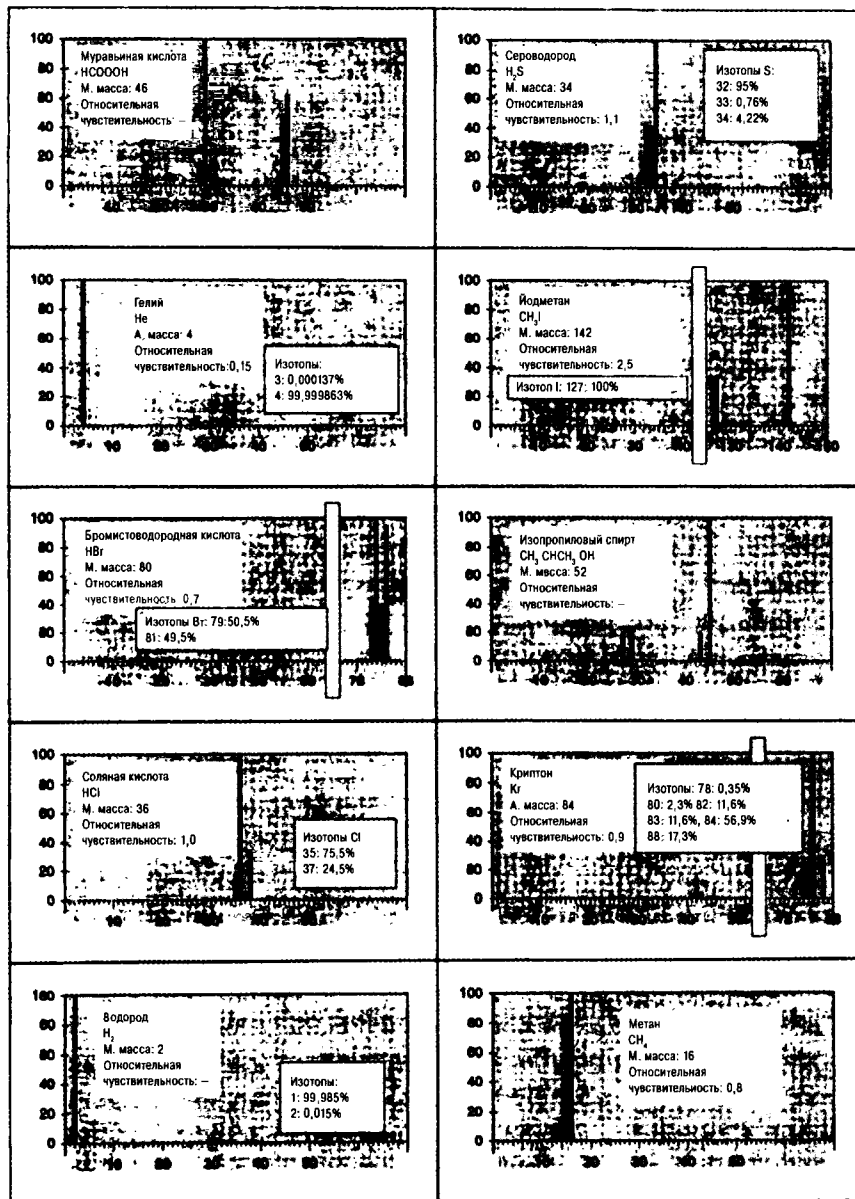


Таблица 4

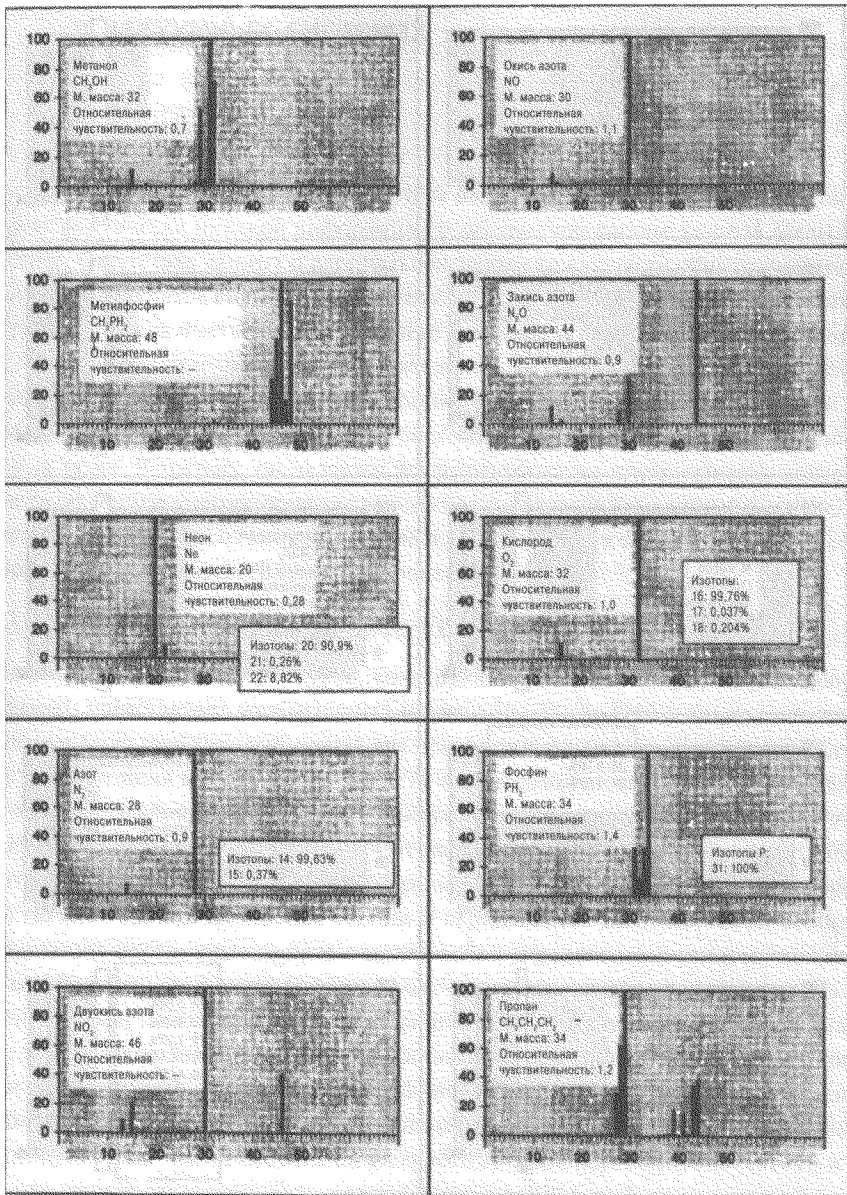
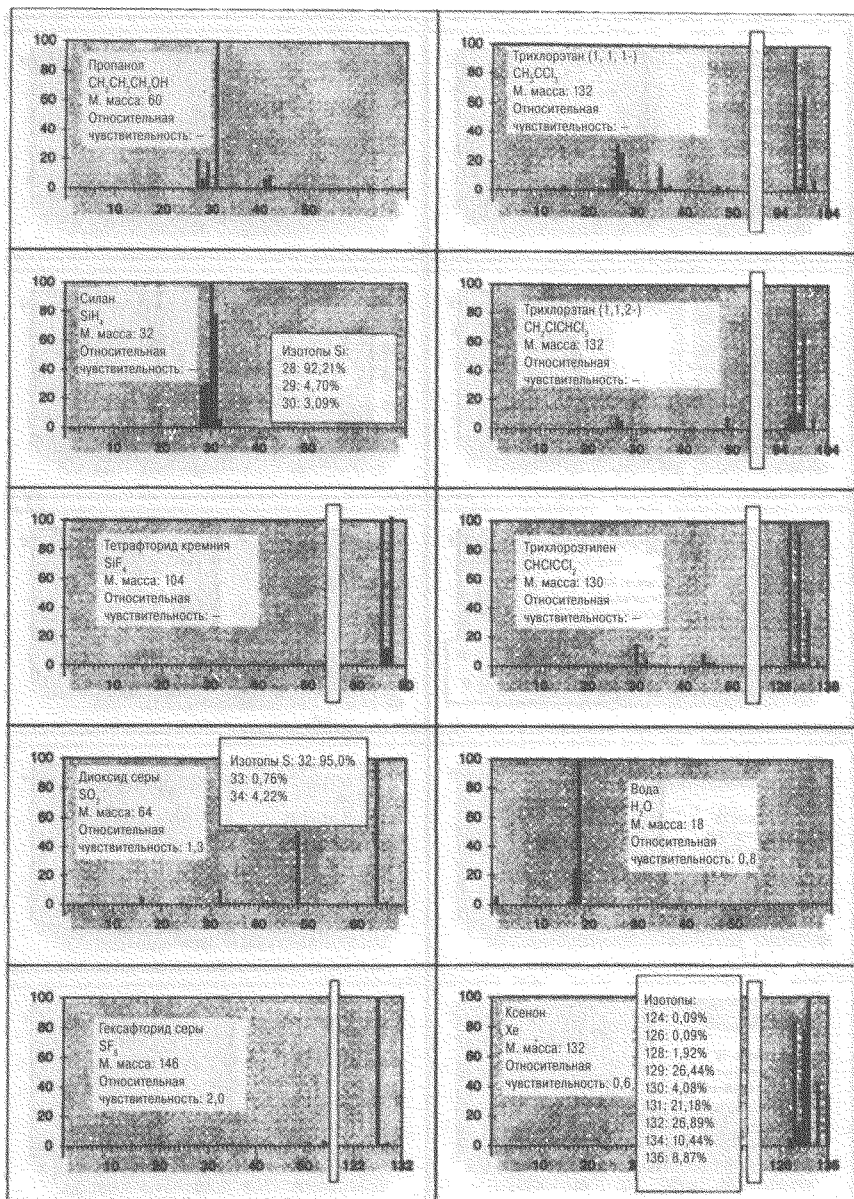


Таблица 5



3.3. Применение масс-спектрометров в вакуумных системах

Р. А. Аутло

Teledyne Brown Engineering: Hastings Instruments

Наиболее серьезным недостатком вакуумметров общего давления является то, что они не предоставляют фактически никакой информации о химическом составе газовой среды в вакуумной системе. Отсутствие данных о парциальном давлении как части общего представляет собой огромный недостаток системы диагностики, поэтому для нормальной эксплуатации вакуумная система должна иметь масс-спектрометр (который также называют анализатором остаточных газов или анализатором парциального давления). Прежде всего, он имеет встроенную функцию течеискания, необходимую для подтверждения герметичности вакуумной системы. Во-вторых, он измеряет состояние чистоты системы, показывая парциальное давление и виды остаточных газов. В-третьих, он является исследовательским инструментом, предоставляющим многочисленные диагностические возможности, в частности такие, как определение чистоты газа, десорбции газа из конкретных элементов системы, а также изменения в состоянии газов, происходящие во время различных процессов.

3.3.1. История создания масс-спектрометров

История создания масс-спектрометров, конструкции которых по-прежнему активно совершенствуются, представляет определенный интерес [1—3]. До 1950 г. вакуум или низкое общее давление были необходимой средой для проведения различных процессов, например таких, как минимизация шлаков в вакуумной печи или снижение скорости окисления нитей в первых лампах накаливания или электровакуумных приборах. Другие процессы, такие как спектроскопия заряженных частиц, требуют низкого общего давления для того, чтобы обеспечивать достаточно большую длину свободного пути молекул, позволяющую собрать заряженный газ для анализа. Измерение состава и парциального давления газов, составляющих общее давление, первоначально представляло собой определенный интерес, но было недоступным. В конце концов в силу того, что научные цели становились все более и более смелыми, инженеры и ученые начали активно разрабатывать методы идентификации газов. Например, нужно было знать фактический состав остаточных газов, обеспечивающих общее давление, чтобы понять, какие факторы ограничивают достижение еще более низких значений давления. Масс-спектрометры, разработанные в начале XX века, делали основной упор на физику процессов. Анализатор положительного луча Дж. Дж. Томпсона (1910 г.) и 180-градусный магнитный секторный анализатор Демпстера (1918 г.) были первыми в своем роде [4]. Однако в конце 1930-х гг. А. О. К. Ниер начал заниматься прикладными исследованиями в изучении атмосферы, прежде всего колебаниями состава и объема газов в зависимости от высоты над уровнем моря [6]. Ниер добился многочисленных достижений в технологии масс-спектрометрии, особенно с уникальным ионным источником, обеспечивающим высокую разрешающую способность. Он использовал также магнитные секторные и квадрупольные анализаторы. Одновременно с работой Ниера интерес к пониманию химического состава сложных органических молекул, изучение изотопов и разработка аппаратуры, обеспечивающей более низкие значения общего давления, стали основными факторами прогресса тех-

нологии масс-спектрометрии. В конце 1950-х гг. хорошо финансируемая космическая программа придала новый импульс этому направлению. Работы Национального управления по авиации и исследованию космического пространства (НАСА) по изучению состава атмосферы в зависимости от высоты, остаточных газов в космическом пространстве, определение состава планетных атмосфер и имитация космического пространства послужили толчком для инновационных лабораторных экспериментов и экспериментов на борту космических кораблей [6]. Экипажи *Аполлона* использовали масс-спектрометры для измерения атмосферы водорода на Луне, а космический аппарат *Вайкинг* занимался измерением атмосферы CO_2 Марса. Это только несколько примеров огромного объема информации, предоставленного масс-спектрометрами для понимания процессов в космосе. Финансирование, предоставляемое для изучения вакуумной техники, значительно сократилось после экспедиций и посадки на Луну, но масс-спектрометрия по-прежнему продолжала медленно развиваться, и виды применения масс-спектрометров быстро расширялись. В середине 1970-х гг. производство полупроводников стало основным локомотивом создания вакуумной аппаратуры, и развитие масс-спектрометров получило новый импульс. Эта работа продолжается по сей день в направлении совершенствования чувствительности, разрешающей способности и эффективности этих приборов, а также разработки более прогрессивного программного обеспечения.

3.3.2. Остаточные газы в вакуумной системе

Предшествующая эксплуатация вакуумной системы определяет, какие остаточные газы существуют в вакуумной системе. Например, из каких материалов изготовлена система и какие материалы были в нее добавлены? Какую обработку производили в системе? Подвергались ли материалы химической очистке (с использованием какого химического процесса?), электрической полировке (какой процесс?), вакуумному отжигу (при какой температуре, в течение какого времени и при каком уровне вакуума?), термической обработке (при какой температуре, в течение какого времени и при каком уровне вакуума?) или другим процессам, в результате которых образовался характерный спектр? Воздействие различных газов и сред при нормальной эксплуатации обычно создает характерный адсорбированный остаток и связанные с ним пары. Спектр может дать не совсем точное представление о предыдущем воздействии газов из-за влияния химического состава поверхности, вы можете получить данные о продуктах химических реакций. Чем больше воздействие определенного высокого давления, тем больше остаточный эффект, вызванный воздействием. Водяной пар ($m/e = 18$ а. е. м.) — это преобладающий остаточный газ после воздействия атмосферы воздуха из-за сильной, многослойной, физической адсорбции, происходящей на окисленных поверхностях стенок системы. Если день дождливый, и система подачи воздуха в лабораторию не уменьшает значительно парциальное давление водяных паров, будет отмечаться значительно больший пик остаточной воды в вакуумной системе просто из-за более продолжительного времени накопления. Если вакуумная система подвергается воздействию паров, когда кто-то ест ароматную пищу на обед или использует средство после бриться с сильным запахом, духи или даже очищающие растворители, органические молекулы будут адсорбироваться на поверхностях вакуумной системы, и после откачки будет наблюдаться остаточное парциальное давление этих веществ. Свежеокрашенное помещение — это еще одна очевидная катастрофа для открытых вакуумных камер! Обычный способ

оценки на глаз заключается в следующем: если вы чувствуете запах, то система уже сильно загрязнена.

Еще одна очень важная проблема заключается в виде используемой откачки. Рассмотрим, например, обычную систему из нержавеющей стали, откачиваемую различными насосными механизмами. Если результирующее предельное остаточное давление обеспечивается роторным механическим насосом без ловушки (предельное давление $\sim 10^{-3}$ мм рт. ст. — это слишком высокое давление для прямого отбора пробы большинством масс-спектрометров, но оно может наблюдаться косвенно посредством дифференциальной откачки прибора), спектр покажет большой органический профиль насосных масел и водяных паров. Наиболее нежелательный уровень загрязняющих паров показан на рис. 1, *а*. Насосные масла, как правило, имеют характерную серию фрагментных пиков при 43 и 57 а. е. м. Если система откачивается сухим (безмасляным) насосом, то будет наблюдаться гораздо более низкий уровень остаточных органических веществ главным образом потому, что сигналом являются пары от консистентных смазок подшипников насоса (рис. 1, *б*). Высокий вакуум (ниже $p \sim 10^{-6}$ мм рт. ст.), получаемый путем использования диффузионного насоса без ловушки, демонстрирует значительное уменьшение водяного пара, но значительный уровень органических веществ из-за присутствия масла диффузионного насоса (рис. 1, *в*). Если используется турбонасос (рис. 1, *г*), то органические пики являются гораздо менее преобладающими. Доминирующее парциальное давление снова определяет водяной пар, но следующими наиболее преобладающими сигналами теперь являются СО и СО₂ при массе 28 и 44 а. е. м. соответственно. Конечно, по мере уменьшения общего давления сумма всех значений парциального давления также уменьшается. Воздействие термической обработки системы показано на следующей серии рисунков. Спектр термически необработанной ионной откачанной системы с предельным остаточным давлением 10^{-5} мм рт. ст. показан на рис. 2, *а*. Незначительная термическая обработка при 150 °С удаляет большую фракцию водяного пара и других конденсируемых веществ, но не является достаточной для удаления всей воды из-за поверхностных сил (рис. 2, *б*). Преобладающим пиком здесь является водород. Также присутствуют некоторые малые пики, такие как СI ($m/e = 35, 37$), СН₄ (родительский пик $m/e = 16$) и СО ($m/e = 28$). Высокотемпературная термическая обработка ($T > 400$ °С) системы из нержавеющей стали в течение четырех дней является достаточной для десорбции почти всей воды, и она больше не играет значимой роли при комнатной температуре (рис. 2, *в*). Пока используются нити накаливания для ионизационных вакуумметров, источники ионов в масс-спектрометрах или для других приборов, пики углерода и кислорода будут четко обозначены. Нити накаливания также служат в качестве источников нагрева, которые поддерживают окружающую оболочку из нержавеющей стали в горячем состоянии (~ 200 °С для трубки с внутренним диаметром 38 мм), поэтому пики выделения газа будут также значительными. Системы, имеющие уплотнения из эластомера, будут фактически создавать дополнительные проблемы в связи с тем, что уплотнительные кольца являются проницаемыми для гелия, водорода, диоксида углерода и других газов, которые не способны проникнуть через полностью металлические системы уплотнений [7, 8].

Наконец, некоторые системы будут иметь или приобретать течи в результате дефектов материалов, сварочных швов, уплотнений, термической обработки или нечаянного удара по элементу системы. На рис. 3, *а* показана вакуумная система со сверхвысоким вакуумом, имеющая остаточное давление $1,5 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст. и свободная от течей, а на рис. 3, *б* показана та

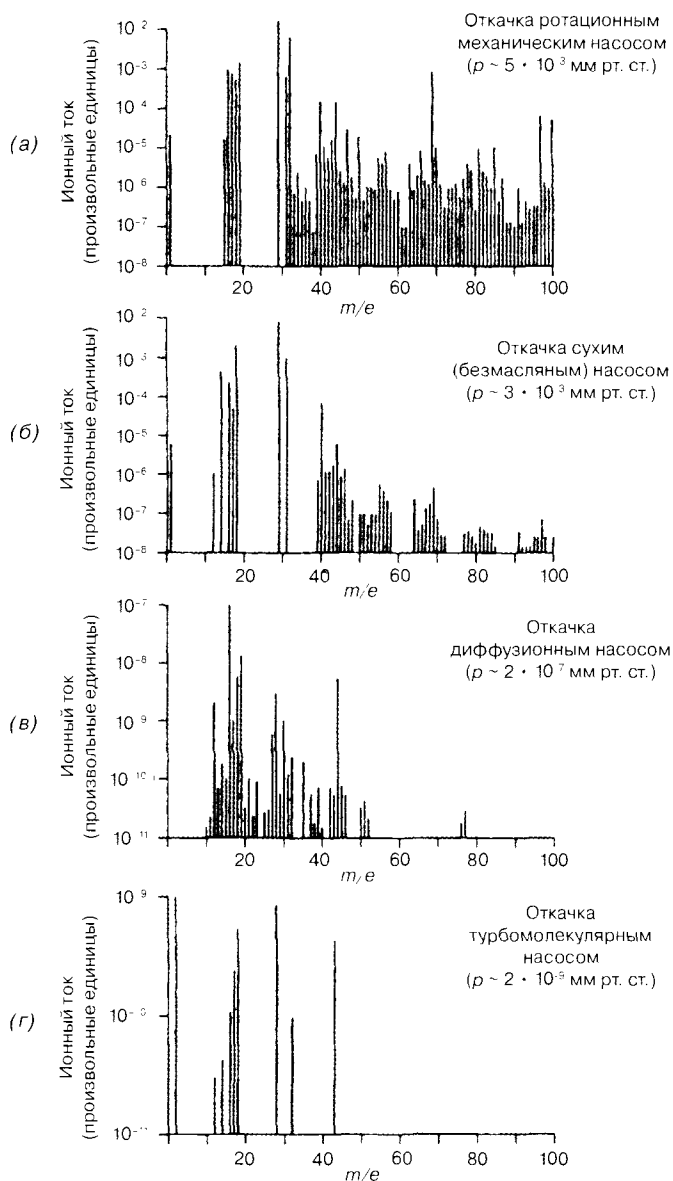


Рис. 1. Масс-спектры остаточных газов вакуумных систем с различными условиями откачки (все системы термической обработке не подвергались): *а* — откачка роторным механическим насосом ($p \sim 5 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст.); *б* — откачка сухим (безмасляным) насосом ($p \sim 3 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст.); *в* — откачка диффузионным и форвакуумным ротационным механическим насосами ($p \sim 2 \cdot 10^{-7}$ мм рт. ст.); *г* — откачка турбомолекулярным и форвакуумным ротационным механическими насосами ($p \sim 2 \cdot 10^{-9}$ мм рт. ст.) (источник: Edward's High Vacuum)

же система с небольшой течью, в результате которой давление повысилось до $2,5 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст. Обратите внимание на то, что пик при $m/e = 14$ значительно выше пика, наблюдаемого на рис. 3, *а*. Обычно когда отсутствует течь, нет допуска азота в систему, и в данном виде применения азот не генерируется, в таком случае никакого увеличения пиков $m/e = 28$ или $m/e = 14$

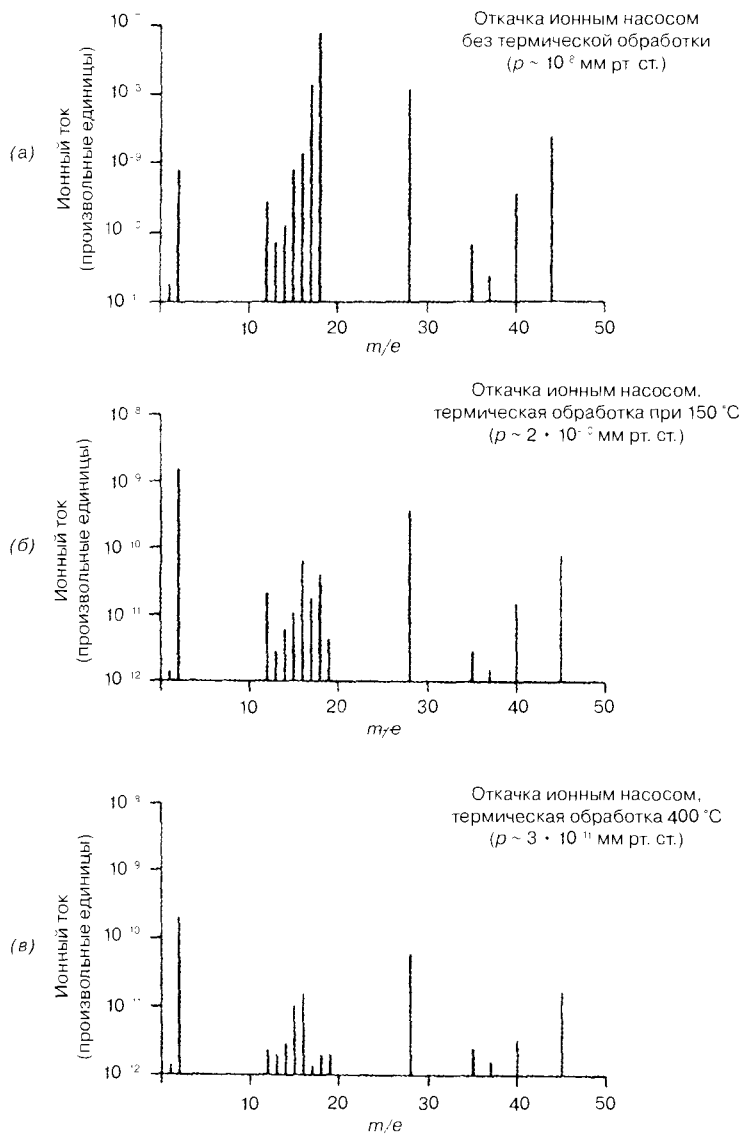


Рис. 2. Масс-спектры остаточных газов вакуумной системы с откачкой ионным насосом и форвакуумированием высоковакуумным молекулярным насосом: *а* — без термической обработки ($p \sim 10^{-8}$ мм рт. ст.); *б* — с термической обработкой при 150°C в течение нескольких дней ($p \sim 2 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст.). Обратите внимание на сокращение воды при $m/e = 18$; *в* — с термической обработкой при 400°C в течение 4 дней ($p \sim 3 \cdot 10^{-11}$ мм рт. ст.). Обратите внимание на то, что пик воды фактически исчез.

происходить не должно (CO^{++} немного увеличивает $m/e = 14$)! Когда течь отсутствует, имеется только остаточный CH_2 при $m/e = 14$ в силу фрагментации метана, что составляет только 15% от родительского пика при $m/e = 16$. Таким образом, для малого пика остаточного метана, CH_2 , как правило, слишком мало. Тем не менее, когда имеется течь, пик фрагментации атомного азота при $m/e = 14$ становится весьма значительным и обычно больше 16 серийных пи-

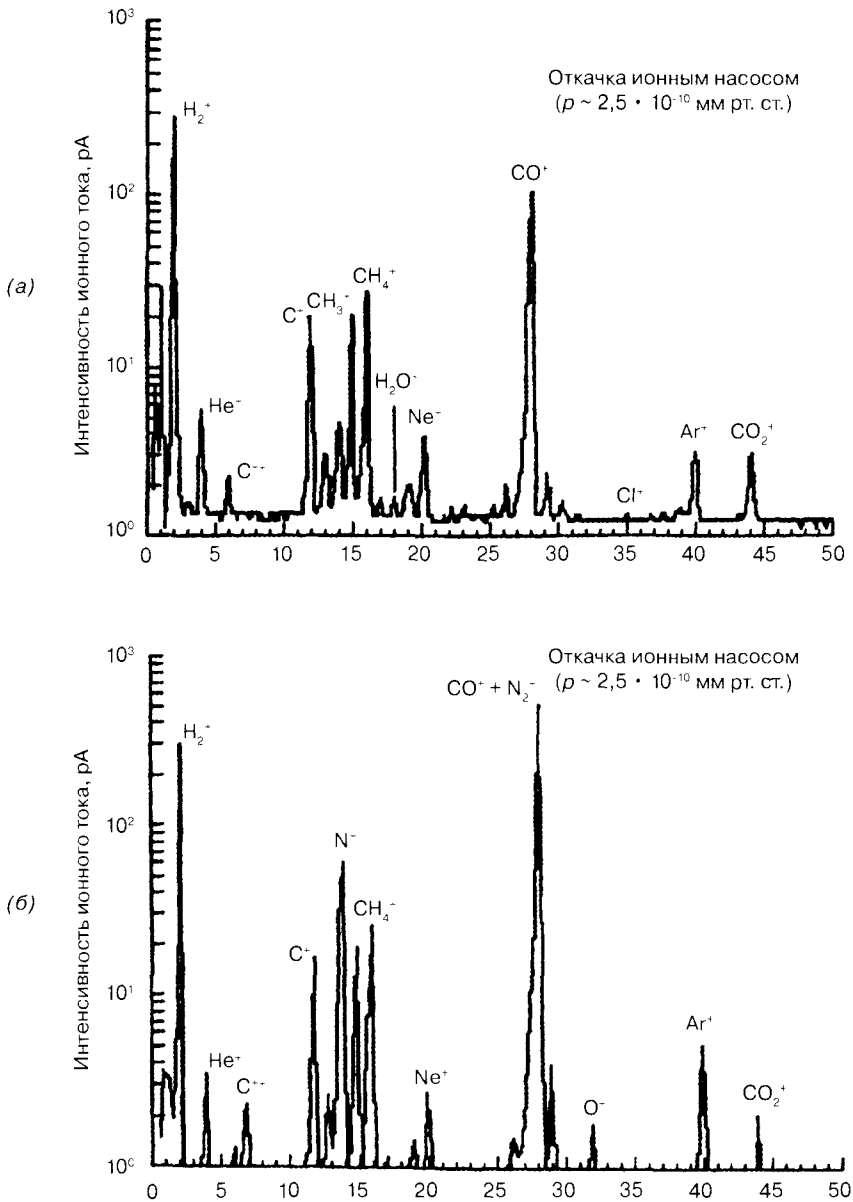


Рис. 3. Спектры остаточных газов системы сверхвысокого вакуума, полученные с использованием квадрупольного масс-спектрометра в аналоговом режиме: *a* — без течей. Обратите внимание на пик $m/e = 14$, который представляет N и фрагмент метана CH_2 ; *b* — с небольшой течью. Не соответствующие разрешающей способности пики $m/e = 28$ ($N_2 + CO$) и $m/e = 14$ (N) увеличились, но пик $m/e = 16$ (CH_4) остался прежним

ков, вызванных метаном. Невозможно отделить сигналы N_2 и CO_2 при $m/e = 28$ в случае большинства масс-спектрометров для вакуумных систем, поэтому наличие азота не сразу обнаруживается. Фрагментация до атомного азота, однако, служит соответствующей индикацией, а также отличным способом быстрого контроля герметичности системы.

3.3.3. Процесс генерации ионов

Генерация ионов из твердых веществ, жидкостей и газов для масс-спектрального анализа может осуществляться посредством различных методов. Например, элементы Кнудсена повышают температуру твердых веществ и жидкостей для создания давления пара, достаточно высокого для ионизации электронным ударом газовой фазы; лазер или источники искры напрямую генерируют ионы посредством локализованного парообразования в точке фотона/электрона и удара твердого вещества; светящиеся разряды создают ионы, которые бомбардируют поверхность и распыляют интересующий материал в газовую фазу. Однако для почти всех измерений газовой фазы в вакуумных системах ионы создаются ударом электронов, генерируемых термоэлектронной эмиссией нити накаливания (см. подраздел 3.2).

3.3.3.1. Эффективность ионизации

Эффективность ионизации — это строгая функция конструкции источника ионов. Источник ионов осевого типа (аналогичный ионизационному манометру) показан на рис. 4, а. Осевая конструкция аналогична ионизационному вакуумметру общего давления за исключением того, что отсутствует осевой коллектор, и экстракция ионов осуществляется через пластину с отверстиями у основания сетки. Электроны ускоряются в направлении и нормально к оси сетки, где они выполняют орбитальную траекторию, проходящую через сетку, приблизительно 5 раз (рис. 4, б). Чем больше длина траектории, тем выше вероятность события ионизации и поэтому выше чувствительность. Выход ионов (J_0) из отверстия к потоку атомов и молекул (J_i), входящих в источник ионов, может приблизительно рассчитать на основе следующей формулы:

$$\frac{J_0}{J_i} = \frac{Sk_B T}{Ae v_i}, \quad (1)$$

где S — чувствительность источника; k_B — постоянная Больцмана; T — температура газа; A — отверстие экстракции; e — это заряд электрона; v_i — молекулярная скорость [9].

Например, число ионов, образовавшихся на одну молекулу молекулярного азота при комнатной температуре, и чувствительность источника ионов для источника, представленного на рис. 4 ($S \sim 10^{-4} \text{ А} \cdot \text{мм рт. ст.}^{-1}$) составляет приблизительно $4 \cdot 10^{-6}$. Или иными словами, один ион образуется приблизительно на $4 \cdot 10^5$ молекул, проходящих через источник ионов. На рис. 5 показана вероятность ионизации положительных ионов нескольких газов как функция энергии электрона. Образуются также и отрицательные ионы, но в значительно меньшем количестве. Вероятность ионизации для всех газов — это максимум в пределах от 50 до 200 эВ, а обычная практика заключается в эксплуатации источников ионов при 70 эВ. Ионы, образующиеся внутри сетки, показанной на рис. 4, испытывают отрицательный потенциал вытягивания (экстракции), утекающий через отверстие (вдоль оси), который заставляет ионы ускоряться и проходить через отверстие в анализатор, как правило, с кинетической энергией, равной приблизительно 10–30 эВ (в зависимости, безусловно, от приложенных потенциалов). Угол входа в масс-анализаторы, несомненно, является критическим для результирующей разрешающей способности и является функцией типа анализатора.

3.3.3.2. Фрагментация

Поскольку потенциал первой ионизации для большинства атомов и молекул начинается от всего нескольких электрон-вольт и заканчивается 24 эВ для гелия (потенциал второй ионизации

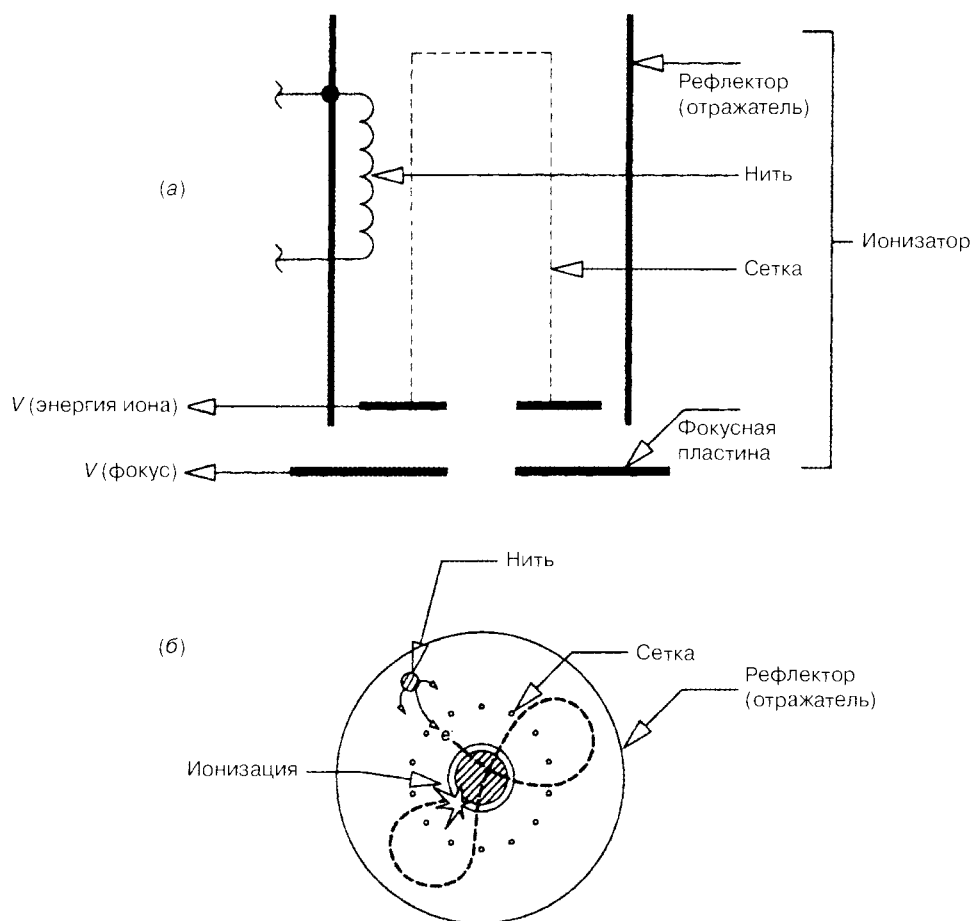


Рис. 4. Типичный осевой ионный источник: *а* — схема; *б* — движение электронов, которые совершают многочисленные колебания внутри и за пределами сетки, прежде чем встретят и ионизируют молекулу

ции доходит приблизительно до 54 эВ), имеется достаточно энергии электронов, для того чтобы обеспечить спектр многократно ионизированных видов газа. Однако чем выше потенциал ионизации, тем меньше ее вероятность, поэтому сигналы многократно ионизированных видов газа значительно меньше (например, Ar^{++} составляет приблизительно 2% от Ar^+) [10]. Кроме того, поскольку энергия электрона значительно больше, чем энергия образования большинства молекул, происходит также диссоциация, приводящая к образованию фрагментов первоначальной молекулы. Таким образом, при постоянной энергии электрона и конфигурации источника ионов (длина траектории электрона) будет получаться в результате определенная схема фрагментации. Эти схемы также называются *фракционными схемами* или *схемами разлома*. Именно этот характерный масс-спектр газовой среды помогает идентифицировать неизвестные виды газа. Например, $^{12}\text{C } ^{16}\text{O}_2$ в источнике ионов будут иметь весьма определенные сигналы при CO_2^+ ($m/e = 44$), CO_2^{++} ($m/e = 22$), CO^+ ($m/e = 28$), O^+ ($m/e = 16$), и C^+ ($m/e = 12$). Схема фрагментации, на которой указаны относительные высоты пиков CO_2 , при-

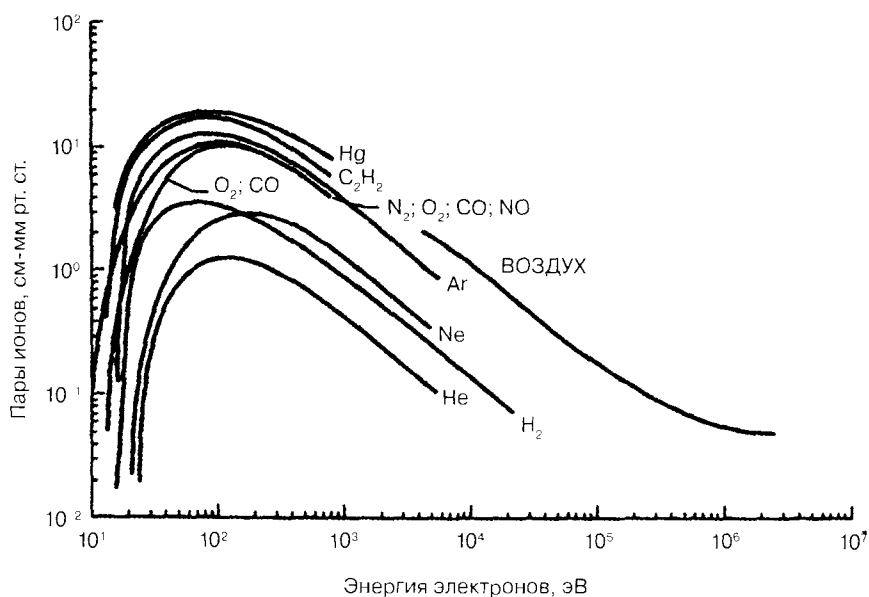


Рис. 5. Кривые ионизации нескольких газов, которые имеют наиболее вероятный уровень в пределах от 65 до 100 эВ. Основные остаточные газы, в частности N_2 , Ar, CO, CO_2 и H_2O характеризуются примерно одинаковым наиболее вероятным пиком (в пределах $\sim 20\%$)

ведена на рис. 6. Кроме основных сигналов, наблюдаемых здесь, и изотопы ^{13}C и ^{18}O , некоторые дважды ионизированные молекулы и отрицательные ионы вносят другие фрагменты (наблюдаются только с помощью прибора высокой чувствительности). Другой источник фрагментации — это диссоциация молекул газа, происходящая на нити накаливания. Столкновения мо-

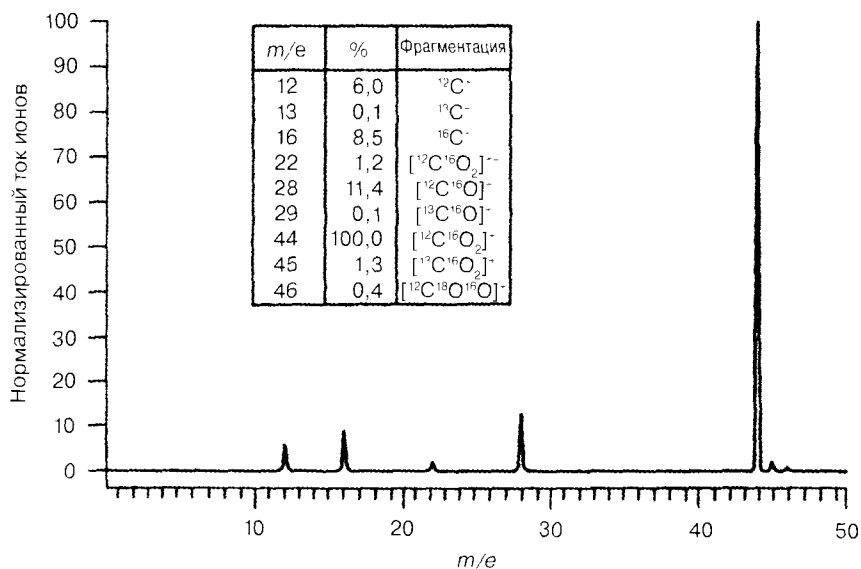


Рис. 6. Фрагментация газа CO_2 , включая основные изотопы и дважды ионизированные молекулы газа

лекул с нитью и элементами источника ионов по соседству, которые находятся при повышенной температуре, будут увеличивать фрагментацию. Вопрос об относительной фракции фрагментации, вызванной температурой, по сравнению с фрагментацией, вызванной ударом электрона, в большой степени являющейся функцией материалов нити и элемента источника ионов, площади поверхностей и температур, здесь рассматриваться подробно не будет. В предыдущем подразделе представлен ряд схем фрагментации для различных газов [11], поэтому аналогичные данные здесь также повторяться не будут. Более широкое собрание характерных спектров можно найти в Данных масс-спектров или Библиотеке масс-спектров соединений Национального института стандартов и технологии [12].

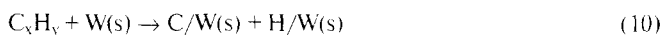
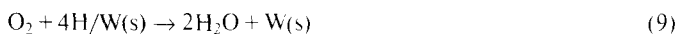
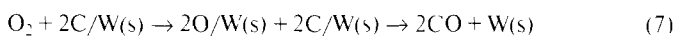
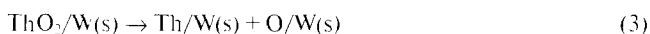
3.3.3.3. Газовыделение в приборе

Возможно, наиболее значительные ошибки, возникающие в источнике ионов, обусловлены поверхностями элементов, из которых состоит источник ионов: источником эмиссии электронов, сеткой ионизации, изоляторами, пластинами экстракции, фокусными пластинами и стенками, окружающими источник ионов. Большинство масс-спектрометров в качестве источника электронов имеет нити накаливания, которые могут работать при температуре до 200 °C. Теплота, излучаемая на окружающие элементы, может увеличивать их температуру до более чем 200 °C, что в свою очередь значительно увеличивает газовыделение из вышеуказанных элементов и зачастую вызывает дополнительное газовыделение в системе по сравнению с остальными холодными поверхностями. Таким образом, при предельном остаточном давлении масс-спектрометр может измерять свое собственное генерированное давление, а не истинное давление системы. Закрытые источники ионов еще хуже обеспечивают нерепрезентативные спектры в связи с тем, что они обладают меньшей проводимостью для эффективной очистки во время термической обработки или дегазации. Хотя обычно при комнатной температуре газовыделение секции анализатора и секции детектора также играет существенную роль в создании общего потока газовыделения прибора, поскольку большая часть этих устройств представляет собой закрытые конструкции (окруженные экранами), которые имеют тенденцию ограничивать эффективную дегазацию. Откачка этих объемов может выполняться только через отверстия экстракции источника ионов с небольшой проводимостью обратно в объем ионизации и в систему. Очевидным решением этих проблем является использование материалов прибора (в особенности по соседству с нитью), которые были подвергнуты вакуумному отжигу с целью значительного уменьшения в их объеме водорода и других диссоциированных газов, создание открытой конструкции всех элементов прибора и дегазация поверхностей посредством внешней термической обработки и/или внутренней бомбардировки электронами. Некоторые масс-спектрометры не имеют возможности внутренней дегазации, поэтому зачастую приходится полагаться на внешнюю термическую обработку. Обычно температура используемой термической обработки настолько низкая (ниже 250 °C, ограниченная конструкционными материалами в приборе), а время термической обработки поддерживается таким коротким (менее 24 ч.), что прибор в результате газовыделения по-прежнему значительно увеличивает давление системы. Для условий сверхвысокого вакуума желательной является термическая обработка при 400 °C в течение 4–5 дней и еще в течение несколько дней при 150 °C и полном рабочем токе эмиссии. Простой способ убедиться в том, что время термической обработки и температура были достаточными для соответствующей очистки масс-спектрометра, заключается в том, чтобы выключить питание ни-

ти и дожидаться, пока индикация ионизационного вакуумметра системы не достигнет уровня стабильного состояния. Если относительное уменьшение равно более 10% первоначального показания этого вакуумметра, масс-спектрометр создает слишком большую газовую нагрузку в системе для репрезентативного измерения и должен дополнительно очищаться. Конечно, использование источников холодного катода значительно сократило бы эти проблемы и было бы весьма желательным, но оно не устраняет необходимость в вышеуказанной обработке материала и дегазации.

3.3.3.4. Химические процессы на поверхности

Работа нити накаливания имеет множество нежелательных эффектов, вызываемых генерированием газов, которые не представляют истинное давление системы. Температура нити может доходить до 2000 °C в случае вольфрама (в зависимости от тока эмиссии) и, как упоминалось выше, будет нагревать окружающие материалы, включая стенки камеры, до температуры значительно выше комнатной температуры, при которой, кроме более высоких скоростей газовой выделенности, происходят различные поверхностные реакции. Как правило, нить будет расщеплять или диссоциировать большинство падающих молекул, оставляя настоящее изобилие частиц высокой энергии, ускоряющих химическую реакцию на нити и vicinальных поверхностях. Кроме видов газов, производимых нейтральной реакцией на горячих поверхностях, химические процессы дополнительно усложняются реакциями положительных и отрицательных ионов и сериями возбужденных состояний, генерируемых ударом электронов. При данных повышенных температурах водород, углерод, сера, щелочи и другие примеси внедрения в большей части нити и смежных поверхностях быстро диффундируют на поверхность и готовы к химическому соединению с существующими поверхностными видами газов или падающими газами. Все поверхности имеют оксиды, поэтому кислород является легко доступным. Были получены доказательства того, что углерод выделяется на поверхности нержавеющей стали при температурах термической обработки всего лишь 250 °C [13]. Вездесущий водород постоянно присутствует на поверхности, поскольку он является самым преобладающим атомом, растворенным в металлах. Другим основным источником кислорода и водорода могут быть газы системы, в частности H₂O. Конечный результат заключается в том, что температура нити создает атомный кислород и водород, в результате чего генерируется CO, CO₂, CH₄, а также другие виды газа. Некоторые вероятные реакции при горячей вольфрамовой нити или вольфрамовой нити с покрытием ThO₂ следующие [14,15]:



Очевидно, что имеется множество других загрязняющих поверхность веществ, так что в менее чистых системах состав генерируемых газов является гораздо более сложным, а их количество более значительным. Если используются материалы нити или покрытия (в частности ThO_2) с более низкой рабочей функцией (в частности, LaB_6), в этом случае уменьшается температура нити (1200—1400 °C), что в свою очередь приводит к снижению химических реакций на поверхности. Другой проблемой является допуск реактивных газов в систему, которые дополнительно усугубляют химические процессы и увеличивают сложность состава нежелательных посторонних видов газов.

3.3.3.5. Электронно-стимулируемая десорбция

Источники ионов и электронные умножители масс-спектрометров испытывают столкновения в результате ударов электронов о сетку (или коллектор) и о поверхности умножителей соответственно. Поскольку на всех поверхностях имеются оксиды, углерод и другие адсорбированные газы, существует вероятность десорбции этих молекул в газовую фазу. Электронно-стимулируемая десорбция является основной областью в науке о поверхности в течение многих лет с тех пор, как Редхед, а также Мензель и Гомер впервые занялись ее изучением [16, 17]. Позднее различные механизмы этого явления были описаны Кнотеком, Фейблманом и Антониушем [18, 19]. На эту тему существует несколько хороших обзоров, в которых приводится всестороннее рассмотрение данной области [20, 21]. В сущности падающие первичные электроны от нити ударяются о сетку источника ионов или коллектор электронов и возбуждают адсорбированные атомы или молекулы до состояния, в котором они десорбируются как нейтральные частицы или, в значительно меньшей степени, как ионы и становятся частью газовой фазы (рис. 7, а). Площадь участков десорбции колеблется от $\sim 10^{-16}$ до 10^{-22} см² и, как было установлено, средняя кинетическая энергия ионов часто составляет приблизительно 5 эВ [20]. Нейтральные частицы электронно-стимулированной десорбции ионизируются основным потоком электронов, и наряду с ионами анализируются, как будто они являются частью репрезентативной газовой фазы. Адсорбированное состояние поверхностных газов контролирует то, что представляет собой механизм действия стимулированной электронами десорбции. В соответствии с наблюдениями поток J_0 десорбированных газов характеризуется следующей закономерностью:

$$J_0 = Q\theta\sigma_e J_e, \quad (11)$$

где Q — площадь участка электронно-стимулированной десорбции для возбужденного состояния; θ — покрытие (охват); σ_e — концентрация мономолекулярного слоя; J_e — поток электронов.

Для данного участка поток частиц после электронно-стимулированной десорбции напрямую зависит от потока электронов и поверхностной концентрации адсорбированных видов. Например, если адсорбированные виды газов на сетке ионизатора имеют покрытие, равное 1, используется площадь участка электронно-стимулируемой десорбции равная 10^{-18} см², а эмиссия электронов составляет 1 мА, в этом случае поток молекул в область ионизации будет $\sim 6 \cdot 10^{12}$ молекул \cdot см⁻² \cdot с⁻¹ или $2 \cdot 10^{-7}$ мм рт. ст. \cdot л \cdot см⁻² \cdot с⁻¹. Этот поток превышает в 10 раз газовыделение термически необработанной нержавеющей стали, что ясно указывает на то, что могут возникать значительные ошибки!

Происхождение атомарных Н и О (и рекомбинированных молекул H_2 и O_2), H_2O , CO и CO_2 , обнаруживаемых масс-спектрометром, установить весьма трудно. Вопрос просто заключается в том,

что вызвано электронно-стимулированной десорбцией, а что действительно является представительным для газовой фазы. Другой часто наблюдаемый пик при электронно-стимулированной десорбции имеет место при $m/e=19$, который может быть F^+ или H_3O^+ . Фтор имеет меньшую вероятность быть источником пика, чем ион водорода, соединенный с молекулой воды, который легко образуется, поскольку имеется обильное количество кислорода и водорода.

Яркий пример нейтральных частиц атома кислорода, генерируемых электронно-стимулированной десорбцией, имеет место, когда сетка источника ионов покрыта тонкой пленкой Ag. Хорошо известно, что серебро диссоциативно адсорбирует кислород при комнатной температуре, так что поверхность сетки покрывается атомарным кислородом. Обнаруженный в масс-спектрометре спектр показан на рис. 7, б, он создает впечатление, что преобладающие виды газовой фазы — это частицы с $m/e=16$. Поскольку заметного пика $m/e=15$ нет, его нельзя спутать с метаном, и поскольку имеется значительно меньший пик $m/e=32$, это не пик фрагментации молекулярного кислорода (11,4% родительского пика). Очевидно, что это вызвано электронно-стимулированной десорбцией атомарного кислорода, идущего от сетки в ионизирующий объем масс-спектрометра. Когда сетка была дегазирована при температуре выше 400°C , пик 16 значительно уменьшился, как прогнозировалось на основе исследований атомарного кислорода, адсорбированного на Ag [22]. Замена сетки стандартной молибденовой сеткой возвратила спектр к более обычной серии, показанной на рис. 3. Минимизации этой нежелательной десорбции газа можно добиться за счет работы при низких значениях тока эмиссии, минимизацией площади сетки или коллектора и посредством использования материалов, имеющих низкую склонность к адсорбции.

3.3.3.6. Механизмы обмена зарядами

Кроме ионизации ударами электронов, диссоциации, рекомбинации, напыления и электронно-стимулированной десорбции, передача зарядов может также влиять на фактический состав смеси частиц в объеме ионизации. При значениях нормального рабочего давления для масс-спектрометров ($p < 10^{-4}$ мм рт. ст.) средняя длина свободного пути (l) достаточно

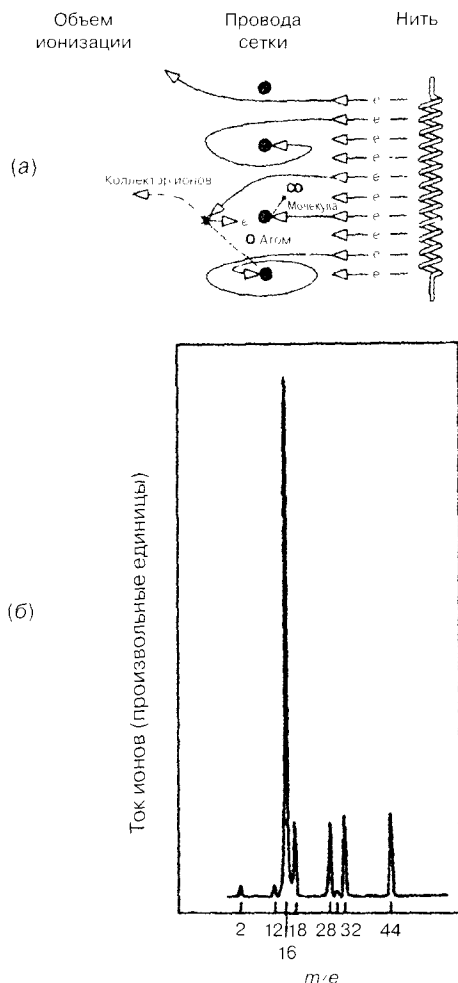


Рис. 7. Электронно-стимулируемая десорбция: а — схема механизма электронно-стимулированной десорбции в источнике ионов масс-спектрометра; б — сигнал атомарного кислорода, генерируемый электронно-стимулированной десорбцией, с покрытой Ag сетки источника ионов

велика, чтобы столкновение между ионом и молекулой не было значительным процессом ($l < 50$ см), но оно все-таки происходит и может быть значимым сигналом в некоторых видах применения. В сущности, столкновение положительного иона с атомом или молекулой газа приводит к обмену энергией, моментом и направлением, но также может происходить обмен зарядом. Ион высокой энергии может «украсть» электрон у нейтральной частицы и стать нейтральной частицей высокой энергии, оставив позади медленный ион. Фактически сечения для обмена зарядом в значительной степени зависят от разницы в массе между частицами. Более вероятно, что передача будет происходить вблизи резонанса, чем меньше энергия обмена при столкновении. Таким образом, если падающие ионы являются тем же видом газа, что и целевые атомы или молекулы, обмен имеет более высокую вероятность. Количество передаваемой энергии равно сумме кинетической и ионизационной энергий плюс энергия возбуждения целевой молекулы (включая колебания и вращение) минус энергия нейтрализации. Передача заряда может также включать другие процессы, в частности диссоциацию, возбуждение (с последующей легкой эмиссией) и образование ионов. Ниже приведены примеры обмена зарядами [23, 24]:



Поскольку водород и вода являются настолько преобладающими в реакциях вакуумных систем, часто происходят реакции с (12) по (15). Получение H_3^+ часто наблюдается в источниках ионов, особенно в случае среды, содержащей водород, в частности такой, как углеводороды. В элементах нейтрализации зарядов в течение многих лет используются аргон и другие инертные газы для образования нейтральных атомов кислорода и других видов газа высокой энергии.

3.3.4. Методы анализа

3.3.4.1. Измерение парциального давления

Точность и общая эффективность масс-спектрометра является функцией его каждой секции. Например, рассмотрим квадрупольный прибор, который в основном состоит из источника ионов, комплекта четырехполюсных стержней для фильтрования массы и электронного умножителя для усиления сигнала (рис. 8).

Источник ионов

Для данной геометрии ионного источника эффективность ионизации является в основном функцией количества электронов в атоме или молекуле. Как указывалось ранее, наивысшая вероятность для ионизации большинства газов происходит приблизительно при 70 эВ. Количество ионов, образовавшихся и подвергнутых экстракции из источника, является функцией

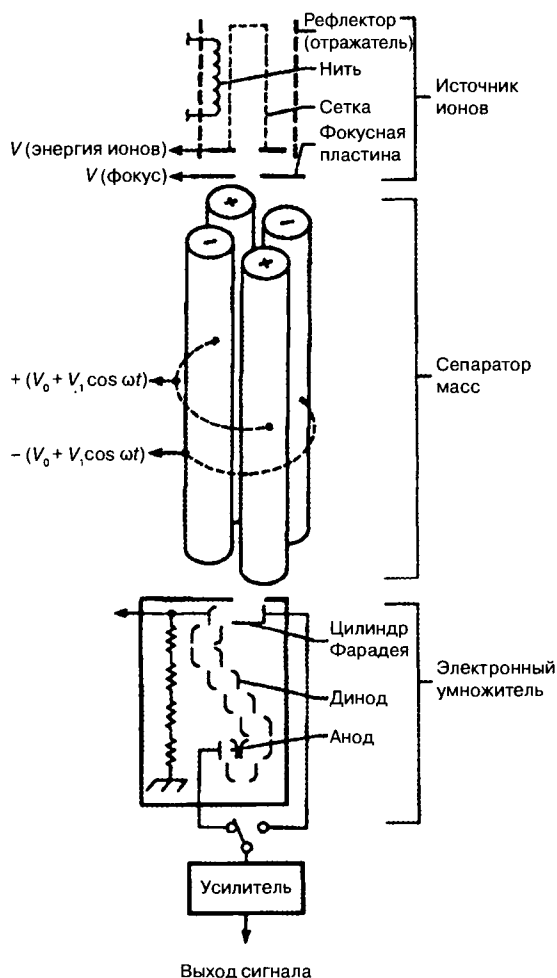
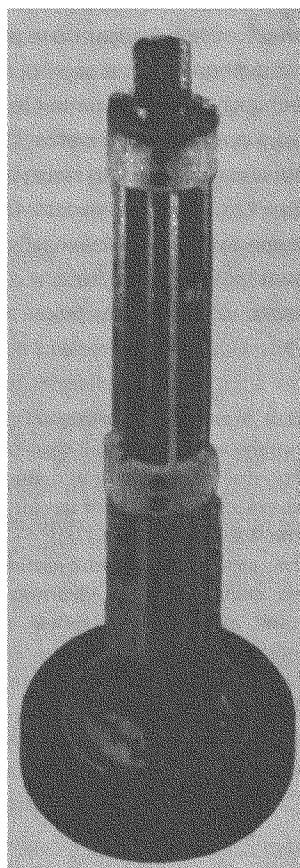


Рис. 8. Фотография и схема масс-спектрометра (источник: UTI MKS)

конструкции источника ионов и характеризуется коэффициентом источника (эффективностью ионизации). Флейм и Оунби [25] определили уравнение, которое является аппроксимацией эффективности ионизации (I):

$$I = 4,3 \cdot 10^{-2} \sum_i n_i Z_i + 0,4, \quad (19)$$

где Z_i — число электронов в атоме i -той молекулы; n_i — число атомов в i -той молекуле.

Например, рассмотрим молекулу водяного пара, H_2O ; она имеет 2 атома Н (1 электрон) и 1 атом О (8 электронов), таким образом

$$I[H_2O] = 4,3 \cdot 10^{-2} [2(1) + 1(8)] + 0,4 = 0,83,$$

что является эффективностью ионизации азота. На рис. 9, а показан график уравнения для нескольких атомов и молекул. Также имеется геометрический фактор, аналогичный константе прибора, который отражает эффективность, с которой ионы подвергаются экстракции из источника и направляются в масс-фильтр.

Масс-фильтр

Когда ионы входят в масс-фильтр, те ионы, которые соответствуют выбранным условиям фильтрации, т. е. которые имеют соответствующее соотношение массы и заряда, входной вектор и кинетическую энергию, имеют большую вероятность выхода из фильтра [26]. В квадрупольном фильтре масс этот коэффициент передачи ($T_{m/e}$) в сущности равняется 1 для легких масс (1—20 а. е. м.) и затем уменьшается логарифмически в зависимости от массы. На рис. 9, б показана вероятность прохождения ионов через фильтр как функция массы. Обратите внимание, что имеется диапазон масс, выше 20 а. е. м., в котором учитываются колебания молекулярных степеней свободы, скорости иона (время в фильтре), радиочастота и однородность потенциала в радиальном и осевом измерениях. Как показано на рисунке, передача уменьшается до 0,5 при 75 а. е. м.

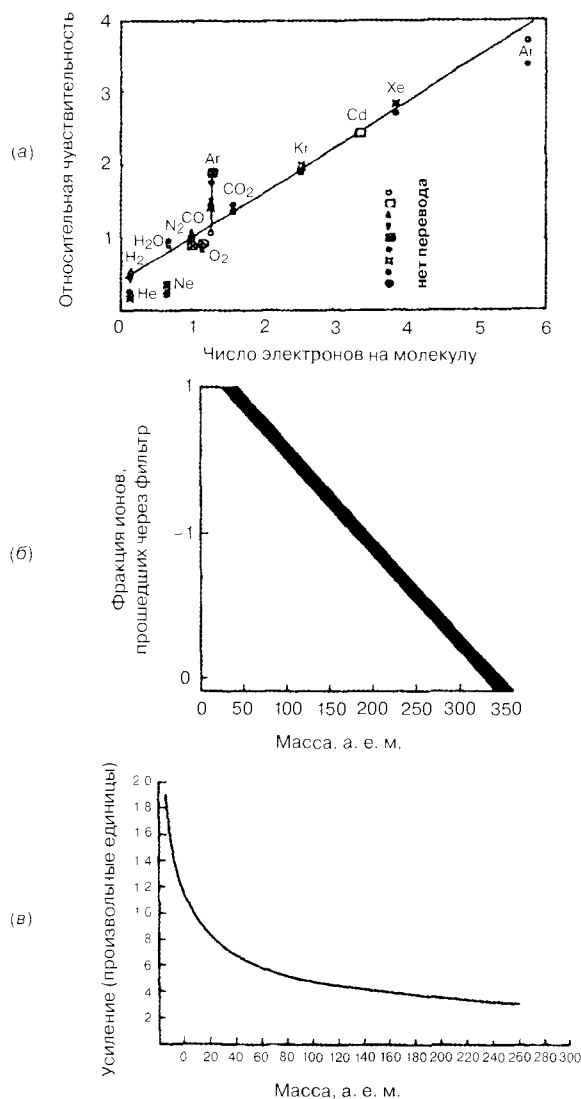


Рис. 9. Основные характеристики масс-спектрометра: а — общий график зависимости чувствительности источника ионов от количества электронов на одну молекулу (по Флейму и Оунби [25]); б — зависимость вероятности прохождения ионов через фильтр от m/e . Заштрихованный участок представляет собой величину ошибки; в — относительное колебание усиления электронного умножителя как функция массы

Детектор ионов

При выходе из масс-фильтра ионы собираются цилиндром Фарадея или усиливаются электронным умножителем. Хорошо сконструированный цилиндр Фарадея должен полностью собирать все ионы, а также не усиливать и не терять какой-либо сигнал из-за вторичной эмиссии электронов. Электронный умножитель (непрерывный динод, корпус и сетка, венецианская диафрагма, многоканальная пластина и т. д.) может обеспечить усиление (G) от 10^3 до 10^8 в зависимости от числа стадий столкновения электронов и коэффициента вторичной эмиссии динода или материала столкновения. Наиболее часто усиление регулируется на скромную величину, например $G \sim 10^5$ — усиливать и не терять какой-либо сигнал из-за вторичной эмиссии электронов, умножителем. Хорошо сконструированная 10^5 или меньше для обеспечения долгосрочной стабильности. Усиление очень чувствительно к массе иона, химической реактивности, кинетической энергии и общему заряду. Некоторые умножители, по наблюдениям, имеют очень высокое усиление для низких масс и уменьшение как функцию $m^{-1,2}$ в зависимости от увеличения массы [27] (рис. 9, в). Кроме того, коэффициент вторичного усиления от ударов ионов изменяется как $\cos^2\theta$, где θ — это угол падения иона. Расчет парциального давления для данного вида газа можно вести на основе формулы

$$p = \frac{1}{I} \sum_i \left[\frac{i}{G_i T_i} \right]. \quad (20)$$

Рассматривая фактический случай, где измерено парциальное давление H_2O , можно сравнить его с расчетной величиной. Основные пики $m/e = 18$ (H_2O^+) и пик фрагментации — $m/e = 17$ (OH^+). Измерение токов высоты пика показывает 10^{-8} и $2,3 \cdot 10^{-9}$ А соответственно, а чувствительность источника ионов равняется $1,5 \cdot 10^{-3}$ А/мм рт. ст., и усиление электронного умножителя N_2 составляет 10^5 . Теперь можно рассчитать значение парциального давления G_{H_2O} :

$$\begin{aligned} G[H_2O] &= G[N_2] \left[\frac{m(N_2)}{m(H_2O)} \right]^{1/2} \\ &= 1 \cdot 10^5 \left(\frac{28}{18} \right)^{1/2} = 1,25 \cdot 10^5, \end{aligned} \quad (21)$$

а для фрагмента OH

$$G[OH] = 1 \cdot 10^5 \left(\frac{28}{17} \right)^{1/2} = 1,28 \cdot 10^5.$$

Поскольку $T \sim 1$ для < 20 а. е. м., тогда $T[H_2O] \sim 1$, $T[OH] \sim 1$.

Если использовать уравнение (20), расчетное парциальное давление составит

$$\begin{aligned} p[H_2O] &= \left(\frac{1}{(1,5 \cdot 10^{-3}) 0,83} \right) \left[\frac{1 \cdot 10^{-8}}{1,25 \cdot 10^5 (1)} + \frac{2,3 \cdot 10^{-9}}{1,28 \cdot 10^5 (1)} \right] \\ p[H_2O] &= 7,9 \cdot 10^{-11} \text{ мм рт. ст.} \end{aligned}$$

Фактическое измерение калиброванного масс-спектрометра составило

$$p[H_2O] = 1,5 \cdot 10^{-10} \text{ мм рт. ст.}$$

Хотя приблизительный ответ, полученный в результате расчета, является полезным, тем не менее имеет место значительная ошибка. Очевидно, что расчет не содержит все корректировки, необходимые для выполнения точной оценки парциального давления! Как правило, ограничения источника ионов, ошибки фильтра и детектора, а также аномалии весьма затрудняют количественные измерения. Калибровки избранных газов, представляющих интерес, являются абсолютно существенными для получения вразумительных данных.

3.3.4.2. Идентификация газа

Два основных метода позволяют пользователю точно проанализировать неизвестные виды газа или смесь газов, для того чтобы количественно определить отдельные фракции каждого. Это изотопный анализ [28] и фрагментационный анализ [29]. В большинстве общих случаев используется сочетание обоих методов. Хотя изотопный анализ является полезным методом, он не может заменить использование фрагментационного анализа. Как правило, фрагментационный анализ исходит из значительно большего числа пиков массы большей амплитуды, и таким образом имеет вероятность обеспечить более полное толкование присутствующих видов газов. Очевидно, что для получения точной идентификации видов газа требуется калибровка высоты пика для родителя и фрагментов (с помощью прибора, осуществляющего анализ). Даже без калибровки полезными являются спектральные стандарты в качестве руководства для определения видов газа, которые могут присутствовать в анализируемой системе. При анализе на наличие видов газа необходимо вначале попытаться выполнить изотопный анализ, после которого для подтверждения следует анализ фрагментации.

Изотопный анализ

Главное преимущество использования изотопного метода заключается в том, что никакой калибровки анализатора не требуется для идентификации вида газа, хотя такая калибровка необходима для количественного определения результатов. Количество изотопов должно быть точно измерено, чтобы выделить наличие представляющих интерес элементов. При использовании изотопной идентификации важно иметь в виду несколько факторов. Система детектора должна иметь на выходе способность линейного усиления на три—четыре порядка для обеспечения лучших результатов, поскольку менее изобильные изотопы большинства представляющих интерес элементов находятся на уровне 0,1—1,0%. Современные усилители являются линейными и стабильными в пределах пяти-семи порядков или лучше, так что данный фактор не должен представлять собой проблему. Важно также, чтобы чувствительность анализатора не сильно зависела от массового числа. Большинство квадрупольных анализаторов имеет чувствительность массы, которая уменьшается на 1—2% на а. е. м. выше 12 а. е. м. Большинство представляющих интерес видов изотопов встречаются выше этого диапазона. Виды изотопов ниже линейного диапазона идентифицируются на других базах. Наконец, из-за низкой высоты пика менее обильных изотопных пиков важно, чтобы они не создавали помех другим фрагментам. Как правило, это не создает проблемы, поскольку изотопы представляющих интерес видов не налагаются друг на друга и за небольшим исключением менее обильные изотопы встречаются при более высоких массовых числах. Одно исключение связано с аргоном. Природный Ar при 40 а. е. м. — это наиболее преобладающий изотоп, являющийся продуктом распада обильного элемента, например $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar} = 300$. Обильные изотопы



всех естественно встречающихся элементов приводятся в работе [30]. Большинство анализов в вакуумных системах связано только с самыми легкими 18 элементами периодической системы.

Результаты изотопного анализа при уровне 1% должны находиться в пределах нескольких процентов прогнозируемого уровня. При уровне 0,01% результаты должны находиться в пределах нескольких десятков процентов уровня, прогнозируемого на основе распространения в природе. Если получаются значения за пределами этих диапазонов, в этом случае, безусловно, присутствуют помехи, и изотопный анализ потребует дополнить фрагментационным анализом.

При рассмотрении чистых элементарных газов, в частности таких, как азот и кислород, можно прийти к выводу, что более тяжелые изотопы несколько истощены. Это происходит потому, что эти чистые газы получают посредством фракционирования. Виды газов с более низким молекулярным весом кипят при более низких температурах. Более редкие виды газов с более высокой точкой кипения могут сепарироваться и продаваться по более высокой цене для различных экспериментов с мечеными атомами. Некоторое истощение может также происходить, если газы были введены посредством диффузии или молекулярного потока. Поскольку поток зависит от $m^{-1/2}$. Любые из этих эффектов, как правило, изменяют соотношение максимум на ~3%.

При рассмотрении атомарных газов ожидаемое соотношение изотопов можно получить непосредственно из вышеуказанной таблицы [30]. Примечательно то, что более редкие изотопы элементов, представляющих основной интерес, т. е. водород, углерод, азот, кислород и хлор с атомным числом (Z) 18 или меньше, на 1 или 2 а. е. м. больше основных изотопов для этого элемента. Это означает, что самые большие и редкие изотопные пики для всех молекул будут появляться при массе на 1 или 2 а. е. м. больше, чем пик молекулы, о которой идет речь. Для расчета относительной распространенности изотопа можно использовать следующую зависимость:

$$\begin{aligned} \text{Относительная распространенность (\%)} = \\ = \frac{\text{высота пика изотопов газа}}{\text{высота пика наиболее распространенных газов}} \cdot 100. \end{aligned} \quad (22)$$

Для иллюстрации рассмотрим спектры Ne. Спектры Ne при массах 20, 21 и 22 а. е. м., как было отмечено во время наблюдений, имеют высоты пиков 90,92, 0,257 и 8,82 произвольных единиц соответственно. Относительная распространенность (%) в таком случае составляет:

$$\begin{aligned} \text{Для } ^{20}\text{Ne}: \quad & \frac{[^{20}\text{Ne}]}{[^{20}\text{Ne}]} \times 100 = \frac{90,92}{90,92} \times 100 = 100 \\ (m/e = 20) & \\ \text{Для } ^{21}\text{Ne}: \quad & \frac{[^{21}\text{Ne}]}{[^{20}\text{Ne}]} \times 100 = \frac{0,257}{90,92} \times 100 = 0,282 \\ (m/e = 21) & \\ \text{Для } ^{22}\text{Ne}: \quad & \frac{[^{22}\text{Ne}]}{[^{20}\text{Ne}]} \times 100 = \frac{8,82}{90,92} \times 100 = 9,70. \\ (m/e = 22) & \end{aligned}$$

Поэтому результирующий спектр Ne и его изотопов должен проявиться в этих пропорциях. Второй пример, CO, будет иметь пики при массах 28, 29, 30 и 31, поскольку CO характери-

зуются изотопами как углерода, так и кислорода. Относительная распространенность должна составлять:

$$\text{Для } ^{12}\text{C}^{16}\text{O}: \quad \frac{[^{12}\text{C}] \times [^{16}\text{O}]}{[^{12}\text{C}] \times [^{16}\text{O}]} \times 100 = \frac{98,89 \times 99,76}{98,89 \times 99,76} \times 100 = 100$$

($m/e = 28$)

$$\begin{aligned} \text{Для } ^{13}\text{C}^{16}\text{O} + ^{12}\text{C}^{17}\text{O}: \quad & \frac{[^{13}\text{C}] \times [^{16}\text{O}]}{[^{12}\text{C}] \times [^{16}\text{O}]} \times 100 + \frac{[^{13}\text{C}] \times [^{17}\text{O}]}{[^{12}\text{C}] \times [^{16}\text{O}]} \times 100 = \\ & = \frac{1,11 \times 99,76}{98,89 \times 99,76} \times 100 + \frac{98,89 \times 0,0374}{98,89 \times 99,76} \times 100 = 1,16 \end{aligned}$$

($m/e = 29$)

$$\begin{aligned} \text{Для } ^{13}\text{C}^{17}\text{O} + ^{12}\text{C}^{18}\text{O}: \quad & \frac{[^{13}\text{C}] \times [^{17}\text{O}]}{[^{12}\text{C}] \times [^{16}\text{O}]} \times 100 + \frac{[^{12}\text{C}] \times [^{18}\text{O}]}{[^{12}\text{C}] \times [^{16}\text{O}]} \times 100 = \\ & = \frac{1,11 \times 0,034}{98,89 \times 99,76} \times 100 + \frac{98,89 \times 0,204}{98,89 \times 99,76} \times 100 = 0,205 \end{aligned}$$

($m/e = 30$)

$$\text{Для } ^{13}\text{C}^{18}\text{O} + ^{12}\text{C}^{18}\text{O}: \quad \frac{[^{13}\text{C}] \times [^{18}\text{O}]}{[^{12}\text{C}] \times [^{16}\text{O}]} \times 100 = \frac{1,11 \times 0,204}{98,89 \times 99,76} \times 100 = 0,00228.$$

($m/e = 31$)

Безусловно, что для наблюдения полного спектра изотопов, вносящего свою лепту в сигнал CO, прибор должен быть достаточно чувствительным для того, чтобы обнаруживать по крайней мере на пять десятичных разрядов чувствительности сигнала меньше, чем сигнал родительского пика при $m/e = 28$ а. е. м. Если парциальное давление CO составляет $\sim 10^{-9}$ мм рт. ст., требуется прибор с минимальной чувствительностью к парциальному давлению 10^{-14} мм рт. ст., для того чтобы полностью видеть сигнал изотопа при $m/e = 31$ а. е. м. Кроме достаточной чувствительности, также необходимо, чтобы прибор был линейным на протяжении всего диапазона для точного сравнения относительных высот пика. Вооружившись этим спектром, можно теперь точно идентифицировать этот газ, если это единственный вид газа в данном диапазоне массы. К сожалению, ситуация редко бывает настолько простой, если не делать обратное заполнение CO из чистого источника. Молекулярный азот и этилен также вносят свою лепту в $m/e = 28$, требуя, таким образом, деконволюции наложенных друг на друга данных. Как говорилось выше, в герметичной вакуумной системе не будет азота, входящего в остаточный спектр, но есть случаи, в которых может существовать течь, или может пройти какая-то операция с участием N_2 . Таким образом, в этом случае $m/e = 28$, безусловно, не является чистым CO или чистым N_2 . Анализ, аналогичный анализу, выполненному для CO, покаывает, что чистый N_2 имеет нормализованные пики массы 100 при $m/e = 29$ и $1,4 \cdot 10^{-5}$ при $m/e = 30$. Допустим, что измеренный спектр имеет 100 единиц CO и N_2 при $m/e = 28$, 1,0 единицы при $m/e = 29$, 0,14 единицы при $m/e = 30$ и $1,7 \cdot 10^{-3}$ единиц при $m/e = 31$. Может использоваться следующий анализ:

Пусть x — фракция CO, y — фракция N_2 ;

Для $m/e = 28$: $x + y = 100$

Для $m/e = 29$: $0,75y + 1,16x = 1,0$

$x = 0,61$ и $y = 0,39$ (61% CO и 39% N_2).

Для того чтобы проверить разумность этого, можно исследовать пик $m/e = 30$ и установить, правильно ли соответствует ожидаемая относительная фракция 61% CO. Поскольку для сравнимых количеств CO и N₂ величина, вносимая изотопом N₂ при $m/e = 30$, настолько мала ($1,4 \cdot 10^{-5}$), что сигнал $m/e = 30$ должен в основном быть CO. Если разделить наблюдаемую высоту пика 0,14 при $m/e = 30$ на 61 при $m/e = 28$, получаем $0,23 \cdot 10^{-2}$, что находится в разумном соответствии с 0,21% для $m/e = 30$ и CO. Если бы C₂H₄ также ожидалось в качестве величины, вносимой в $m/e = 28$, потребовалось бы использовать пик $m/e = 30$ для определения фракции CO в трехкомпонентной смеси. Хотя относительные (фракционные) вклады в данном примере позволяют нам получить представление об относительных количествах каждого вида газа, это не означает, что парциальные давления относятся друг к другу именно в тех же самых соотношениях. Значения парциального давления потребуются оценить путем калибровки прибора на эти газы. Сложность расчета ожидаемых величин изотопных пиков, безусловно, увеличивается по мере увеличения числа атомов в молекуле. Более подробный анализ этой процедуры можно найти в статье Л. К. Бивиса [28].

Фрагментационный анализ

Как правило, чистая, вакуумная система, откачанная безмасляным насосом, будет содержать главным образом неорганические остаточные газы (обычно за исключением CH₄). Если систему не подвергать термической обработке, основным остаточным газом будет H₂O и, возможно, некоторые остатки растворителя, в частности ацетона и/или этанола. Неорганические газы в большинстве случаев — это двух- или трехатомные молекулы, в частности H₂, H₂O, CO, O₂ и CO₂ с четными массовыми числами. Далее ионизация более вероятна, чем молекулярная диссоциация, так что в схемах фрагментации преобладает родительский пик. Инертные газы представляют собой стабильные, неактивные атомы. Если вакуумная система откачивается роторным и/или диффузионным насосом без ловушки, в остаточных газах будут преобладать органические пары и газы. Если насосы имеют хорошую ловушку, будут присутствовать органические вещества, но преобладать будут неорганические газы. Органические вещества содержат гораздо больше атомов, чем неорганическая молекула и имеют большую вероятность диссоциации перед ионизацией, так что родительский пик очень часто преобладающим не будет. Диссоциация обычно происходит на одинарных связях углерод—углерод, а это означает, что первой отделяться будет группа CH₃ ($\Delta m = 14$) или CH₂ ($\Delta m = 15$). Результирующие молекулы-фрагменты обычно имеют нечетное массовое число. Например, этанол (C₂H₆O) — это часто используемый очищающий растворитель в вакуумных системах, который обычно оставляет остаточные пары. При ударах электронов метиловая группа в этой молекуле является наиболее вероятным фрагментом диссоциации, при этом в качестве доминантного пика остается CH₃OH ($m/e = 31$). После этого следующими наиболее вероятными для диссоциации являются одинарные связи, относящиеся к водороду, таким образом, последующая фрагментация происходит уменьшающимися шагами по одной массовой единице.

Рассмотрим систему из нержавеющей стали, откачанную турбомолекулярным насосом, которая была подвергнута умеренной термической обработке при 150 °C в течение 24 часов. На рис. 10 показаны спектры квадрупольного масс-спектрометра для такой системы. Количество водяного пара значительно уменьшается, а остальными газами главным образом являются H₂, CH₄, CO и CO₂. Присутствует также некоторое количество Ar после более раннего обратного заполнения. Анализ этой системы посредством фрагментации включает схемы фрагментации

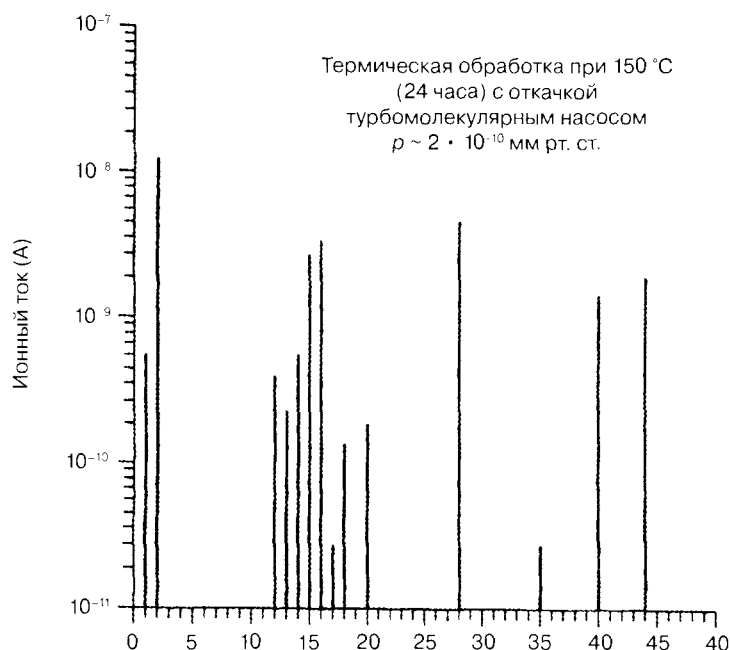


Рис. 10. Масс-спектр системы, откачанной турбомолекулярным насосом, подвергнутой умеренной термической обработке ($p \sim 2 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст.)

всех этих газов, и они показаны в предыдущем разделе (см. подраздел 3.2). Высота пика при данном массовом числе, I_m , — это сумма вкладов в высоту пика, i_{mn} , вносимых всеми газами n :

$$I_m = \sum_n [i_{mn}] = \sum_n [S_n \rho_n \gamma_{mn}], \quad (23)$$

где S_n — чувствительность анализатора к газу n ; ρ_n — парциальное давление газа n ; γ_{mn} — вклад газа n в высоту пика при массовом числе m .

На основе рисунка мы можем построить следующую таблицу пиков сигнала (в амперах):

m/e	i_{mn} (А)
44	$2,20 \cdot 10^{-9}$
40	$1,60 \cdot 10^{-9}$
28	$5,10 \cdot 10^{-9}$
20	$1,72 \cdot 10^{-10}$
18	$1,30 \cdot 10^{-10}$
17	$2,99 \cdot 10^{-11}$
16	$3,50 \cdot 10^{-9}$
15	$2,83 \cdot 10^{-9}$
14	$5,15 \cdot 10^{-10}$
13	$2,54 \cdot 10^{-10}$
12	$3,79 \cdot 10^{-10}$
4	$5,80 \cdot 10^{-11}$
2	$1,10 \cdot 10^{-8}$
1	$5,50 \cdot 10^{-10}$

Общее давление для этих спектров составляет $p_T \sim 2,0 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст. Общая чувствительность квадрупольного масс-спектрометра с усилением умножителя, отрегулированного на 10^5 , составляет 150 А/мм рт. ст. (N_2). Расчетные значения чувствительности других соответствующих газов следующие:

$$S[CO_2] = 160 \text{ А/мм рт. ст.}$$

$$S[Ar] = 132 \text{ А/мм рт. ст.}$$

$$S[CO] = 150 \text{ А/мм рт. ст.}$$

$$S[H_2O] = 150 \text{ А/мм рт. ст.}$$

$$S[CH_4] = 153 \text{ А/мм рт. ст.}$$

$$S[He] = 83 \text{ А/мм рт. ст.}$$

$$S[H_2] = 223 \text{ А/мм рт. ст.}$$

Анализ должен начинаться при самой высокой массе и продолжаться в нисходящем порядке молекулярной массы для того, чтобы обеспечить учет пиков всех фрагментов. Если мы пренебрежем небольшими вкладами, вносимыми изотопами, а также видами газов с двойной ионизацией, CO_2 будет иметь значительные пики при $m/e = 44, 28, 16$ и 12 а. е. м. Родительский пик имеет место при массе 44, таким образом соотношение фрагментации $\gamma_{44, CO_2} = 1$. Поскольку другие вклады, вносимые в массу 44, отсутствуют, парциальное давление CO_2 может быть определено из уравнения (23):

$$p_n = i_{mn}/S_n \gamma_{mn} = p_{CO_2} = 2,2 \cdot 10^{-9}/160 (1) = 1,38 \cdot 10^{-11} \text{ мм рт. ст.}$$

При данном парциальном давлении и соотношениях фрагментации (γ_{mn}) для оставшихся пиков теперь можно определить высоты пиков фрагментации из уравнения (23):

$\gamma_{44, CO_2} = 1$	$i_{44} = 2,20 \cdot 10^{-9} \text{ А}$
$\gamma_{28, CO} = 0,114$	$i_{28} = 2,50 \cdot 10^{-10} \text{ А}$
$\gamma_{16, O} = 0,085$	$i_{16} = 1,87 \cdot 10^{-10} \text{ А}$
$\gamma_{12, C} = 0,06$	$i_{12} = 1,32 \cdot 10^{-10} \text{ А}$

Высоты пиков фрагментов CO_2 теперь можно вычесть из первоначальных уровней сигнала и получить

m/e	$i_{mn} \text{ (А)}$
44	-----
40	$1,60 \cdot 10^{-9}$
28	$4,85 \cdot 10^{-9}$
20	$1,71 \cdot 10^{-11}$
18	$1,30 \cdot 10^{-10}$
16	$3,31 \cdot 10^{-9}$
15	$2,83 \cdot 10^{-9}$
14	$5,15 \cdot 10^{-10}$
13	$2,54 \cdot 10^{-10}$
12	$2,79 \cdot 10^{-10}$
4	$5,80 \cdot 10^{-11}$
2	$1,10 \cdot 10^{-8}$
1	$5,50 \cdot 10^{-10}$

Следующий для оценки пик — это пик Ag при массе 40 и массе 20 (Ag^{+}). Поскольку он не делает никакого вклада в другие виды газов, его можно вычесть посредством осмотра. Парциальное давление равно $p_{\text{Ag}} = 1,21 \cdot 10^{-11}$ мм рт. ст.

Оксид углерода имеет родительский пик при массе 28 и имеет только один *значительный* пик фрагмента при массе 12. Парциальное давление равно $p_{\text{CO}} = 4,85 \cdot 10^{-9}/150 (1) = 3,23 \cdot 10^{-11}$ мм рт. ст., из которого высота пика фрагмента C составляет $i_{12} = 3,23 \cdot 10^{-11} (50) 0,045 = 2,18 \cdot 10^{-10}$ А. В результате вычитания из высот пиков получаем:

m/e	$i_{mn} (\text{A})$
44	-----
40	-----
28	-----
20	-----
18	$1,30 \cdot 10^{-10}$
17	$2,99 \cdot 10^{-11}$
16	$3,31 \cdot 10^{-9}$
15	$2,83 \cdot 10^{-9}$
14	$5,15 \cdot 10^{-10}$
13	$2,54 \cdot 10^{-10}$
12	$7,92 \cdot 10^{-11}$
4	$5,80 \cdot 10^{-11}$
2	$1,10 \cdot 10^{-8}$
1	$5,50 \cdot 10^{-10}$

Следующий пик в нисходящем порядке — это H_2O при массе 18 с фрагментами при 17 и 16 а. е. м. Парциальное давление $p_{\text{H}_2\text{O}} = 1,30 \cdot 10^{-10}/150 (1) = 8,67 \cdot 10^{-13}$ мм рт. ст., из которого высота пика фрагментов равняется $i_{17} = 2,99 \cdot 10^{-11}$ А и $i_{16} = 1,43 \cdot 10^{-12} (50) 0,045 = 2,18 \cdot 10^{-10}$ А. В результате вычитания из высот остальных пиков получаем

m/e	$i_{mn} (\text{A})$
44	-----
40	-----
28	-----
20	-----
18	-----
17	-----
16	$3,30 \cdot 10^{-9}$
15	$2,83 \cdot 10^{-9}$
14	$5,15 \cdot 10^{-10}$
13	$2,54 \cdot 10^{-10}$
12	$7,92 \cdot 10^{-11}$
4	$5,80 \cdot 10^{-11}$
2	$1,10 \cdot 10^{-8}$
1	$5,50 \cdot 10^{-10}$

Метан при массе 16 имеет значительные фрагменты при 15, 14, 13 и 12 а. е. м.

Парциальное давление $p_{\text{HCl}} = 3,30 \cdot 10^{-9} / 153 (1) = 2,16 \cdot 10^{-11}$ мм рт. ст., из которого высоты пиков фрагментов равняются $i_{15} = 2,83 \cdot 10^{-9}$ А и $i_{14} = 5,15 \cdot 10^{-10}$ А, $i_{13} = 2,54 \cdot 10^{-10}$ А и $i_{12} = 7,92 \cdot 10^{-11}$ А. В результате вычитания из высот остальных пиков получаем

m/e	$i_{\text{мн}} (A)$
44	-----
40	-----
28	-----
20	-----
18	-----
17	-----
16	-----
15	-----
14	-----
13	-----
12	-----
4	$5,80 \cdot 10^{-11}$
2	$1,10 \cdot 10^{-8}$
1	$5,50 \cdot 10^{-10}$

Оставшиеся пики являются недвусмысленными (если в системе нет дейтерия); He при массе 4, H_2 при массе 2 и фрагмент атомного водорода при массе 1.

Парциальное давление $p_{\text{He}} = 5,8 \cdot 10^{-11} / 83 (1) = 6,99 \cdot 10^{-13}$ мм рт. ст. $p_{\text{H}_2} = 1,1 \cdot 10^{-8} / 223 (1) = 4,9 \cdot 10^{-11}$ мм рт. ст.

CO_2	$\rho = 1,38 \cdot 10^{-11}$
Ar	$\rho = 1,21 \cdot 10^{-11}$
CO	$\rho = 3,23 \cdot 10^{-11}$
H_2O	$\rho = 8,67 \cdot 10^{-13}$
CH_4	$\rho = 2,16 \cdot 10^{-11}$
He	$\rho = 6,99 \cdot 10^{-11}$
H_2	$\rho = 4,90 \cdot 10^{-11}$
$p_{\text{T}} = 2,0 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст.	

Этот пример, безусловно, был скорректирован для иллюстрации. Значения давления редко получаются точными в реальной практике. Это является очень простым случаем остаточных газов в системе сверхвысокого вакуума. Чаще спектры являются гораздо более сложными, в особенности если участвуют органические вещества. Однако здесь иллюстрируется методика анализа любых спектров посредством метода фрагментации.

3.3.5. Калибровка масс-спектрометров

В целом большинство пользователей масс-спектрометров занимаются только качественным анализом вакуумной среды и никогда не калибруют эти инструменты, но существуют случаи, когда это абсолютно необходимо. Точные измерения парциального давления для приборов, чувствительных к составу газа, контролируются качеством их калибровки. С точки зрения высочайшей калибровки, демонтаж масс-спектрометра после измерений, воздействие воздуха, переход от системы калибровки к системе эксплуатации и, наконец, термическая обработка и

дегазация, необходимые для переустановки условий калибровки, обуславливают большие трудности в поддержании фактической чувствительности, близкой к предшествующему уровню калибровки. В идеале система калибровки и эксплуатационная система должны быть одной и той же. К сожалению, это редко имеет место, и исследователю приходится проходить все эти этапы потому, что тщательно калиброванный прибор абсолютно необходим для оптимальных исследований, разработки или надежности процесса. Ниже приведены некоторые приемы, используемые для калибровки вакуумных приборов. Детальное описание этих методов дано у Бермана [31], Элlefсона и Кейна [32].

3.3.5.1. Расширение статического объема

Расширение статического объема просто предполагает установление давления, измеряемого первичным стандартом в пределах очень малого объема газа, и расширение этого объема в значительных пределах для снижения давления (закон Бойля). На рис. 11, *a* приведена схема этой процедуры. Емкости малого объема V_1 , как правило, несколько кубических сантиметров, и большого объема V_2 , как правило, более 10^3 см³, первоначально очищаются и откачиваются до диапазона сверхвысокого вакуума с целью минимизировать влияние газовыделения на сиг-

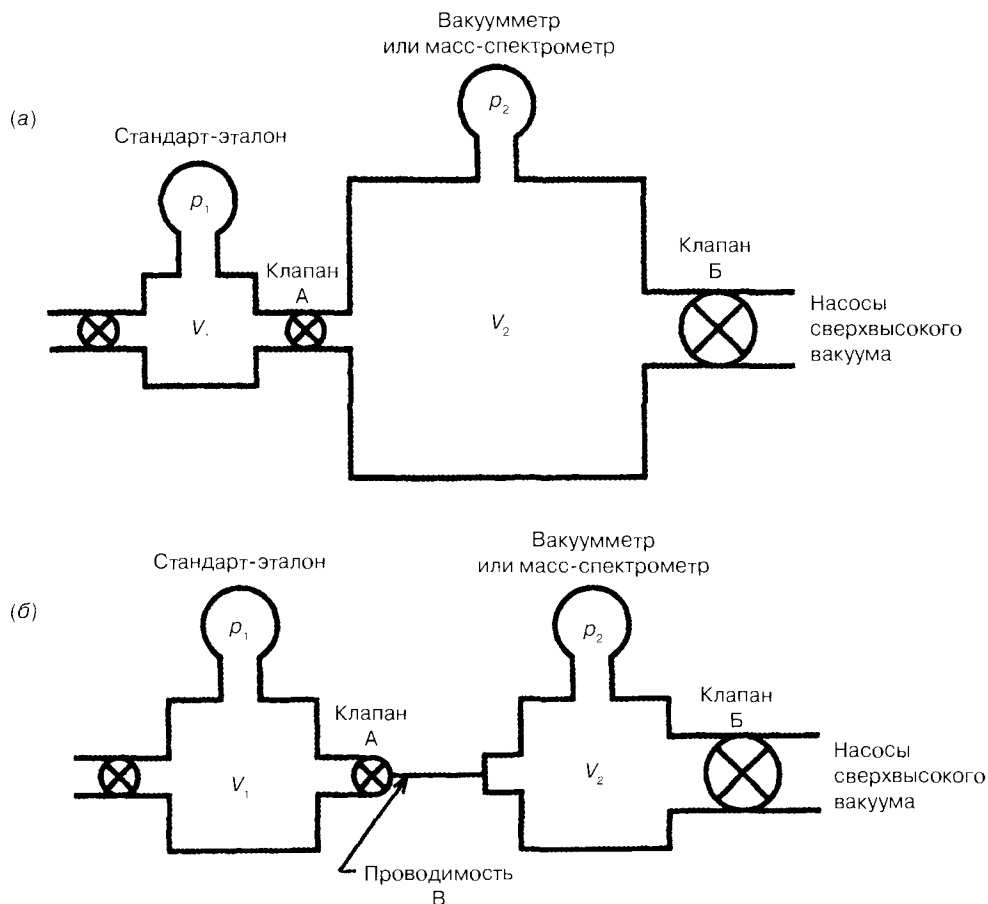


Рис. 11. Методы калибровки: *a* — метод расширения объема (закон Бойля); *б* — метод измерения скорости снижения давления

нал. В малом объеме затем создается давление до уровня $p_1 = 10^{-2}$ или 10^{-1} мм рт. ст. при закрытом разделительном клапане. Давление малого объема p_1 измеряется с помощью первичного или рабочего стандарта, в частности такого, как трубка Бурдона из кварцевого стекла, емкостного или роторного вакуумметра. Затем полностью открывается разделительный клапан (который имеет расточное отверстие большого диаметра). Давление равновесия после этого становится равным

$$p_2 = \frac{V_1 p_1}{V_1 + V_2}. \quad (24)$$

Эффекты откачки стенок вакуумной камеры, в частности такие, как хемосорбция и/или включения, могут представлять собой серьезные проблемы, и требуется выполнить несколько прогонов для насыщения стенок и получения повторяемости результатов. Если калибровочным газом является водород, стенки должны быть значительно окислены для ингибирования, казалось бы, бесконечного растворения водорода. Этого состояния поверхности можно достичь с помощью термической обработки при температуре примерно 400°C в атмосфере кислорода в течение нескольких часов. Более толстые слои оксидов можно получить, безусловно, если использовать более продолжительную обработку и более высокие температуры. Другие проблемы вызывает откачка по калибру. Обычный источник ионов в масс-спектрометре, работающем при токе эмиссии, равном примерно 1 мА, может иметь скорость откачки для N_2 , приближающуюся к 0,1 л/с, которая способна оказывать значительное воздействие на уменьшение давления. Приемы экстраполяции можно использовать для оценки правильного давления расширившегося объема газа, но это не является полностью приемлемой методикой. Если эффекты стенки и откачка по калибру не представляют собой серьезной проблемы, можно достичь уровня калибровки, достигающего до 10^{-6} мм рт. ст. в зависимости от вида газа. Если два объема первоначально дегазируются до базового давления 10^{-10} мм рт. ст., газовыделение стенок в статической системе с V_2 может увеличить фоновое давление на два-три порядка в течение временного периода отдельных измерений. Таким образом, в калибровочном газе имеется определенность 1% или более. На практике предел калибровки низкого давления, вероятно, составляет 10^{-5} мм рт. ст. Как правило, данная методика не используется из-за вышеуказанных эффектов и из-за наложения своего диапазона на показания приборов ионизационного типа.

3.3.5.2. Метод измерения скорости снижения давления

Более предпочтительным методом калибровки масс-спектрометров является линейное снижение давления в измеряемом объеме, с которым сравнивают показания прибора. Объем слева (V_1) и объем справа (V_2) (рис. 11, б) обычно являются малыми и первоначально очищаются и вакуумируются до диапазона сверхвысокого вакуума, чтобы свести к минимуму влияние газовой выделенности на сигнал. Затем в объеме V_1 создается давление с 1 до 1000 мм рт. ст., которое измеряется стандартом-эталоном, в частности таким, как трубка Бурдона из кварцевого стекла, емкостным или грузопоршневым вакуумметром. Затем клапан, соединяющий два объема, открывается до уровня калиброванной проводимости C . Результирующее повышение давления в V_2 , который был отключен от своих насосов, затем сравнивается с показаниями прибора, так что изменение давления выражается следующей формулой

$$V_2 \frac{dp_2}{dt} = C(p_1 - p_2). \quad (25)$$

Поскольку $\rho_1 \gg \rho_2$,

$$\rho_2(t) = \frac{\rho_1 C}{V_2} t, \quad (26)$$

где $\rho_2(t)$ — давление в V_2 в любое время t .

Проводимость C обычно подбирается так, чтобы обеспечить достаточно высокую скорость повышения давления, чтобы откачка посредством калибра не успевала за этой скоростью, но достаточно низкую, чтобы ответная скорость реакции прибора не представляла собой проблему. Поскольку V_2 мал и воздействие калибровочного газа в течение нескольких циклов имеет тенденцию минимизировать хемосорбцию и включения стенки, эффекты стенки серьезной проблемы не представляют. Поскольку C также достаточно мала, чтобы ρ_1 оставалось постоянным, поток в V_2 принимается линейным (после несколько секунд). Предел низкого давления для данной методики, вероятно, является на порядок ниже, чем для методики статического расширения, поскольку диапазон низкого давления (например 10^{-7} мм рт. ст.) поддерживается лишь короткое время. Методика скорости повышения была изучена и была признана приемлемым методом калибровки.

3.3.5.3. Метод потока через отверстие

Метод динамического потока через отверстие — это основной метод, используемый Национальным институтом стандартов и технологии для калибровки ионизационных вакуумметров и масс-спектрометров, в основном потому, что он может расширять диапазон калибровки на несколько разрядов ниже двух методов, рассмотренных ранее (т. е. от $5 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст.). Метод потока через отверстие — это динамический метод, в котором используется расходомер, обеспечивающий известный Q_1 в первый из двух объемов, которые откачиваются при известных постоянных скоростях (два объема имеют отверстия, ограничивающие проводимость). Второй объем, являющийся вторым этапом уменьшения давления, является точкой, в которой находятся калибруемые приборы на весь диапазон калибровки. На рис. 12, а изображена схема двухфазной калибровочной системы отверстия, откачиваемой с помощью ионно-сублимационного и турбомолекулярного насоса. Вся система проходит термическую обработку и дегазируется, чтобы достичь предельного давления примерно $5 \cdot 10^{-12}$ мм рт. ст. или меньше в обоих объемах, хотя это низкое фоновое давление не является абсолютно необходимым в первом объеме. Поток Q_1 впускается в V_1 , и давление стабильного состояния равняется

$$\rho_1 = \frac{Q_1 + S_1 \rho_{01}}{S_1} \sim \frac{Q_1}{S_1}, \quad (27)$$

где S_1 — ограничивающая проводимость отверстие в V_2 , $S_1 \ll S_{\rho 1}$; ρ_{01} — давление в насосе 1.

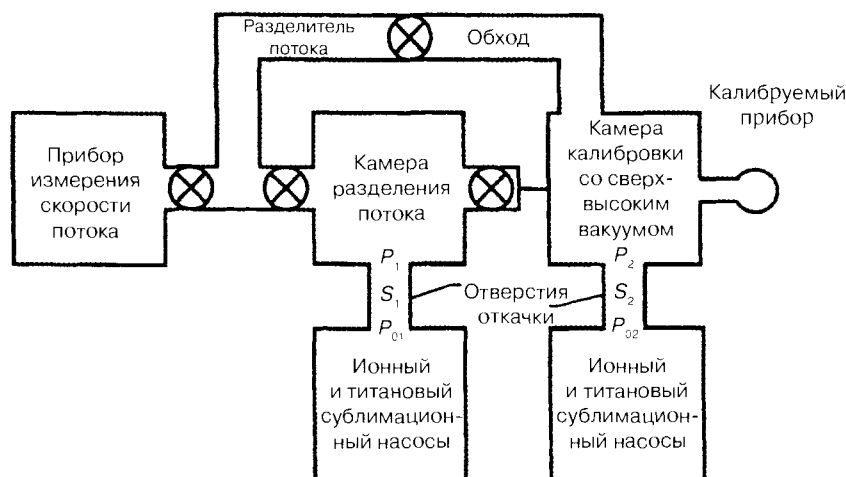
Когда открывается клапан в V_2 , поток Q_2 в этот объем контролируется калиброванной проводимостью C и выражается как $Q_2 = C(\rho_1 - \rho_2)$. Давление стабильного состояния в V_2 равняется

$$\rho_2 = \frac{CQ_1 + CS_1\rho_{01} + S_1S_2\rho_{02}}{S_1S_2 + CS_1}, \quad (28)$$

где S_2 — это ограничивающая проводимость отверстие в V_2 , $S_2 \ll S_{02}$; ρ_{02} — давление в насосе 2 ($S_{\rho 1}$ и S_{02} — быстрота действия насосов 1 и 2). Величина Q_1 позволяет давлению стабильного

состояния калибровочного газа опускаться до уровня $5 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст. Таким образом, предоставляется возможность калибровки от $5 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст. или диапазон 5 разрядов. Как только калибровка завершена, этот метод может также использоваться для измерения газовой выделенности из конкретного объема, где неизвестное Q — это Q_1 . Представляющий интерес параметр, который характеризует прибор на протяжении диапазона калибровки, — это чувствительность. Чувствительность масс-спектрометра для N_2 , как определяется системой отверстия, указана на рис. 12, б. Относительное колебание показаний этого прибора приближается к 5%, но при определенных усилиях может достичь 3%. Как правило, условия, при которых проводятся калибровки, должны быть почти идентичными условиям, которые испытывает прибор в системе, в которой он должен использоваться. Например, рекомендуется, чтобы масс-спектрометры в системе имели ту же самую металлическую (или изолирующую) оболочку вокруг источника ионов прибора в системе калибровки, поскольку плотность электронов

(a)



(б)

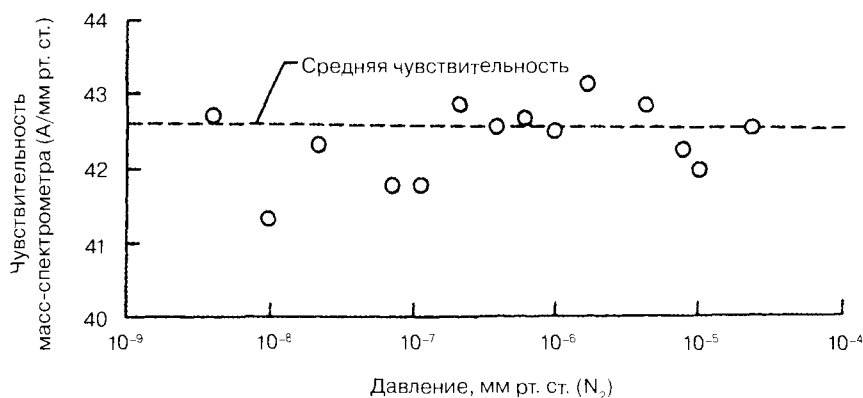


Рис. 12. Метод потока через отверстие: а — схема калибровочной системы с отверстием для калибровки, достигающих уровня 10^{-10} мм рт. ст. (N_2); б — типичные колебания чувствительности масс-спектрометра на протяжении всего диапазона калибровки

вокруг сетки может значительно отличаться в силу чередования потенциалов в источнике ионов, приводя к ошибкам, превышающим 50%.

Общая неопределенность калибровки регулируется несколькими факторами. Во-первых, имеет место неопределенность в стандартном входном потоке, который может контролироваться приблизительно до 1%. Далее существует неопределенность в проводимости к насосам в V_1 и V_2 , а также в проводимостях между двумя объемами. Существует различие состава газа в насосах по сравнению с главными объемами, но это не должно вызывать большого беспокойства. Возможно, двумя самыми значительными проблемами является то, что в позиционировании элементов прибора не происходит никаких изменений (что значительно изменяет потенциалы) и отсутствует химическое загрязнение при обратном подключении прибора к системе эксплуатации (что могло бы увеличить эффекты электронно-стимулированной десорбции, а также изменить усиление умножителя).

3.3.5.4. Переносные калибровочные стандарты

Пользователи масс-спектрометров редко калибруют большинство приборов, отправляя преобразователь и электронику прибора какой-либо организации, в частности такой, как Национальный институт стандартов и технологий. Пользователи, которым требуется некоторая количественная точность в их работе, чаще всего пользуются переносным стандартом, т. е. роторным или ионизационным вакуумметром, который был предварительно откалиброван посредством одного из вышеуказанных методов. Этот прибор затем добавляется и остается неотъемлемой частью системы. Периодически газ (ранее использованный в качестве калибровочного) затекает вновь до желаемого диапазона давления, и выход масс-спектрометра затем сравнивается с этим давлением. Результирующая чувствительность таким образом определяется как выходной токовый сигнал масс-спектрометра, поделенный на давление, показываемое откалиброванным вторичным групповым эталоном или ионизационным вакуумметром, например, в А/мм рт. ст. Калибровка вторичного группового эталона является действительной до $p \sim 10^{-6}$ мм рт. ст. и обеспечивает двухразрядное наложение (дублирование) с диапазоном масс-спектрометра. Результирующая чувствительность тогда принимается постоянной и независимой от давления для использования в более низких диапазонах давления. Прямое сравнение с калиброванным ионизационным вакуумметром охватывает гораздо более широкий диапазон (от 10^{-4} до 10^{-11} мм рт. ст.), но является менее удобным в качестве стандарта, поскольку вакуумметр имеет те же самые проблемы, как и источник ионов в масс-спектрометре. Другим преимуществом переносных стандартов является то, что по желанию можно проводить частые проверки чувствительности масс-спектрометра, не испытывая проблем с воздействием атмосферного давления на прибор, перемещения прибора и последующих термических обработок.

3.3.6. Некоторые виды применения масс-спектрометров

3.3.6.1. Промышленные виды применения

Ниже представлены примеры применения масс-спектрометров для получения информации о вакуумной системе в производственных условиях.

Обнаружение течей

Базовая информация о вакуумной системе, которую хотят получить от масс-спектрометра, в большой степени зависит от вида применения. Как правило, все пользователи вначале рас-

смаатривают спектр для того, чтобы определить, является ли вакуумная система герметичной, а также имеют ли остаточные газы желаемый состав. Поэтому первично спектр является детектором течи. Если спектры показывают высокий пик фрагментации атомного азота при $m/e = 14$ а. е. м., высокий пик H_2O при $m/e = 18$ а. е. м. или высокий пик молекулярного кислорода при $m/e = 32$ а. е. м., в этом случае, наиболее вероятно, имеет место течь. Если течь является слишком сильной для продолжения работы, в этом случае масс-спектрометр становится детектором течей, и выполняются нормальные процедуры их обнаружения. Если это не так, то пользователь переходит к нормальным процедурам эксплуатации. В случае течи наиболее часто прибор настраивается на He ($m/e = 4$ а. е. м.), и иницируется поиск для обнаружения течи. Выход пика He можно визуальнo изучить на осциллографе, ленточном самописце или посредством компьютера с помощью повторяющихся сканирований выше $m/e = 4$ а. е. м. с индикацией найденной течи. Если это очень небольшая течь, ее можно герметизировать эпоксидными смолами с низким давлением паров. Если течь частично или полностью герметизирована, на спектре сразу же можно будет увидеть уменьшение вышеуказанных пиков.

Процессы нанесения вакуумных покрытий

Поддержание приемлемого давления, при котором можно проводить осаждение тонких пленок, не испытывая нежелательного воздействия остаточного газа, является еще одним видом применения масс-спектрометров. Парциальное давление загрязняющих газов напрямую зависит от частоты столкновения молекул v с представляющими интерес поверхностями или объемом

$$v = \frac{p}{(2\pi m k_B T)^{1/2}}, \quad (29)$$

где p — парциальное давление; m — масса молекулы; k_B — постоянная Больцмана; T — это температура газа.

Хорошо известное правило ориентировочной оценки, заключающееся в том, что мономолекулярный слой загрязнения поверхности может сформироваться загрязняющим газом (коэффициент прилипания 1) в течение 1—2 с при 10^{-6} мм рт. ст., что свидетельствует об уровне серьезности проблемы.

Испарение

При осаждении посредством испарения или физическом осаждении из паровой фазы материал источника нагревается (обычно посредством бомбардировки электронами) до уровня, где результирующее давление пара обеспечивает достаточную скорость осаждения для покрытия субстрата. Это осуществляется в вакуумной среде, обычно имеющей предельное остаточное давление 10^{-9} мм рт. ст., которое во время осаждения повышается до 10^{-6} мм рт. ст. Если парциальное давление загрязняющего газа слишком высокое (например CO), чистота, рост и свойства тонкой пленки могут сильно измениться под действием диссоциирующих углерода и кислорода. В сущности, C и O образуют ядра новых фаз, изменяющих кристаллизацию, электронные, механические и химические свойства пленок [33].

Осаждение методом распыления

Метод распыления по своей природе имеет более высокую скорость осаждения, чем испарение, но характеризуется более серьезными проблемами, поскольку вакуумная система снова

заполняется газами до значений давления на несколько порядков выше $p \sim 10^{-4}$ мм рт. ст. и больше, в результате пропорционально растет скорость загрязнения (часто вакуумные системы для распыления не так качественны, как системы, используемые в технологии испарения).

Масс-спектры в этих системах показывают, какие имеются виды газов, а также каково их парциальное давление, обеспечивая таким образом данные о соответствующей скорости загрязнения. Эта информация в конечном итоге позволит разобраться в результирующем качестве пленки. Не все высокие значения фонового давления, однако, вредны для процесса. Например, можно иметь высокий фон He (возможно, из-за проницаемости через уплотнительные кольца из эластомера или стеклянную оболочку), который не будет играть никакой роли в загрязнении. Поэтому важно знать состав газов, из которых состоит общее давление фона.

В этих последних двух методах осаждения существует возможность того, что инертные газы, такие как He и Ar, физически захватываются осаждением. Хотя химически пленка не изменяется, она может иметь другие физические характеристики в результате такого захвата.

Химическое осаждение из паровой фазы

Этот вид применения главным образом сводится к контролю процесса. Здесь режим давления может колебаться, начиная от атмосферного до низкого давления, и включать плазменные методы. Как правило, метод предполагает, чтобы масс-спектрометр дифференциально откачивался через капилляр или отверстие [30], позволяя нормально эксплуатировать прибор (при давлении менее 10^{-4} мм рт. ст.). На входной и выходной сторонах реакционной камеры могут присутствовать различные газы для контроля конечного осаждения. Загрязняющие вещества, в частности такие, как кислород- и углеродсодержащие газы, контролируются до уровня частот на миллион и наблюдаются в реальном времени, обеспечивая максимальную отработку процесса и таким образом минимизируя связанные с загрязняющими веществами эффекты.

3.3.6.2. Применение масс-спектрометров в научных исследованиях

По мере того, как усложняется работа вакуумных систем, соответственно возрастают требования к инструментам, поскольку необходимо измерять все более низкое давление. Сегодня в научных лабораториях, а также многих других научных и производственных сферах необходимо получение сверхвысокого вакуума ($p < 10^{-9}$ мм рт. ст.). В исследованиях физики поверхности даже фоновое парциальное давление 10^{-10} мм рт. ст. может быть слишком высоким. При данном значении давления, согласно нашему правилу ориентировочной оценки, мономолекулярный слой загрязнения будет возникать каждые 1,5 часа. На результатах некоторых экспериментов может серьезно сказаться площадь мономолекулярного слоя менее 1% либо продолжительность эксперимента будет превышать 1,5 часа. Это означает, что даже парциальное давление 10^{-12} мм рт. ст. окажется недостаточным! Масс-спектрометры, функционирующие при рабочем давлении системы, являются бесценными инструментами для анализа потенциального загрязнения данного эксперимента, обеспечивая индикацию того, может ли проходить эксперимент, а также какое воздействие он, возможно, оказал на эту работу. В исследовательских системах (использующих ионные и электронные пушки, источники рентгеновского излучения, цилиндрические и полусферические анализаторы, а также разнообразные другие приборы и аппаратура) результирующие значения парциального давления наиболее определенно устанавливаются различными конструкционными материалами, содержащимися в них, их общей площадью, температурой и предшествующими процессами, а также многочис-

ленными другими факторами, контролирующими газовыделение. Масс-спектрометры обеспечивают подробную информацию об относительном состоянии чистоты системы. В качестве показателя достигнутых результатов, часто цитируемого в научных работах, выбрано предельное давление и виды остаточных газов в используемой экспериментальной системе, поскольку частично этот показатель в сущности отражает качество работы.

Масс-спектрометры используются для научных исследований в самых различных областях. Ниже приведены некоторые примеры.

Спектроскопия тепловой десорбции

Масс-спектрометр исследует десорбцию газов, адсорбированных на поверхностях, которые были подвергнуты быстрому нагреванию ($2-10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$) с удельным ростом температуры (обычно линейным). Газ десорбируется непосредственно в источник ионов и впоследствии анализируется. Анализ скорости газовой десорбции позволяет определить энергии активации процесса и получить представление о состоянии адсорбции, предшествующем десорбции [35].

Масс-спектроскопия вторичных ионов

Масс-спектрометр анализирует ионы (положительные и отрицательные) и нейтральные частицы, распыляемые падающим ионным пучком какого-либо инертного газа (например He, Ar) или реактивных ионов (например O_2 , Cs). Распыленные ионы фильтруются в зависимости от энергии для сужения разницы энергии, и ионы анализируются с помощью масс-фильтра (например квадрупольного) [36].

Анализатор химической кинетики

Ионные источники масс-спектрометра, которым сообщается импульс $\sim 10\text{ кГц}$, а также ионы, посредством импульсов попадающие в пролетную трубу, позволяют анализировать кинетические изменения различных реакций (проводимых в реакционной камере), сопровождаемые химическими изменениями в миллисекундах. Расположение реакционной камеры рядом с ионным источником, откуда ионы влетают в длинную пролетную трубу, позволяет выполнять анализ пролетного времени высокой разрешающей способности и вести наблюдение за химическими изменениями со скоростью, превосходящей 1 полный спектр за 1 мс.

Времяпролетный масс-анализатор

Энергия нейтрального атома и кинетическая энергия молекул могут анализироваться посредством измерения времени пролета, где нейтральные частицы ионизируются ударом электрона, перпендикулярным оси пролетной трубы, а затем направляются в пролетную трубу. Измерение времени пролета позволяет определить кинетическую энергию [37].

Газовая хроматография и масс-спектрометрия

Колонны газового хроматографа первоначально разделяют различные конкретные виды газа путем использования избирательных адсорбентов в колонне, выход которых в конечном итоге измеряется масс-спектрометром с гораздо более высокой точностью и чувствительностью [38].

Литература

1. F. A. White. Mass Spectrometry in Science and Technology (Wiley, NY, 1968); F. W. Aston. Mass Spectra and Isotopes (Longmans, Green, New York, 1942); R. W. Riser. Introduction to Mass Spectrometry and Its Applications (Prentice-Hall, Englewood Cliffs, NJ, 1965).

2. P. H. Dawson. *Quadrupole Mass Spectrometry and Its Applications* (Elsevier, Amsterdam, 1976/American Institute of Physics Press, New York, 1995).
3. M. J. Drinkwine and D. Lichtman. *Partial Pressure Analysis*. American Vacuum Society Series (American Institute of Physics Press, New York, 1990).
4. H. Semat. *Introduction to Atomic and Nuclear Physics* (Rinehart, New York, 1958).
5. A. O. C. Nier. *Advances in Mass Spec.* 6 (1981) 212.
6. D. G. Torr. *Photochemistry of Atmospheres*, edited by J. S. Levine (Academic Press, Orlando FL, 1985).
7. G. F. Weston. *Vacuum*, 25 (1975) 469.
8. W. G. Perkins. *J. Vac. Sci. Technol.*, 10 (1973) 543.
9. R. A. Outlaw and M. R. Davidson. *J. Vac. Sci. Technol.*, A12 (1994) 854.
10. *Handbook of Chemistry and Physics*. 56th ed. (CRC Press, Cleveland, 1975).
11. L. Lieszkovsky. *Handbook of Vacuum Technology* (Academic Press, Boston, 1997), Chapter 3,2.
12. *Mass Spectral Data*. American Petroleum Institute Research Project №44 (Carnegie Mellon University, Pittsburgh, PA, 1962). See also National Institute of Standards and Technology, Standard Reference Data Base, Gaithersburg, MD, for current mass spectral library of compounds.
13. S. Rezate-Serej and R. A. Outlaw. *J. Vac. Sci. Technol.*, A12 (1994) 2814.
14. P. A. Redhead, J. P. Hobson and E. V. Kornelsen. *The Physical Basis of Ultrahigh Vacuum* (Chapman and Hall, London, 1968/American Institute of Physics Press, New York, 1993).
15. W. H. Kohl. *Handbook of Materials and Techniques for Vacuum Devices* (Reinhold, New York, 1967/American Institute of Physics Press, 1995).
16. P. A. Redhead. *Can. J. Phys.*, 42 (1964) 886.
17. D. Menzel and R. Gomer. *J. Chem. Phys.*, 41 (1964) 3311.
18. M. L. Knotek and P. J. Feibleman. *Surf. Sci.*, 90 (1979) 78.
19. P. R. Antoniewicz. *Phys. Rev.*, B21 (1980) 3811.
20. T. E. Madey and J. X. Yates, Jr. *J. Vac. Sci. Technol.*, 8 (1971) 525.
21. M. J. Drinkwine and D. Litchman. *Prog. Surf. Sci.*, 8 (1970) 78.
22. H. A. Engelhardt and D. Menzel. *Surf. Sci.*, 57 (1976) 591.
23. A. von Engel. *Ionized Gases* (Oxford University Press, London, 1965/American Institute of Physics Press, New York, 1994).
24. J. B. Hasted. *Physics of Atomic Collisions*, 2nd ed. (Butterworths, London, 1972).
25. T. A. Haim and P. D. Ownby. *IV. 5a. Fe_c M*, 8 (1971) 661.
26. J. F. Hennequin and R. L. Inglebert. *Intl. J. Mass Spec. Ion Phys.*, 26 (1978) 131.
27. R. Young. *Rev. Sci. human.*, 37 (1966) 1414.
28. L. C. Beavis. *Partial Pressure Analyzers*, American Vacuum Society Education Committee, New York, 1996.
29. F. W. McLafferty. *Interpretation of Mass Spectra* (Benjamin, New York, 1967).
30. *American Institute of Physics Handbook* (McGraw-Hill New York 1972).
31. A. Berman. *Total Pressure Measurements in Vacuum Technology* (Academic Press, New York, 1985).
32. R. E. E. Hefson and D. Cain. *Vac Sci. Technol.*, A5 (1987) 134.
33. P. L. Swart and H. Aharoni. *Vac Sci. Technol.*, A3 (1985) 1935.
34. N. Muller, G. Rettinghaus, and G. Strasser. *J. Vac. Sci. Technol.*, A8 (1990) 2822.

35. J. B. Hudson. Surface Science: An Introduction (Butterworth — Heinemann, Boston, 1992), p. 292;
36. R J. Madix. Surf. Sci., 299/300 (1994) 785.
37. A Benninghoven. Surf. Sci., 299/300 (1994) 246.
38. G. Samorjai. Surf. Sci., 299/300 (1994) 849.
39. I. Morisako, I. Kato, and Y. Ino. Intl. J. Mass Spec. Ion Phys., 48 (1983) 19.

3.4. Измерение и управление массовым потоком газа

Л. Д. Хинкль

MKS Instruments, Inc.

3.4.1. Общие принципы измерения массового потока газа

3.4.1.1. Единицы измерения

Измерение массы газа, когда он входит в вакуумную систему, имеет критическое значение для большинства видов работ, относящихся к вакуумной технике. Аналогично весам, на которых вещества взвешиваются в химической лаборатории, счетчик потока массы предоставляет возможность контролирования смеси газообразных веществ при их поступлении в технологическую камеру. Необходимость счетчика потока *массы* не является, однако, универсальной, поэтому другие методы измерения скорости или объемного потока газа также являются весьма распространенными и полезными в определенных видах применения.

Истинные *единицы* массового потока газа не часто используются в вакуумной практике, вероятно, в связи с тем, что трудно представить себе, например, как 1 кг газа будет проходить какое-то расстояние в течение 1 с. С другой стороны, единицы объемного потока интуитивно являются простыми — литры в минуту или кубические сантиметры в минуту. Проблема измерения объемного потока заключается в том, что обычно он не обеспечивает достаточной информации. Поскольку газы способны сжиматься, количество материала в определенном объеме зависит от давления и температуры. Поэтому без указания температуры и давления единицы объемного потока не могут быть использованы эффективно для измерения потоков газов.

Со временем сложилась система практических единиц, основанных на измерении объемного потока с учетом температуры и давления стандартного состояния, 0 °C и 1 атм. соответственно. Наиболее широко используемыми формами являются ст. см³/мин (стандартные кубические сантиметры в минуту) и ст. л/м (стандартные литры в минуту). Данное правило исходит из закона для идеального газа, и в нем используется постулат о том, что один моль идеального газа занимает 22,4 л объема. Поэтому стандартный объемный поток напрямую связан с молекулярным потоком и далее с массовым потоком посредством молярной массы. Например:

$$500 \text{ ст. см}^3 \text{ азота} = 0,5 \text{ ст. л/мин} = 0,5 \text{ ст. л м/22,4 ст. л/моль} = 0,0223 \text{ моль/мин} \\ = 0,0223 \text{ моля/мин.} \times 28 \text{ г/моль} = 0,624 \text{ г/мин.}$$

Другие стандартные объемные единицы (с подразумеваемой эталонной температурой 0 °C) могут применяться с соответствующими преобразованиями, как показано ниже:

$$1 \text{ мбар} \cdot \text{л/с} = 59,2 \text{ ст. см}^3/\text{мин}$$

$$1 \text{ Па м}^3/\text{с} = 592 \text{ ст. см}^3/\text{мин.}$$

3.4.1.2. Методы измерения

Для непрерывного измерения массового потока газов, поступающего в вакуумные системы, в современном приборостроении можно, как правило, найти два общих подхода: на основе давления и на основе количества теплоты. Большинство приборов основаны на тепловом принципе. Измерения потока могут выполняться путем измерения значений давления против движения потока и в направлении движения потока относительно элемента ламинарного потока, дроссельной диафрагмы, элемента Вентури или элемента молекулярного потока. Также простые механические устройства, известные под названием *ротаметры* (переменная площадь, постоянный перепад давления), могут служить в качестве удобных индикаторов объемного потока. Как упоминалось в разделе данного справочника, в котором рассматриваются уравнения газового потока, каждый из этих вариантов должен также предусматривать учет температуры, свойств газа и геометрические факторы для соответствующего определения массового потока. Использование приборов для измерения потока на основе давления, как правило, относится к таким областям, в которых какой-либо аспект устройства на основе теплового принципа, в частности температура или требуемый перепад давлений, противоречит этому виду применения.

Принцип, используемый в датчиках массового потока теплового типа, заключается в том, что теплоотдача, происходящая в направлении потока, связана с потоком тепловой массы, которая в свою очередь связана с «истинным» массовым потоком посредством *удельной теплоемкости* c_p газа. В случае одноатомных и двухатомных газов удельная теплоемкость является относительно постоянной как функция давления и температуры; соотношение между теплоотдачей и массовым потоком является почти независимым от давления и температуры газа. Для более сложных молекулярных газов зависимость c_p от температуры и давления может оказывать воздействие на линейность и чувствительность измерения давления. Обратите внимание на то, что имеет место свойственная типу газа зависимость, заключающаяся в том, что каждый газ имеет свое собственное значение c_p .

3.4.2. Тепловой контроллер массового потока

Тепловой счетчик массового потока газа (ТСМП) часто комбинируют с контрольным клапаном и электроникой. Такой прибор называют контроллером массового потока (КМП). Схема этих компонентов и их типичное расположение в КМП показана на рис. 1.

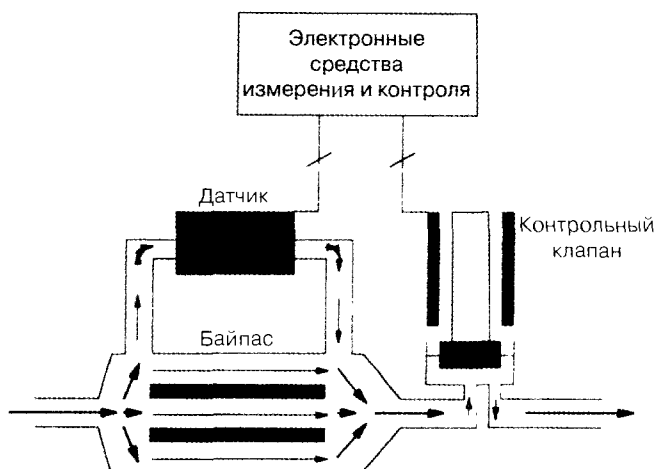


Рис. 1. Схема теплового счетчика массового потока газа

3.4.2.1. Методы регистрации

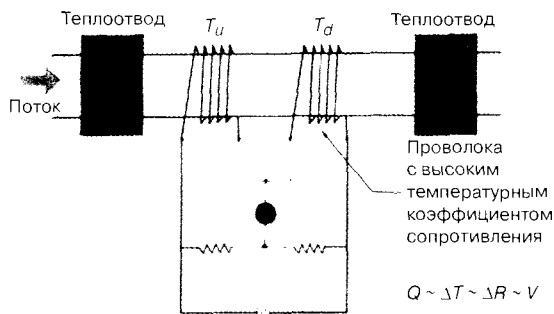
Конструкция датчика теплового потока состоит из капиллярной трубки из нержавеющей стали с нагревателями и датчиками температуры, расположенными симметрично на внешней поверхности. Концы трубки прижаты как механически, так и термически к корпусу прибора таким образом, что тепловая среда симметрично распределялась вокруг центра трубки. Поэтому любой дисбаланс, обнаруживаемый датчиками температуры, истолковывается как массовый поток внутри трубки, как газ, поглощающий теплоту из области, противоположной направлению потока, и передача теплоты в направлении потока по мере его движения. Конструкция типичного датчика включает две парные обмотки из проволоки с высоким температурным коэффициентом сопротивления в цепи моста Уитстона, как показано на рис. 2. В этой схеме каждая обмотка выполняет функции нагрева и регистрации температуры. Результирующее напряжение моста представляет собой разницу сопротивления обмоток, а отсюда и разницу температуры. На основе подхода «постоянная температура — перепад напряжения» или вариантов этих приемов были разработаны и другие методы возбуждения и регистрации.

Электроника, обнаруживающая и обрабатывающая выходной сигнал моста датчика, должна усиливать, линеаризовать и «ускорять» сигнал. Следует отметить, что такая обработка позволяет получить выходной сигнал потока в случае ТСМП: в КМП он также служит в качестве входного сигнала в контроллер (рассматривается в подразделе 3.4.2.4). Типичный выходной сигнал датчика характеризуется 3—10% нелинейности полной шкалы и временной постоянной от 0,5 до 5 секунд. Для регулировки выходного сигнала прибора в пределах типичной спецификации, равной 0,5% линейности полной шкалы, используются различные стандартные методы линеаризации, в то время как цепь ожидания, основанная на активном дифференциаторе, эффективно обеспечивает, чтобы выходной сигнал давал индикацию фактического потока в реальном времени.

3.4.2.2. Диапазон байпаса

Большинство датчиков теплового потока имеют максимальный предел измерения от 5 до 20 ст. см³/мин, выше которого их показания становятся слишком нелинейными, для того чтобы их можно было корректировать электронными средствами. Поскольку многие виды применения измерения потока требуют более высоких скоростей, параллельно датчику устанавливается байпас для ламинарного потока, чтобы от датчика отводилось фиксированное количество газа. Это аналогично шунтирующему резистору, используемому для выбора диапазона амперметра. Метод байпаса позволяет выбирать диапазон измерения от 10 ст. см³/мин до более 100 ст. л/мин — только с помощью одного датчика. В стандартных диапазонах каждый

Рис. 2. Схема датчика теплового потока, работающего на основе перепада температур



разряд подразделяется на три относительно равные области (по логарифмической шкале) 10, 20, 50, 100, 200 и т. д. После установки байпаса должна происходить калибровка, для того чтобы учесть небольшие колебания проводимости между байпасами и трубами датчика. Вспомним из подраздела 1.1, что проводимость трубки при ламинарном режиме потока зависит от диаметра в *четвертой степени*. С учетом уровня точности, который требуется от этих приборов, а именно лучше 1%, механические допуски являются в сущности недостижимыми, если после сборки индивидуальной комбинации датчика и байпаса не производится калибровка.

3.4.2.3. Конструкция контрольного клапана

Датчик и связанные с ним электроника и байпас (в тех случаях, где он необходим) образуют ротаметр массового потока. Для того чтобы превратить прибор в контроллер массового потока, по направлению потока от счетчика устанавливается контрольный клапан, а к электронике добавляется контрольная цепь. Контрольные клапаны, используемые в типичных КМП, позволяют непрерывно регулировать проводимость в отличие от действия включения/выключения отсечного клапана. Разрешающая способность проводимости значительно лучше 0,1% открытой проводимости для получения необходимого контрольного диапазона КМП. Как правило, контрольный клапан не способен обеспечить положительное отключение, и должен использоваться отдельный клапан, предназначенный для этой цели. Открытая проводимость клапана может устанавливаться путем выбора диаметра отверстия и, как в случае с байпасом, определяется диапазоном полной шкалы КМП. Широко используются две разновидности контрольных клапанов: приводимые в действие от соленоида и приводимые в действие от пьезоэлектрического устройства.

Конструкции с соленоидным клапаном являются более традиционными и более часто используемыми в КМП. Типичная конструкция соленоидного клапана показана на рис. 3. Принцип его работы основан на том, что ток в соленоиде генерирует магнитное поле, действующее на якорь, который открывает клапан. Плоская пружина обычно находится в натянутом состоянии (натяг) и противодействует усилию, создаваемому исполнительным меха-

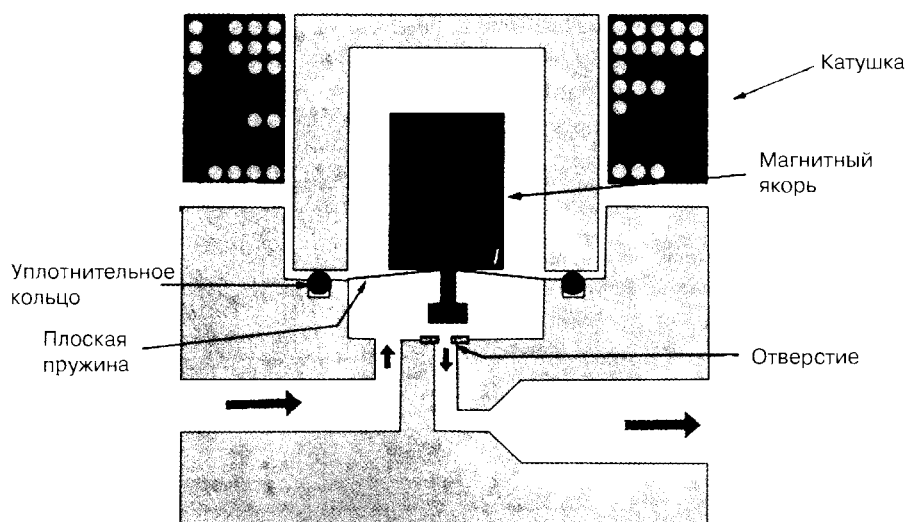


Рис. 3. Схема соленоидного клапана

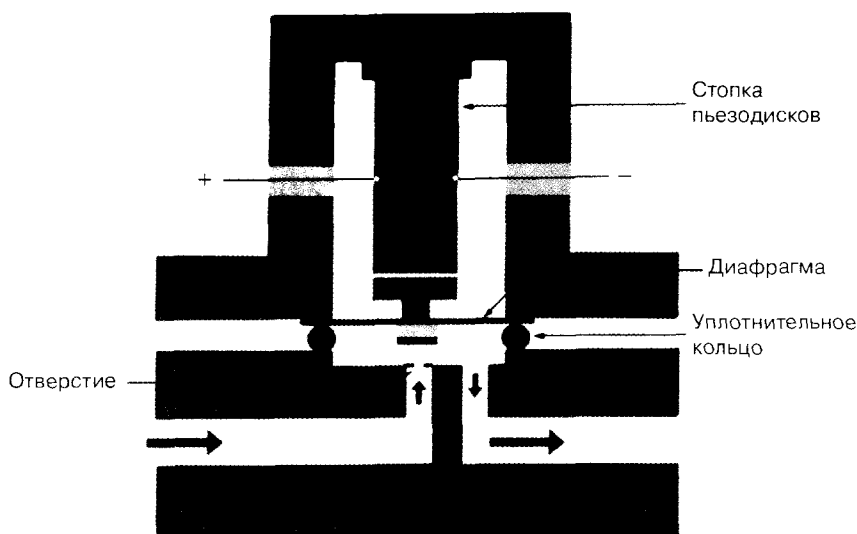


Рис. 4. Схема пьезоклапана

низмом соленоида. Подобная конфигурация позволяет получить *нормально замкнутый (закрытый)* клапан, в результате чего при выключении питания устройство будет переходить в замкнутое (закрытое) состояние. *Нормально разомкнутые (открытые)* клапаны могут также иметь конструкцию с приводом от соленоида, но, как правило, они являются более сложными и не такими распространенными.

В середине 1980-х гг. были разработаны контроллеры потока с пьезоклапанами, которые с тех пор используются главным образом в таких случаях применения, где основные проблемы связаны с высокой чистотой и устойчивостью к коррозии. Особенности конструкции пьезоклапана представлены на рис. 4. Исполнительный механизм пьезоклапана — это стопка из 50—100 отдельных дисков, изготовленных из специального керамического материала, демонстрирующего пьезоэлектрический эффект, когда электрическое поле, генерируемое в нем, заставляет материал расширяться вдоль оси. Гребенчатые электроды создают электрическое поле, когда к клеммам исполнительного механизма приложено напряжение. Это приводит к расширению каждого диска, а в результате действия комбинирующего эффекта происходит закрытие клапана. Таким образом, пьезоклапаны, как правило, предназначены для работы в качестве нормально разомкнутых (открытых), хотя также возможны и нормально замкнутые (закрытые) варианты. Также их способность создавать высокое усилие позволяет использовать их исполнительные механизмы в конструкциях диафрагменных изолирующих клапанов, как показано на рис. 4.

3.4.2.4. Конструкция системы управления

Работа цепи управления основана на пропорционально-интегрально-дифференциальной (ПИД) обратной связи с сигналом *ошибки контроллера*, генерируемым датчиком потока по сравнению с сигналом заданной точки, подаваемым в КМП. Обратите внимание на то, что ошибка контроллера — это просто мгновенная разница между сигналом потока и заданной точкой; ее не следует путать с общей погрешностью прибора, которая выражается как разница между сигналом потока и фактическим потоком. Управляющее действие настроено на приве-

ление клапана в движение таким образом, что ошибка контроллера сокращается до нуля как можно быстрее при минимальном перебеге или при его полном отсутствии. Настройка предполагает изменение параметров, регулирующих действие значений ПИД-усиления в целях достижения нужной ответной реакции на изменения заданной точки. Настройка может быть оптимизирована для данного набора условий, в частности таких, как тип газа, давление перед прибором, давление за прибором, физическая ориентация и заданная точка; но если условия изменяются значительно, это может оказывать влияние на работоспособность контроллера. Как правило, симптомы заключаются в медленной ответной реакции на изменения заданной точки или колебании управления.

3.4.3. Эксплуатационные характеристики контроллера массового потока

Соответствующий порядок монтажа, компоненты линии газа и вспомогательные электронные приборы помогают обеспечить оптимальную работоспособность и надежность КМП. Условия окружающей среды, в частности такие, как температура, ориентация, вибрация и электромагнитные помехи могут также влиять на способность КМП измерять и управлять потоком.

3.4.3.1. Установка

Для обеспечения герметичности системы для всех компонентов газопровода, включая КМП, необходимы соответствующие фитинги и механический монтаж. Фитингами на большинстве КМП является либо торцевое уплотнение (VCR), либо уплотнение-втулка (Swagelok®) для трубы на 1/4 дюйма. Однако если полномасштабный поток больше 20 ст. л/мин, берут фитинги для трубы на 1/2 дюйма. Для вакуумной системы и видов применения высокой чистоты фитинги КМП должны, если возможно, проверяться на герметичность с помощью гелия. Это крайне важно в случае использования токсичного или коррозионного газа. Кроме обеспечения герметичности системы, для надежности работы критическое значение имеет соответствующая продувка в целях сокращения атмосферного загрязнения (влаги и кислород) до приемлемых следовых уровней. Конкретный метод достижения этого условия зависит от системы и необходимого уровня загрязнения. Для каждого случая на конкретной установке следует организовать стандартные технологии продувки. Также следует организовать и выполнить процедуры удаления токсичного или коррозионного газа перед снятием КМП (или любого другого компонента трубопровода).

После рекомендуемого периода прогревания следует выполнить проверку нулевого показания. Необходимо посмотреть инструкцию конкретного прибора, в котором приводится соответствующая процедура, но в целом можно пользоваться следующими указаниями:

- Убедиться в отсутствии потока, закрыв отдельный отсекающий клапан в линии с КМП.
- Подать команду потока заданной точки в КМП. (Этим уравнивается давление до прибора и за прибором.)
- После того, как индикация потока стабилизировалась, подать команду нулевого потока заданной точки.
- Отрегулировать потенциометр, который обычно доступен с внешней стороны прибора и который имеет отметку «нуль».
- Или же регулировка может быть выполнена на устройстве считывания/заданной точки.

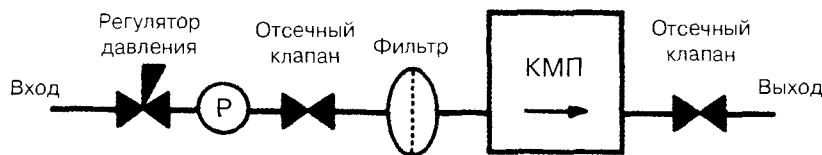


Рис. 5. Типичная планировка газового управления

Данная технология позволяет избежать «коррекции» нуля из-за небольшой течи, которая обычно может возникать через контрольный клапан КМП, пока на КМП во время регулировки нуля остается перепад давления.

3.4.3.2. Компоненты газопровода

Наряду с КМП часто используется комбинация других приборов и компонентов, включая регулятор давления, фильтр частиц, отсечные клапаны и преобразователь давления. В некоторых отраслях, в частности таких, как производство полупроводников, это называется *газовым управлением*. Типичная планировка газового управления показана на рис. 5. Регулятор давления и фильтр могут оказывать воздействие на эксплуатационные качества КМП, если произойдет колебание давления или если перепад давления станет слишком низким или высоким.

3.4.3.3. Электрические требования

Электрическим соединителем на КМП обычно является «краевой соединитель» либо 15-контактный кабель D, либо 9-контактный кабель D. Соединители D обеспечивают некоторую степень электромагнитного экранирования при использовании экранированного кабеля. К сожалению, отсутствует общий для всех производителей стандарт электрических соединений (выводные контакты), поэтому необходимо проявить осторожность для того, чтобы обеспечить соответствующую электрическую совместимость источника питания, кабеля и КМП. Отраслевым стандартом источника питания для КМП является ± 15 В постоянного тока при типичном потреблении тока 100 мА (максимум 200 мА при пуске). Напряжение заданной точки и индикация потока по отдельности составляют 0—5 В, но следует иметь в виду, что большинство приборов способны показывать некоторую величину обратного потока (отрицательное напряжение) и управлять вплоть до уровня значительно выше потока полной шкалы (более 5 В).

Другие функции, которые могут предоставляться в качестве сигналов на соединителе, включают команды для блокировки управления внутренним клапаном для приведения его в полностью открытое или закрытое состояние; напряжение для мониторинга приводного сигнала внутреннего клапана (важный вид диагностики); дополнительный входной сигнал управления и эталонный сигнал 5 В.

Обычно присутствуют три отдельные общие линии с отдельными функциями. *Общий провод сигнала* используется в качестве эталона 0 В для заданной точки и индикации потока. *Общий провод питания* используется для возврата дисбалансов тока в потреблении источника питания. *Заземление на шасси* призвано обеспечивать соединение с корпусом и оболочкой прибора. Хотя для некоторых конструкций свойственна большая терпимость к комбинированию общего провода сигнала и общего провода питания, рекомендуем разделять эти три соединения в любых прецизионных приборах, таких как КМП.

3.4.3.4. Влияние температуры

Воздействия, которые температура окружающей среды может оказывать на эксплуатационные качества КМП, включают сдвиги в показании нуля, сдвиги в индикации диапазона или чувствительности, сокращение способности управления или неспособность достигать заданной точки из-за потери проводимости клапана.

Наиболее заметной проблемой, вызываемой воздействиями температуры, является сдвиг нуля, количественно выражаемый в качестве нулевого температурного коэффициента (нулевой ТК). Спецификация на нулевой ТК обычно меньше 0,05% полной шкалы/°C. Так, например, если температура вокруг КМП изменится на 10 °C (18 °C), нуль может измениться на 0,5% полной шкалы. Это можно компенсировать повторным выведением устройства на нуль при рабочей температуре в соответствии с инструкциями, приведенными в подразделе 3.4.3.1.

Сдвиг диапазона или чувствительности как функцию температуры заметить и учесть в типичном виде применения труднее. Для газов, не демонстрирующих большой температурной зависимости от c_p (см. подраздел 3.4.1.2), ТК диапазона, как правило, меньше 0,1% показания/°C. Однако ТК газов с c_p , которая зависит от температуры, будет также иметь дополнительный диапазон.

Диапазон рабочей температуры окружающей среды для КМП обычно оценивается в пределах от 0 до 5° C.

3.4.3.5. Влияние положения прибора

Поскольку для измерения потока контрольные приборы необходимо устанавливать в различных местах в различном положении, в КМП может проявляться эффект, известный под названием «термического сифона». Этот эффект возникает, когда нагретый датчик ориентирован каким-либо другим образом, отличным от горизонтальной ориентации, и разница в способности держаться на поверхности газа в датчике и байпасе вызывает циркулирующий поток внутри КМП. Хотя эффект присутствует в любое время, когда существует такая ориентация, он наиболее заметен, если используется особенно плотный газ (например SF_6 , Kr или различные HFC и CFC и производные соединения). Эффект также зависит от давления линии, при этом более высокие значения давления приводят к образованию более высоких циркулирующих потоков.

Для небольших сдвигов влияние термического сифона существует независимо от потока через устройство и поэтому действует как фиксированный сдвиг всех измерений потока. В этом случае (менее 5% сдвига полной шкалы) устройство может повторно выводиться на нуль при давлении линии путем выполнения инструкций в подразделе 3.4.3.1 и нормально использоваться.

3.4.3.6 Воздействия типа газа

Тип газа, проходящего по КМП, имеет прямое воздействие на калибровку измерения и эффективность управления.

Для перевода измерений калибровочного газа в показания для другого газа может применяться коэффициент коррекции газа (ККГ). Рекомендуемые значения ККГ приводятся в большинстве инструкций и могут различаться у разных производителей. Следует проявлять осторожность при использовании ККГ, поскольку точность метода коррекции стандартного газа для многих газов составляет не более 1%, а в некоторых ситуациях может приводить к ошибке, достигающей до 10%. Точность коррекции конкретного газа зависит от нескольких факторов, включая два газа, о которых идет речь, модель прибора и диапазон (с байпасом или без него). Для конкретного случая применения специфические рекомендации может дать производитель прибора.

Поскольку вопрос коррекции газа, если говорить с практической точки зрения, является очень сложным, идеальный подход заключается в выполнении калибровки или проверке с помощью реального газа в реальной среде. Для некоторых видов применения в целях решения проблемы разработаны методы калибровки *на месте* или в пункте использования на основе процедур скорости роста давления. Однако при использовании этих методов следует проявлять осторожность и соответствующим образом учитывать такое влияние, как влияние температуры, условий поверхности и сжимаемости газа и его поведение при конденсации.

Определенное распространение получил метод калибровки суррогатным газом, при котором для калибровки прибора в случае опасного применения газа используется газ с аналогичными молекулярными свойствами. Однако опубликовано очень мало экспериментальных данных, подтверждающих корреляцию между суррогатными газами и фактическими газами.

3.4.4. Устранение неисправностей

Поскольку КМП имеет сигнал заданной точки, выходной сигнал и обычно сигнал привода внутреннего клапана на электрическом соединителе, можно проводить диагностику и устранение неисправностей, не снимая прибор и не открывая иным образом линию подачи газа. Устранение неисправностей *на месте* потенциально позволяет избежать процедуры продолжительной по времени и дорогостоящей замены.

3.4.4.1. Первоначальные виды проверки

С помощью соответствующего разрывного соединителя и вольтметра будьте готовы измерять различные сигналы, имеющиеся на устройстве, находящемся под испытанием. Выполняйте измерение относительно общего провода сигнала через измерительный прибор с высоким входным полным сопротивлением.

1. Убедитесь в том, что провода источника питания и заземления находятся в пределах предусмотренных допусков.
2. Убедитесь в том, что выходной сигнал высвечивается соответствующим образом посредством прибора считывания. Проверить:
 - а) наличие соответствующих настроек диапазона и коэффициента коррекции газа;
 - б) непреднамеренные сдвиги нуля на дисплее;
 - в) калибровку напряжения дисплея;
 - г) потери кабеля.

3.4.4.2. Эксплуатационная диагностика и устранение неисправностей

В идеальном случае испытываемое устройство должно было быть сертифицировано при соответствующей работе как часть стандартной процедуры снятия показаний для всей системы. Регистрация типичного уровня и колебаний каждого сигнала становится крайне полезной при диагностике или прогнозировании потенциального отказа. Кроме измерения сигналов, имеющихся на КМП, важно иметь независимую индикацию, показывающую движение потока. Необязательно, чтобы это было точное измерение, только указание наличия или отсутствия потока. Часто манометр на вакуумной системе, в который направляется поток, может служить индикацией «фактического потока».

Схема диагностики в табл. 1 и объяснение признаков неисправностей, встречающихся в системе транспортировки газа, служат руководством для их устранения. Примечательно, что некоторые из потенциальных неисправностей могут быть устранены без снятия компонентов или открытия системы воздействию атмосферных условий каким-либо другим образом.

Таблица 1. Схема диагностики КМП

Точка задания (I)	Фактический поток	Показания датчика на выпуске (I)	Индикация клапана	Неисправность
0	Большой	Большой поток	Закрит	Клапан не закрывается
0	Большой	Большой поток	Открыт	Неисправность контура управления
5	Большой	0	Открыт	Неисправность счетчика (ложный низкий сигнал)
5	0	Большой поток	Закрит	Неисправность счетчика (ложный высокий сигнал)
5	0	0	Открыт	Клапан не открывается или нет Δp
5	Небольшой	$< 5 I$	Открыт	Клапан слегка засорился или низкая Δp
5	Небольшой	Нормальный поток, но с колебаниями	Колеблется	Контрольный контур нестабильный

Клапан не закрывается:

Механические

- Отказ исполнительного механизма
- Неисправность механической регулировки
- Слишком большое p

Электрические

- Включена блокировка клапана
- Отказ катушки (нормально разомкнутая)
- Отказ соединителя (нормально разомкнутый)

Клапан не открывается:

Механические

- Отказ исполнительного механизма
- Слишком большое p
- Засорился (клапан или датчик)
- Разбухла заглушка из эластомера

Электрические

- Включена блокировка клапана
- Отказ катушки (нормально замкнутая)
- Отказ соединителя (нормально замкнутый)

Неисправность счетчика:

Ложный низкий сигнал

- Отказ датчика (электрический)
- Засорился датчик (в обходимых диапазонах)

Ложный высокий сигнал

- Отказ датчика (электрический)
- Засорился обход (большие диапазоны)
- Тепловой сифон

Неисправность контрольного контура:

- Запирание
- Отказ пепи

Контрольный контур нестабильный:

- Регулировка клапана
- Размер отверстия
- Расстояние между заглушкой и седлом
- Электронная регулировка
- Контрольное усиление
- Контрольная фаза
- Тип газа
- Давление в линии
- Колебания давления в направлении против потока
- Колебания давления по направлению потока

Литература*General and Historical*

1. J. M. Benson, and W. C. Baker. *Iustrum. Control Syst.*, 43 (1970) 85.
2. A. F. Brown, and H. Kronberger. *X Sci. Instrum.*, 24 (1947) 151.
3. Burgraaf, Pieter. *Semiconductor International*, 14(3) (1991) 60.
4. C. E. Hawk, and W. C. Baker. *J. Vac. Sci. Technol.*, 6 (1969) 225.
5. R. W. Miller. *Flow Measurement Engineering Handbook* (McGraw-Hill, New York, 1983).

6. J. G. Olin, *Intech*, 40 (1993) 8.
7. J. J. Sullivan, S. Schaffer, and R. P. Jacobs, Jr., *J. Vac. Sci. Technol.*, A7 (1989) 2387.
8. S. A. Tison, *J. Vac. Sci. Technol.*, A14 (1996) 2582.

Calibration

1. R. Clark, MKS Applications Engineering Note, 5 (1989).
2. Le May, Dan, and David Sheriff, *Solid State Technology*, 39(11) (1996) 83.
3. G. E. Mattingly, *Gas flow metrology*, NCSL Newsletter, 29(1) (January 1989).
4. R. W. W. Scott, *Developments in Flow Measurement-1* (Applied Science Publishers, Englewood, NJ 1983), chap. 2.
5. A. E. Widmer, R. Fehlmann, and K. Ohtani, *J. Phys. E.*, 15 (1982) 213.

Sensor Technology

1. J. M. Benson, W. C. Baker, and E. Easter, *Instrum. Control Syst.*, 43 (1970) 85.
2. L. D. Hinkle, and C. F. Mariano, *J. Vac. Sci. Technol.*, A9 (1991) 2043.
3. K. Komiya, F. Higuchi, and K. Ohtani, *Rev. Sci. Instrum.*, 59 (1988) 477.
4. R. Segal, E. M. Sparrow, and T. M. Hallman, *Appl. Sci. Res.*, 7 (1958) 386.
5. S. N. Singh, *Appl. Sci. Res.*, A7 (1958) 325.

Gas Correction, Time Response, Diagnostics

1. J. C. Dille, *Semiconductor International* May 1988) 234.
2. D. E. Gray, N. M. P. Benjamin, and B. N. Chapman, *Microelectronics Manufacturing Technology* (August 1991), p. 35.
3. L. D. Hinkle, *Semiconductor International*, 14(3) (1991) 68.

ГЛАВА 4

КОНСТРУКЦИЯ И ЭЛЕМЕНТЫ ВАКУУМНОЙ СИСТЕМЫ

4.1. Вакуумные клапаны

Нил Т. Пикок
HPS Division of MKS Instruments, Inc.

4.1.1. Введение

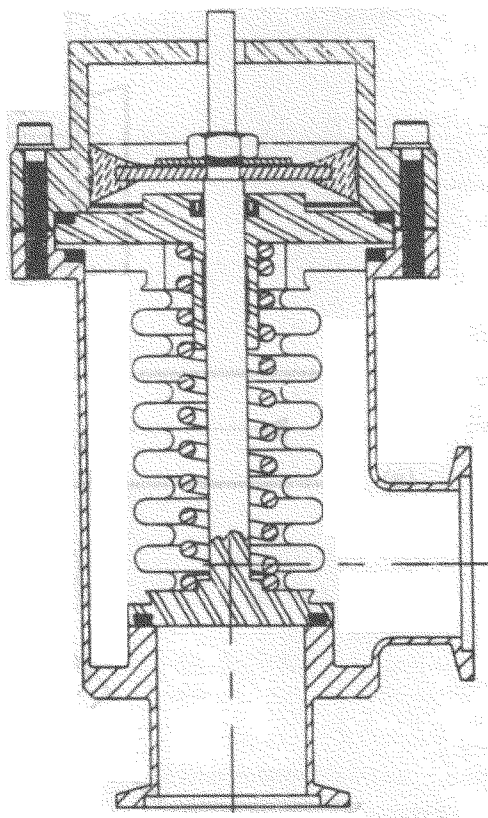
В большей части вакуумного оборудования используются клапаны для изоляции насоса, управления потоком газа или напуска газа. При выборе вакуумных клапанов учитываются несколько факторов: предназначен ли клапан для отсечки или для управления, тип клапана, диапазон давления, в пределах которого должен использоваться клапан, как он должен приводиться в действие и материалы уплотнения. Могут также иметь значение совместимость конструкционных материалов, находящихся под действием процесса, или способность рабочего механизма выдерживать открытие и воздействие перепада давления.

4.1.2. Вакуумные тарельчатые клапаны и затворы

Вакуумные клапаны и затворы, предназначенные для изоляции участков вакуумной системы, полностью герметизируют окно клапана и, как правило, используются только в открытом или закрытом виде. В большинстве клапанов подвижный диск, содержащий уплотнительный элемент, прижимается к поверхности в корпусе клапана, чтобы отсечь поток газа. Уплотнительный элемент может быть изготовлен из полимера либо металла. Двумя распространенными видами вакуумных клапанов являются тарельчатые клапаны и затворы. Тарельчатый клапан показан схематически на рис. 1. В этом клапане уплотнительный диск или наконечник присоединен к штоку, который движется перпендикулярно уплотняющей поверхности. Закрытие и герметизация производятся путем насаживания наконечника на седло клапана. Для того чтобы открыть клапан, шток поднимается, оттягивая наконечник от седла. Тарельчатые клапаны устанавливают в трубопроводах с прямоугольным или рядным расположением окон. В некоторых рядных конструкциях клапанов газ движется по прямой и сквозной траектории (проходные клапаны), в то время как внутри других клапанов предусмотрено несколько колен (угловые клапаны). На рис. 2 показаны различные траектории движения газа.

Вакуумный затвор схематично показан на рис. 3. Здесь окна являются рядными, уплотнительный диск представляет собой часть затвора или каретки в сборе, которая вдвигается и выдвигается с траектории газового потока. Для выполнения герметизации, когда затвор нахо-

Рис. 1. Пневматический угловой тарельчатый клапан с полимерной уплотнительной парой. В нем используется сильфон для передачи движения, пружина внутри сильфона, концентричная со штоком, закрывает клапан, когда падает давление в пневматическом цилиндре (источник: HPS Division of MKS Instruments, Inc.)



дится между окнами, обычно предусматривается средство расширения для прижима уплотнительного диска к уплотнительной зоне, центрированной с одним из окон.

В большинстве тарельчатых клапанов шток обеспечивает фиксацию и направление накопника. Это также справедливо в некоторых затворах меньшего размера, но по мере того, как размер окна затвора увеличивается, это становится нецелесообразным. Вместо этого затвор в сборе обычно направляется корпусом.

Стандартные тарельчатые клапаны изготавливают с размерами окна от 0,25 до 10 дюймов (от 6,35 до 254 см). Затворы с размерами окна от 0,625 до 20 дюймов (от 16 до 51 см) найти легко, но в основном производят клапаны обоих типов большего размера. Затворы с прямоугольными окнами, иногда называемые *разрезными клапанами*, используют для манипуляций с полупроводниковыми пластинами при изготовлении полупроводников или другими плоскими заготовками, обрабатываемыми в вакууме.

Затворы, в которых используется расширение, имеют больше подвижных частей и являются более сложными по сравнению с тарельчатыми клапанами, поскольку уплотнительный диск должен перемещаться в двух направлениях. Другим недостатком вакуумных затворов является более высокая стоимость, чем у тарельчатых клапанов. Кроме того, расширение затвора может создавать механический треск, неприемлемый в некоторых видах применения. Затворы без расширения характеризуются меньшим треском при закрытии. Преимущества вакуумных затворов включают относительно тонкие корпуса, большую проводимость в откры-

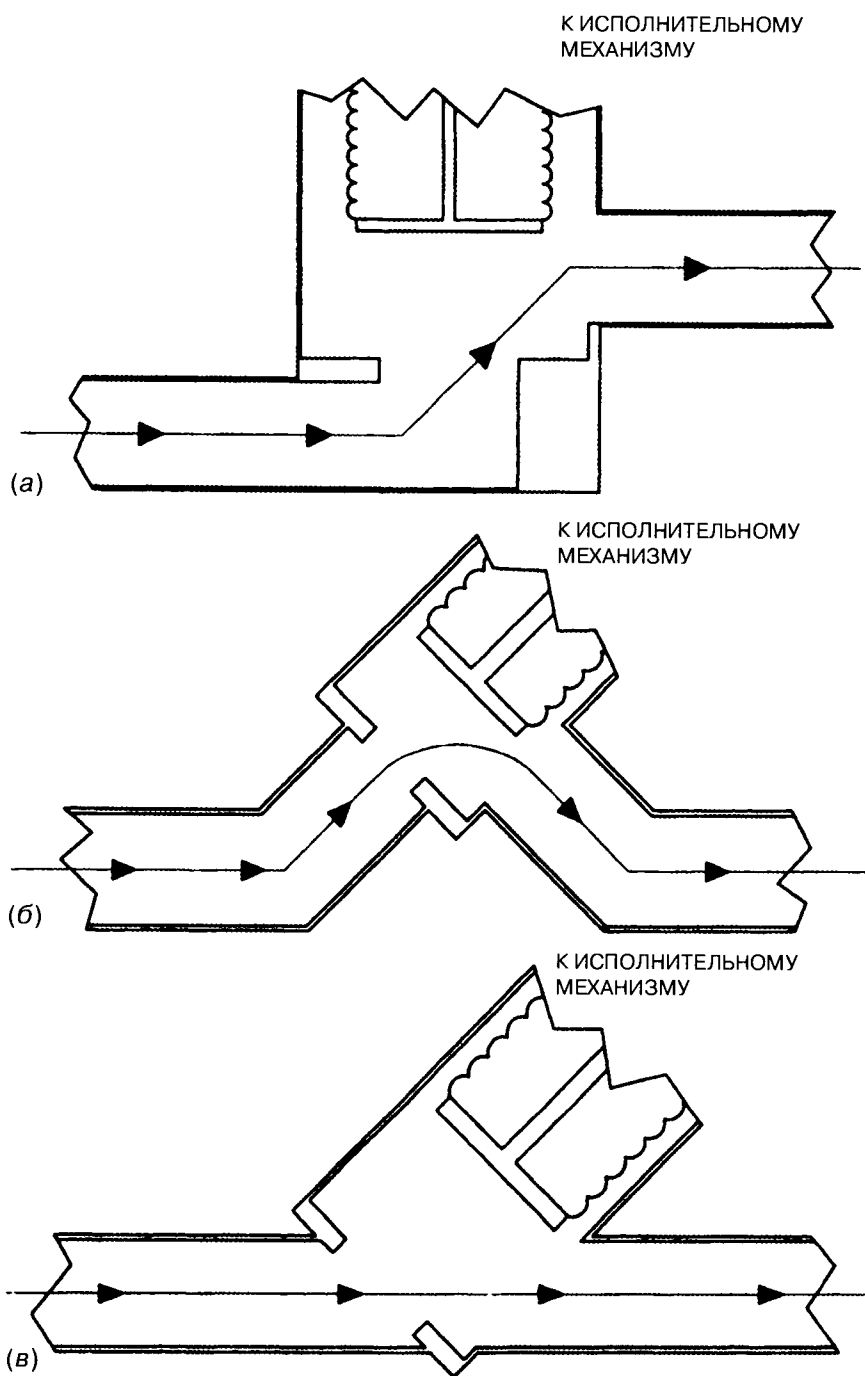


Рис. 2. Траектории движения газового потока при работе вакуумного клапана: *a* — окна с рядным расположением и смещением трубы; *б* — окна с угловым расположением; *в* — проходной корпус клапана (используется для перемещения газа в вакуумных системах и оптических видах применения)

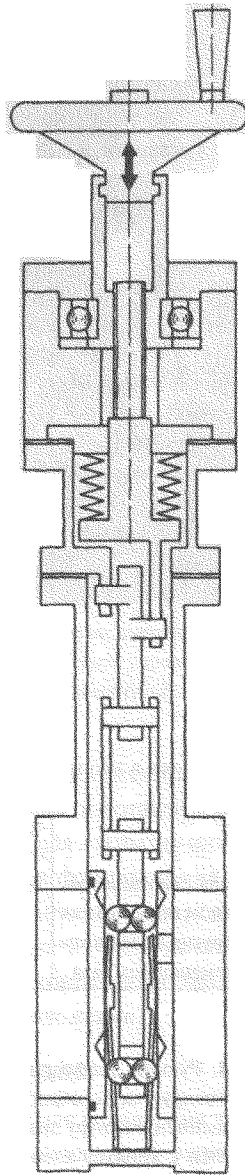


Рис. 3. Ручной вакуумный затвор с полимерным наконечником и металлическим уплотнением. Во время приведения в действие корпус герметизируется с помощью сильфона (VATLOCK mechanism, U.S.; источник: VAT Vacuumventile AG, Haag/Switzerland)

том состоянии и траекторию оптически прямого сквозного потока. Некоторые механизмы расширения механически запираются в закрытом положении, позволяя затвору оставаться закрытым и герметичным в случае отказа питания или сжатого воздуха. Преимущества и недостатки вакуумных тарельчатых клапанов и затворов приведены в табл. 1.

Иногда в вакуумных системах используются диафрагменные клапаны (рис. 4) и клапаны-бабочки (рис. 5). В диафрагменном клапане диафрагма прижимается по кромке, а шток при-

Таблица 1. Сравнительная характеристика вакуумных тарельчатых клапанов и затворов

Тип клапана	Достоинства	Недостатки
Тарельчатый клапан	<p>Простой механизм приведения в действие</p> <p>Небольшое количество движущихся частей внутри вакуумной системы</p> <p>Возможно проходное исполнение</p> <p>Более низкая стоимость</p> <p>Большинство конструкций допускает открытие с перепадом давления</p> <p>Закрываемый пружиной (открытый) тип автоматически закрывается (открывается) при отключении питания</p> <p>Некоторые клапаны включают функцию байпасного пуска</p>	<p>Корпус клапана может быть громоздким, в особенности для больших размеров окна</p> <p>Более низкая проводимость, чем у шибберного клапана</p> <p>Траектория газа в клапанах с проходным исполнением не может быть прямой и сквозной</p>
Затвор	<p>Тонкий корпус</p> <p>Хорошая проводимость</p> <p>Многие конструкции запираются в закрытом положении</p> <p>Короткая оптически прямая сквозная траектория движения газа для использования в загрузочных шлюзах и других видах применения, связанных с перемещением газа</p>	<p>Некоторые конструкции не допускают открытия против перепада давления</p> <p>Механизм управления, как правило, является более сложным с большим количеством движущихся деталей внутри вакуумной системы</p> <p>Конструкции с механизмами расширения и задвижек могут создавать неприемлемый треск или загрязнение посторонними частями</p> <p>Более высокая стоимость</p>

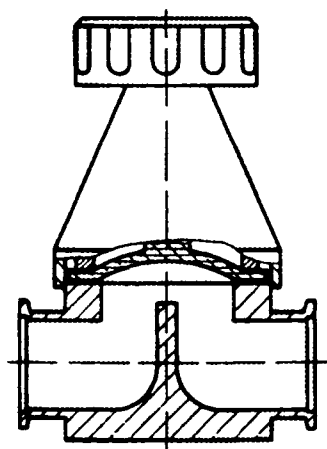


Рис. 4. Ручной диафрагменный клапан. Диафрагма зажимается и герметизируется по периферии между корпусом и крышкой. Шток присоединен к центру диафрагмы. Для отсечки газа диафрагма прижимается к корпусу клапана, изолируя входное и выходное отверстия (источник: VAT Vacuumventile AG, Haag/Switzerland)

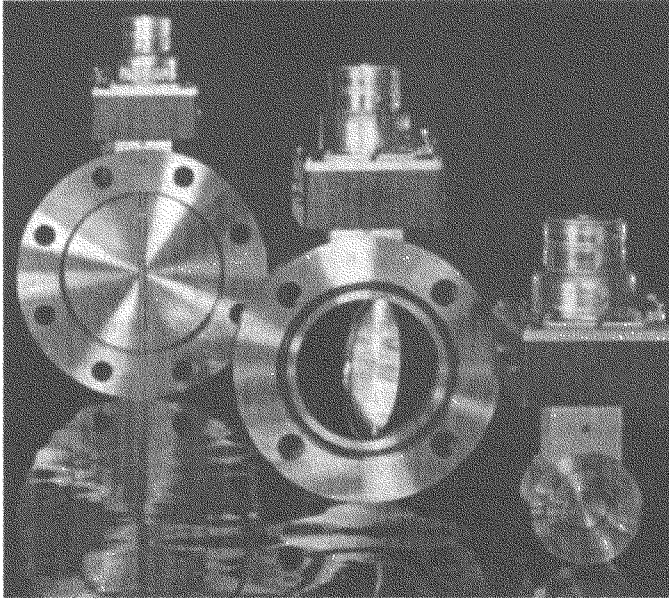


Рис. 5. Клапан-бабочка в частично открытом состоянии. Клапан приводится в действие с помощью шагового двигателя для прецизионного управления задвижкой. Эта конструкция используется для управления давлением замкнутого контура (источник: HPS Division of MKS Instruments, Inc.)

креплен к ее центру. Диафрагма часто изготавливается из полимера и для герметизации прижимается к корпусу клапана. Эти клапаны изготавливают для вакуумных систем с размерами портов до 50 см. В клапанах-бабочках для открытия или закрытия траектории газового потока поворачивается круглая задвижка. Для формирования уплотнения в закрытом состоянии на периферии задвижки установлено уплотнительное кольцо. Зади́р или скручивание уплотнительного кольца может нарушить герметичность уплотнения. Для преодоления этой проблемы в некоторых клапанах-бабочках в конце своего вращения уплотнительный диск кулачком устанавливается в соответствующее положение.

4.1.3. Контрольные клапаны

Клапаны могут также использоваться для управления давлением в вакуумной системе. Существует два типа контрольных клапанов: клапаны, регулирующие впуск газа, и клапаны, контролирующие откачку или удаление газа из системы. Их также называют клапанами, работающими *в направлении и против направления потока газа*. Некоторые контрольные клапаны для управления обеспечивают отсечку газа, хотя использовать их для этой задачи было бы неправильно.

Клапаны для впуска газа часто называются *напускными* или *дозировочными* клапанами. Один распространенный тип — это игольчатый клапан, в котором коническая игла перемещается в отверстие для изменения потока газа. Другой тип походит на тарельчатый или диафрагменный клапан, но в уплотнении наконечника используются твердые материалы, в частности такие, как коррозионностойкая сталь, сминающие мягкий металл уплотнителя. Полимеры применяют редко, поскольку ползучесть полимера вызывает большие изменения проводимости.

Механическая редукция часто используется в приводах этих клапанов для получения микро-движения наконечника, необходимого для точного управления потоком газа. Дозирующие клапаны, или клапаны впуска газа, открываются медленно и часто имеют всего лишь небольшую проводимость в состоянии полного открытия. Также существуют пьезоэлектрические напускные клапаны. У них нет механических тяг, и требуется только входное напряжение в качестве сигнала управления. Время срабатывания, как правило, составляет несколько миллисекунд.

Напускные клапаны очень чувствительны к загрязнению. Контролируемые газы должны быть сухими, в противном случае могут образоваться «жидкие уплотнения». Жидкое уплотнение имеет место, когда адсорбированный материал образует уплотнение между наконечником клапана и седлом. Затем, когда наконечник отводится назад, проводимость через клапан отсутствует до тех пор, пока жидкость не будет всосана назад, разрушив уплотнение. В результате этого происходит внезапное открытие при отсутствии всякого контроля. Из-за больших перемещений и используемых отверстий напускные клапаны подвержены повреждениям абразивными частицами. Вакуумный фильтр, изготовленный из металлокерамики и установленный на подающей стороне клапана, может предотвращать попадание осколков в клапан.

Контрольные клапаны, установленные по направлению потока, или дроссельные клапаны, обычно размещают рядом с высоковакуумным насосом для регулирования потока газа в насос. В этих случаях часто применяют клапаны-бабочки, потому что угол задвижки можно варьировать для регулировки потока. При использовании для контроля потока задвижка может не иметь уплотнения для полной отсечки. Если в задвижке используется уплотнительное кольцо, управление может быть затруднено по мере того, как начинает перемещаться лопасть. В других клапанах, установленных по направлению потока, происходит перемещение задвижек через окно для варьирования размера отверстия клапана и проводимости. Клапан этого типа показан на рис. 6. Преимущество этого клапана заключается в том, что задвижки не выступают за корпус, сводя до минимума необходимость в зазоре в смежных компонентах. Для контроля также используются тарельчатые клапаны и затворы специальных конструкций.

4.1.4. Конструкция вакуумных клапанов

Клапаны значительно различаются по способу приведения в действие, по средству передачи движения, приводящего их в действие, виду корпуса и используемым материалам уплотнения. После того, как выбран тип клапана, следует изучить эти моменты.

4.1.4.1. Уплотнение приводного механизма

Уплотнение для передачи движения от привода обычно представляет собой либо уплотнительное кольцо, либо металлический сальфон. В диафрагменных клапанах диафрагма служит в качестве уплотнения между внутренней частью клапана и приводным механизмом. Когда для герметизации линейного движения используется уплотнительное кольцо, шток перемещается через уплотнительное кольцо при открытии или закрытии клапана. Хотя идея скользящих уплотнений проста, надежные скользящие уплотнения изготовить или обеспечить достаточно трудно, и они не подходят для эксплуатации при давлениях ниже 10^{-6} мм рт. ст. Уплотнительные кольца, используемые для поворотного движения, являются более эффективными, чем уплотнительные кольца для линейного движения. И в том и в другом случае уплотнительное кольцо будет повреждаться очень быстро, если шток или вращающийся вал не имеет по-

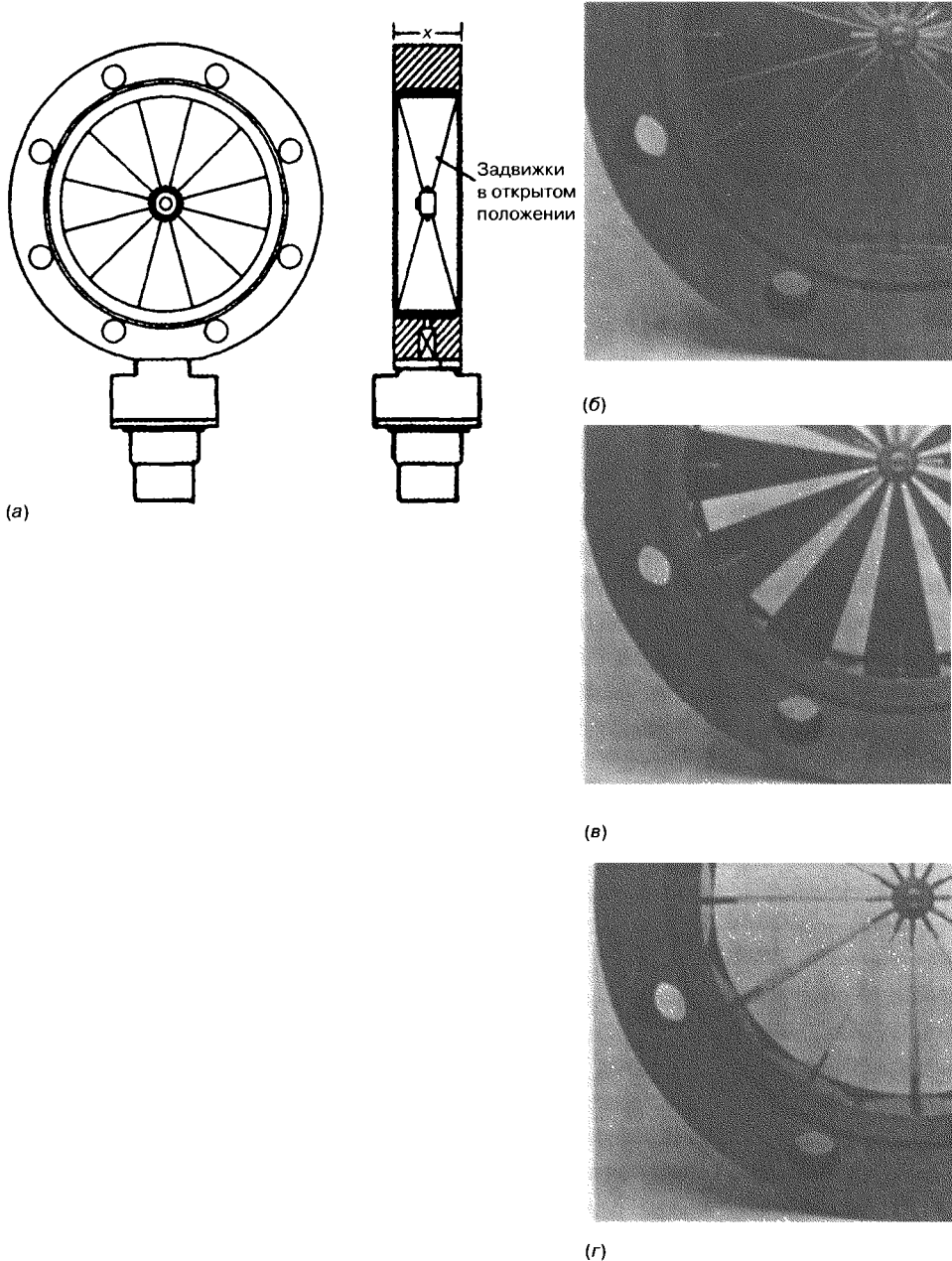


Рис. 6. Контрольный клапан с несколькими задвижками: *а* — схема клапана; *б–г* — три положения задвижек. Плоские задвижки установлены на радиальных окнах клапана. Механизм внутри корпуса одновременно поворачивает задвижки, изменяя проводимость клапана. Привод клапана осуществляется от шагового двигателя (источник: MKS Instruments, Inc.)

лированной поверхности либо отсутствует смазка штока. Консистентная смазка в смазанном скользящем уплотнении может стать загрязняющим веществом; она по меньшей мере будет «впускать» газ каждый раз при закрытии клапана. Также первоначальное перемещение штока

или вала может вызывать мгновенную утечку через уплотнительное кольцо, создавая выброс газа. В уплотнениях из эластомера, которые минимизируют эти проблемы, используются два или три уплотнительных кольца, соединенных последовательно, возможно, с откачкой области между уплотнительными кольцами. Кроме того, обеспечивается резервуар для поддержания смазки.

В приводных механизмах, в которых решены проблемы скользящего уплотнительного кольца, используется металлический сальфон, как показано на рис. 1. Один конец сальфона прикреплен к корпусу клапана, а второй присоединен к штоку. Клапаны с уплотнениями-сальфонами могут иметь более высокую первоначальную цену, но их вакуумная эффективность лучше. Многие подходят для использования в режиме сверхвысокого вакуума. После значительного использования сальфон может ломаться, но имеются клапаны с ресурсом свыше 500 000 циклов.

Сальфоны, используемые в клапанах, производят либо формованного типа, либо так называемого сварного и вложенного типов. Сварные сальфоны производятся поочередным свариванием вместе тонких колец по их внутреннему и внешнему диаметру. Витки в формованном сальфоне изготавливаются посредством методов прокатки и других методов формовки на отрезках тонкостенной металлической трубы. Сварные сальфоны являются более дорогими по сравнению с формованными. Также в сжатом сварном сальфоне имеется очень небольшое пространство между смежными витками. В случае формованного сальфона пространство остается между смежными витками в сжатом состоянии. Это представляет собой преимущество в системах, где образуются частицы, поскольку формованные сальфоны характеризуются меньшей вероятностью быть поврежденными. Клапаны со сварными сальфонами часто являются более компактными, поскольку сварные сальфоны для данного хода короче формованных сальфонов для того же хода.

4.1.4.2. Виды приводов

Клапаны могут открываться и закрываться вручную, с помощью пневматического цилиндра или электромагнитного двигателя. Тип привода не зависит от используемого уплотнения штока.

Ручной привод обычно является самым простым и наименее дорогим. Часто используется винтовая схема для создания линейного движения штока клапана. В другой форме ручного привода, встречающейся на более маленьких клапанах, используется рычаг коленчатопрычажного механизма и тяга, соединенная со штоком.

Ручной привод является нецелесообразным для клапанов, выполняющих частые циклы, или для клапанов, управляемых дистанционно: в этих случаях используется пневматический или электромагнитный привод. В случае пневматического привода пневматический цилиндр встроен в клапан, при этом поршень подсоединяется напрямую к штоку. Силы, обеспечиваемые пневматическим механизмом, определяют, при каком давлении клапан может создать надежную герметизацию. Цилиндр может быть двойного действия, когда клапан и открывается, и закрывается посредством давления воздуха в зависимости от того, с какой стороны находится поршень. Также используются цилиндры одностороннего действия, когда сжатый воздух либо открывает, либо закрывает клапан. Затем для перемещения клапана в противоположном направлении используется пружина. Клапаны с сочетанием пневматики/пружины обладают преимуществом, заключающимся в том, что в случае отказа питания или сжатого

воздуха клапан переходит в известное состояние. Открытое или закрытое состояние зависит от конструкции.

Соленоидный контрольный клапан используется для регулировки воздуха, идущего в пневматический цилиндр исполнительного механизма. В некоторых вариантах установок каждый клапан может иметь свой собственный соленоид, в то время как в других несколько клапанов могут управляться от одного и того же соленоида. Для критических видов применения в чистых вакуумных камерах соленоид или пневматический цилиндр вентилируется в «грязную» зону для минимизации загрязнения. Когда пользователь обеспечивает пневматическое управление, необходимо, чтобы спецификации соленоидного контрольного клапана соответствовали требованиям источника воздуха вакуумного клапана, в противном случае это будет отрицательно отражаться на эксплуатации.

В случае клапанов с металлической герметизацией ручной привод имеет преимущества. Пневматические приводные механизмы имеют тенденцию быть большими и дорогими из-за необходимости в более высоких уплотняющих усилиях. В случае использования многих клапанов с металлическим уплотнением иногда необходимо повторно формовать уплотнение. Это делается путем прижимания друг к другу мягкого и твердого элементов уплотнения посредством усилия, превышающего ранее использованное усилие уплотнения. Эта методика выполняется легче в случае ручного исполнительного механизма, в особенности когда на исполнительном механизме клапана используется динамометрический ключ.

Когда используется электромагнитный привод с помощью двигателя, винт или рейка преобразуют вращательное движение двигателя в линейное. В случае клапанов-бабочек редукторный двигатель может связываться напрямую с несущим лопасть валом. Преимуществом управления с помощью двигателя является то, что на клапан необходимо подавать только электрическое питание. Недостатком может быть то, что в случае отключения питания клапан не будет переходить в нужное состояние.

Дистанционно приводимые в действие контрольные клапаны часто имеют привод от шагового двигателя. Вместе с контроллером клапана редукторные шаговые двигатели могут перемещать механизм клапана на очень небольшие и прецизионно регулируемые значения. Некоторые клапаны с ручным приводом могут использоваться для управления, однако простота контроля в значительной мере зависит от конструкции клапана. На большинстве дистанционно управляемых клапанов имеются конечные выключатели. Эти выключатели обеспечивают индикацию того, что шток клапана находится на одном или другом пределе своего хода, а также могут использоваться для того, чтобы сообщить о выполнении клапаном команды открытия или закрытия.

4.1.4.3. Внутренние уплотнения клапанов

Клапаны, обеспечивающие отсечку газа, имеют либо металлическое, либо полимерное уплотнение между диском и корпусом. Полимеры стоят дешево, но могут повреждаться в результате процесса, обладают более высокими просачиваемостью и газовыделением, могут быть источником частиц и обычно не подходят для условий сверхвысокого вакуума. Пределы температуры термической обработки клапанов обычно определяются используемыми полимерами — либо в вакууме, либо для пневматических уплотнений исполнительного механизма. Клапаны с металлическим уплотнением часто имеют более высокие температуры термической обработки, но некоторые из этих клапанов не могут подвергаться термической обработке

в закрытом положении. Более полное рассмотрение и сравнение уплотнительных материалов дано в подразделе 4.6.

Уплотнительные кольца, используемые в качестве уплотнений затворов или наконечников, должны быть соответствующим образом закреплены, в противном случае они могут выпасть из своей канавки во время эксплуатации. Соответствующие канавки уплотнительных колец имеют трапециевидальное сечение и вентилируются. Полимерные уплотнительные материалы могут также приклеиваться прямо к пластине клапана. Клапаны с металлическими уплотнениями затвора или наконечника являются более дорогими, поскольку механизм работы более сложный, и на уплотнительных поверхностях требуется лучшее качество обработки поверхности. Число закрытий, которое может быть получено с помощью металлических уплотнений пластины, зависит от вида применения и аккуратности ухода за клапаном во время его использования. Металлические уплотнения более подвержены повреждению частицами, чем полимерные уплотнения.

Многие клапаны имеют съемное уплотнение корпуса, которое часто называется уплотнением крышки, что позволяет снимать компоненты в вакууме для очистки и сервисного обслуживания. Уплотнение крышки может быть уплотнительным кольцом или другим фасонным эластомером либо металлическим уплотнением. На некоторых клапанах металлические и полимерные уплотнения могут использоваться взаимозаменяемо. Клапаны для сверхвысокого вакуума могут предусматривать устранение уплотнения корпуса в результате использования цельносварной конструкции для корпуса.

Во многих клапанах используется металлическое уплотнение в качестве уплотнения крышки и полимер в качестве уплотнения диска. Это обеспечивает преимущества металлического уплотнения для стабильного уплотнения корпуса без увеличения стоимости и сложности уплотнительного механизма для металлического уплотнения пластины. При такой схеме полимер погружен в вакуум. Как объясняется в подразделе 4.6, уплотнительное кольцо в вакууме гораздо в меньшей степени представляет собой источник газа, чем уплотнительное кольцо, находящееся под действием атмосферы.

4.1.4.4. Фланцы, трубчатые конструкции и проводимость клапана

Если клапан крепится с помощью фланцев, его можно снимать для сервисного обслуживания или модернизации системы. Системы фланцев описаны в подразделе 4.2. В некоторых случаях клапаны устанавливаются постоянно посредством сварки или найки к трубопроводу системы.

Проводимость клапана и любого связанного с ним трубопровода должна учитываться в конструкции системы. Формулы и всестороннее рассмотрение расчетов проводимости можно найти у Рота [1] или Бермана [2]. В литературе не содержится большого количества работ по проводимости клапанов. Проводимости клапанов-бабочек были рассчитаны и измерены Гуммером, Хальтером и Гресслем [3].

Значения проводимости углового клапана часто принимаются «аналогичными проводимости колена того же номинального размера». Штайнберц привел несколько замеренных значений проводимости нескольких размеров угловых клапанов [4]. Эти значения приведены в табл. 2. Эти данные показывают, как проводимость компонента зависит от режима давление—поток. Розанов, Щенев и Акимов [5] рассчитали значения проводимости угловых клапанов с помощью методов Монте-Карло. Они также смоделировали эти клапаны в виде серии трубок,

Таблица 2. Зависимость проводимости угловых клапанов от давления

Размеры углового клапана (дюймы (мм))		Проводимость (л/с)			
Диаметр входного отверстия	Осевая длина	При 10 ⁻³ мм рт. ст.	При 10 ⁻² мм рт. ст.	При 10 ⁻¹ мм рт. ст.	При 1 мм рт. ст.
1,26 (32)	5,39(137)	14	27	100	500
1,97 (50)	6,10(155)	26	47	170	1000
2,56(65)	7,28(185)	50	160	850	4500
3,94(100)	9,25(235)	90	340	—	20 000

Источник: Stegner H. A. Handbook of High Vacuum Engineering (Reqnhold, New York, 1963).

отверстий и перегородок. Реальные клапаны затем были экспериментально испытаны, и была установлена хорошая согласованность двух моделей. Эта работа показала, что зазор вокруг сильфона имеет значение для высокой проводимости. В более позднее время Хабланиан, Нуши и Пфлани измерили проводимость угловых клапанов, в которых размеры корпуса были оптимизированы для получения высокой проводимости [6]. Они также установили, что зазор между корпусом и сильфоном оказывает большее воздействие на проводимость, чем отверстие клапана. В клапане, где наконечник не задевал боковое окно, проводимость не увеличивалась на протяжении последних 20% хода открытия клапана. Розанов и его коллеги также отметили, что после определенного открытия клапана проводимость значительно не увеличивалась. Преимущество конструкций с коротким ходом заключается в том, что значительно увеличивается срок службы сильфона. Хабланиан и его коллеги исследовали клапан без сильфона с электрическим приводом и пришли к выводу, что его проводимость составляет приблизительно 90% проводимости колена такого же номинального размера.

4.1.5. Специальные клапаны

Некоторые вакуумные клапаны предназначены для конкретных видов применения. Например, может возникнуть необходимость медленного форвакуумирования технологической камеры для уменьшения повреждения хрупких элементов, таких как полупроводниковые пластины, или уменьшения содержания частиц. Существуют простые затворы, автоматически выполняющие эту функцию и показанные на рис. 7. Они устанавливаются во фланцевый стык форвакуумной линии, и движение газа в начале откачки вызывает закрытие задвижки. Как только поток газа уменьшится, затвор автоматически открывается под действием пружины для обеспечения большей проводимости.

Также существуют тарельчатые клапаны, включающие эту функцию мягкого запуска. На рис. 8 показаны траектории потока в этих клапанах. Первоначальное форвакуумирование осуществляется через байпас с небольшим отверстием, а наконечник открывается позднее при откачке. Такие клапаны иногда называются *двухступенчатыми клапанами*. Байпас содержит небольшой тарельчатый механизм, обеспечивающий отсечку, и может интегрироваться с корпусом. В некоторых случаях характеристики откачки могут варьироваться для того, чтобы соответствовать конкретному виду применения и системе путем регулирования небольшого тарельчатого механизма.

Другой специализированный вакуумный клапан предназначен для обеспечения изоляции и вентилирования механических насосов в случае отказа питания. Это помогает поддер-

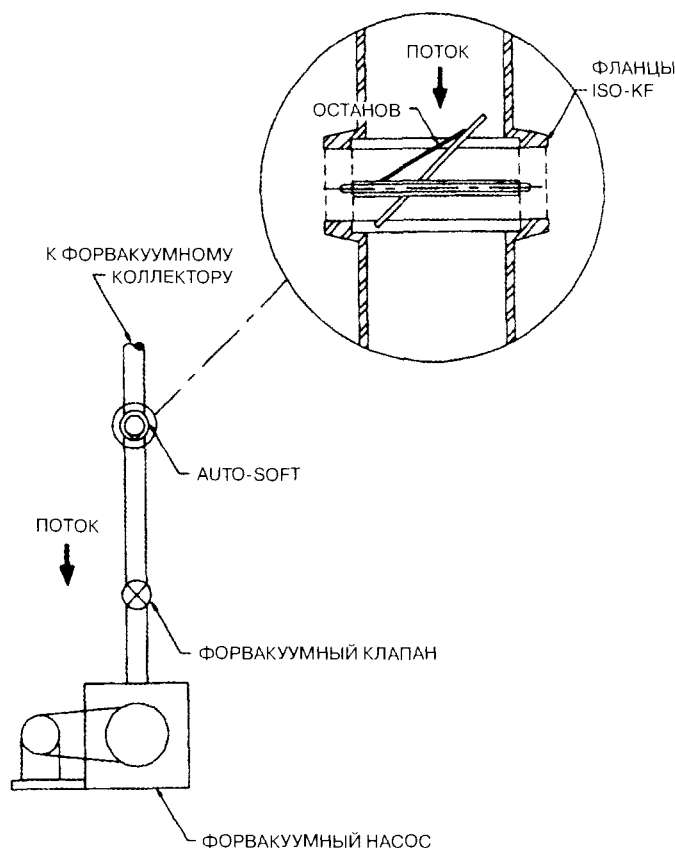


Рис. 7. Автоматический клапан для мягкого запуска форвакуумного насоса с целью сокращения турбулентности во время откачки системы. При установке в вакуумную линию первоначальный газовый поток закрывает клапан, и откачка продолжается по периферии задвижки. Когда поток уменьшится, клапан открывается под действием пружины для обеспечения большей проводимости (источник: HPS Division of MKS Instruments, Inc. Auto-soft — это зарегистрированная торговая марка HPS Division of MKS Instruments, Inc.)

живать вакуум в системе и предотвращает загрязнение системы маслом, идущим назад от насоса. Использование этого клапана показано на рис. 9. Клапан установлен рядом с впуском насоса, и его соленоид управления подсоединен параллельно с двигателем насоса. Когда отключается питание, клапан очень быстро закрывается, изолируя систему от насоса. Сторона клапана, на которой находится насос, автоматически вентилируется для предотвращения обратного хода масла и для более легкого перезапуска насоса. После восстановления питания клапан не открывается до тех пор, пока не будет откачана сторона насоса, минимизируя тем самым любой всплеск давления в системе при открытии. Важно, чтобы клапан был установлен с соответствующей ориентацией потока, поэтому именно сторона насоса, а не сторона системы вентилируется при закрытии.

Для некоторых видов применения может требоваться модернизированный клапан или клапан по специальному заказу. Широко распространенными видами модернизации стандартного клапана являются добавление окон для откачки или установка датчика. Для достижения низкой магнитной проницаемости или увеличения химической устойчивости могут использоваться специальные материалы. Шибберные клапаны могут модернизироваться путем включения в шиббер оптических окон или водоохлаждаемых шибберов для металлургических процессов. Клапаны для ядерных ускорителей могут быть очень специализированными, обеспечивая экранирование радиочастоты полости корпуса или время закрытия порядка нескольких миллисекунд для защиты оборудования.

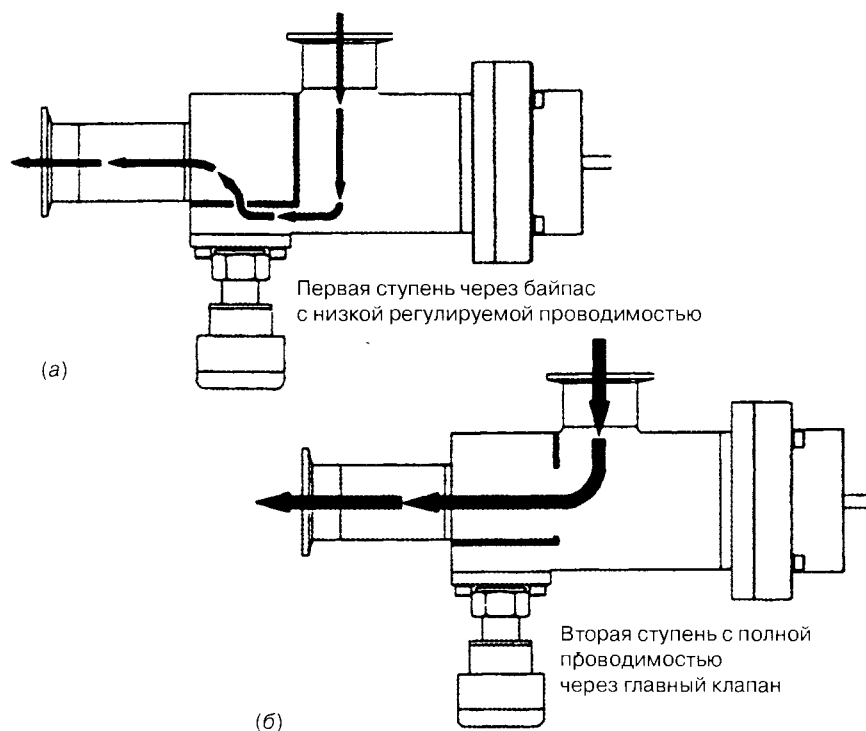


Рис. 8. Тарельчатый клапан с байпасом для мягкого запуска: *а* — первоначальное форвакуумирование через байпас; *б* — открытие главного тарельчатого клапана после предварительного форвакуумирования для увеличения проводимости (источник: HPS Division of MKS Instruments, Inc.)

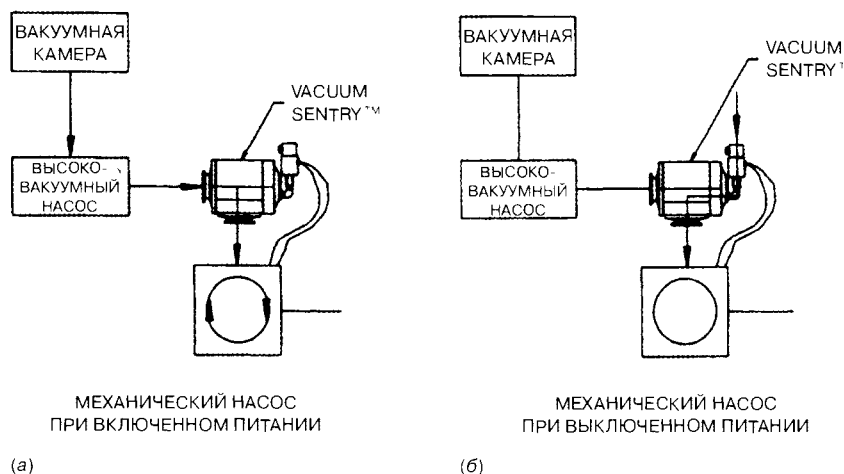


Рис. 9. Клапан для автоматической изоляции системы и вентилирования насоса при отключении питания: *а* — нормальная работа при включенном питании; *б* — отключение питания насоса и соленоидного клапана. Под действием атмосферного давления клапан закрывается, изолировав систему и произведя вентилиацию механического насоса (источник: HPS Division of MKS Instruments, Inc. Vacuum Sentry — это зарегистрированная торговая марка HPS Division of MKS Instruments, Inc.)

В табл. 3 даны основные характеристики широко распространенных типов клапанов, которые рассматривались в данном подразделе.

Таблица 3. Основные характеристики и виды эксплуатации вакуумных клапанов¹

Тип клапана	Вид эксплуатации	Особенности/комментарии
Тарельчатый	Отсечка/изоляция	Обычно недорогой и надежный; производится с металлическими уплотнениями для высоковакуумных видов применения, а также в проходном исполнении. может использоваться для контроля и отсечки потока
Затвор	Отсечка/изоляция	Тонкий корпус, рядное расположение окон, выпускается с полимерным или металлическим уплотнениями
Диафрагменный	Отсечка/изоляция	Низкая стоимость, производится только с размером окон менее 50 мм; диафрагмы часто изготовлены из полимеров. В мелких клапанах для транспортировки газа используются металлические уплотнения
Бабочка	Отсечка или контроль	Низкая стоимость клапанов с ручным приводом, клапаны с электромагнитным приводом подходят для управления давлением замкнутого контура
Напускной	Контроль давления	Для контроля давления по направлению потока; часто с электромагнитным приводом
Натекатель	Впуск воздуха	Для контролируемого впуска малых количеств газа в вакуумные системы; многие конструкции могут обеспечивать отсечку подачи газа
Аварийный для защиты насоса		Изолирует вакуумную систему и автоматически вентилирует насос в случае отключения питания
С байпасом для мягкого запуска	Мягкая откачка	Замедляет первоначальную откачку камеры для сокращения количества частиц. Это может быть единственной функцией клапана, или клапан может встраиваться в другой клапан

4.1.6. Правила установки клапанов

Местоположение клапана в вакуумной системе должно быть тщательно рассчитано. Перепады давления на клапане или нагрузка из-за атмосферного давления могут помешать герметизации или открытию клапана и сократить его срок службы. Местоположение и ориентацию клапана следует выбирать так, чтобы свести до минимума образование или захват загрязнений. Небольшое загрязнение может помешать герметизации, а сильное загрязнение — работе механизма клапана. Некоторые клапаны комплектуются нагревательными оболочками, способствующими предотвращению конденсации технологических продуктов. Следует также проявлять осторожность, для того чтобы клапан не подвергался действию температур выше тех, которые рекомендованы производителем. Излишняя температура может вызвать разложение полимерных уплотнений или других деталей, а также заклинивание механизма. Если в системе могут быть незакрепленные предметы, клапан должен ориентироваться таким образом, чтобы эти предметы не попали в клапан. Местоположение клапана должно также предусматривать достаточное пространство для сервисного доступа, включая снятие рабочего механизма.

¹ В российской вакуумной технике принята другая классификация вакуумных клапанов, см. ГОСТ 5197—85.

Следует проявлять осторожность и следить за тем, чтобы во время установки клапаны не были повреждены. Следует защищать поверхности уплотнений на фланцах. Корпуса клапанов разрушаются, если пользоваться слишком длинными во фланцах болтами с резьбовыми отверстиями под болты. Любой клапан может быть поврежден при концентрации напряжений, хотя в большей степени этому подвержены затворы. Широко распространенным источником напряжений являются длинные участки трубопровода или другие тяжелые предметы, прикрепленные к корпусу клапана. Для того чтобы предотвратить повреждение, должен предусматриваться механизм снятия напряжений.

Наконец, следует выполнять рекомендации производителя по техническому обслуживанию. Это особенно актуально для клапанов с металлическим уплотнением и других клапанов, подвергаемых термической обработке, высокой температуре или непрерывному использованию, где привод или рабочий механизм могут требовать периодической смазки.

Литература

1. A. Roth. Vacuum Technology, 2nd ed (Elsevier Science, Amsterdam, 1982).
2. A. Berman. Vacuum Engineering Calculations, Formulas and Solved Exercises (Academic Press, San Diego, 1992).
3. G. Hummer, G. Halter, and M. Gross. Vacuum, 41 (1990) 2126.
4. H. A. Steinherz. Handbook of High Vacuum Engineering (Reinhold, New York, 1963), p. 21.
5. L. N. Rozanov, V. V. Shchenev, and Yu. D. Akimov. Sov. Phys. Tech. Phys., 22(10) (1977) 1249 Originally published in Zh. Tekh. Fiz., 47 (October 1977) 2151—2156.
6. M. H. Hablani, F. J. Nuzzi, and T. L. Pflanz. J. Vac. Sci. Technol. A9(3) (1991) 2062.

4.2. Фланцы и вакуумная арматура

Нил Т. Пикок

HPS Division of MKS Instruments, Inc.

4.2.1. Введение

Съемные фланцы позволяют легко и быстро конструировать и собирать сложные вакуумные системы. До начала 1960-х годов для создания вакуумной системы требовался квалифицированный персонал. Меньшие по размеру лабораторные системы часто изготовлялись из стекла, а для конструирования или модификации требовался стеклодув. Большие по размеру системы обычно собирались посредством пайки медных фитингов трубопровода и адаптации других элементов к применению для вакуумных целей. Было трудно получить чистые, надежные, легко модернизируемые и герметичные вакуумные системы. Стандартизированные фланцы и элементы с фланцами, предназначенные для вакуумного назначения, устранили многие из этих проблем.

Многие фланцы являются частью «системы», вместе с элементами типа троиников и крестообразных патрубков образующие модульные «строительные блоки». Это позволяет легко модернизировать или заменять элементы. При системной концепции элементы можно быстро собирать для конкретного эксперимента, затем разбирать и вторично использовать в другой схеме. Когда эти фланцы и элементы изготовлены по международным или отраслевым стандартам, детали из различных источников или различных производителей могут легко взаимно заменяться.

В некоторых видах применения и установках съёмные стыки являются нежелательными. Примерами может быть транспортировка опасных газов или материалов, которые повреждают стык или его уплотнение. В этих случаях элементы обычно свариваются или припаиваются друг к другу.

4.2.2. Выбор системы фланцев

При выборе системы фланцев следует иметь в виду многие факторы. Первый заключается в том, должен ли стык иметь металлическое уплотнение или приемлемым является эластомер. Металлические и полимерные уплотнительные материалы описаны в подразделе 4.6. Следующим фактором является материал для фланца. Как правило, камера, фланцы и элементы системы изготавливаются из одного и того же материала. Фланцевые пары разнородных металлов следует избегать на термически обрабатываемых системах, потому что различия в скоростях теплового расширения могут вызывать течи. Также материал должен подходить для метода крепления. При пайке материал должен быть совместим с припоем. Сварка является, как правило, целесообразной, когда фланец и элемент представляют собой один и тот же свариваемый сплав. Для фланцев из нержавеющей стали такие параметры, как ферритное число свариваемых металлов влияет на свариваемость [1—3].

Среди прочих соображений, определяющих выбор фланца, можно привести диапазон давления с любыми требованиями по избыточному давлению, а также экстремумы рабочей температуры. Способ крепления фланцевых пар является еще одним учитываемым фактором. Фланцы в основном крепятся друг к другу болтами, но для часто разбираемых стыков или элементов, перемещаемых из системы в систему, целесообразным может быть фланец, закрепляемый легко снимаемым хомутом. Ленточные хомуты также облегчают сборку с дистанционным транспортным оборудованием, как это требуется в высокорadioактивных видах среды.

Фланцы для критических видов применения в условиях сверхвысокого вакуума подпадают под действие дополнительных соображений. В этих случаях для того чтобы легче избежать проницаемости и течей, следует предусматривать в спецификациях переплавленный в вакууме или кованый материал. Твердость материала фланца имеет значение для фланцев с острыми краями, так чтобы фланец не подвергался повреждению при постоянном использовании. Некоторые специализированные виды применения могут требовать дополнительных спецификаций материала. Например, нержавеющая сталь 316 используется, когда требуется большая химическая устойчивость, нержавеющая сталь с низкой магнитной проницаемостью часто используется в ускорителях частиц.

4.2.3. Распространенные системы фланцев

В настоящее время используются многочисленные системы фланцев. Особенности наиболее широко используемых систем сравниваются в табл. 1. В данном разделе приводятся описания и основные габаритные размеры наиболее распространенных фланцев. Обозначение размеров фланцев может вызывать путаницу. Наружный диаметр (O.D.) иногда используется в качестве размера, в то время как в других случаях используется максимальный размер трубы, к которой может подходить фланец. В случае фланцев ASA (Американская ассоциация по стандартам) (ANSI — Американский национальный институт по стандартам) в качестве размера фланца в паровых системах по-прежнему используется номинальный размер трубы, применяющейся с фланцами. При указании в спецификациях и заказе фланцев для полной идентификации фланца следует приводить достаточное число габаритных размеров.

Таблица 1. Сравнительная характеристика систем фланцев

Тип фланца, номер стандарта	Принимаемые размеры трубы ¹	Материал первичного уплотнения ²	Минимальное используемое давление (мм рт. ст.) ³	Виды применения
Торцевое уплотнение с утолщенным краем ⁴	1/8 — 1,0"	Металл	10 ⁻⁹	Линии для транспортировки газа, крепления вакуумметров
ISO 2861/1 ⁵ (серия ISO меньшего размера, часто называемая ISO-KF)	3/8—2,0"	Эластомер	10 ⁻⁸	Форвакуумные линии, использование высокого вакуума общего назначения, часто модифицируемые системы
ISO 1609/1986 ⁶ (серия ISO большего размера, тип с несколькими крепежными элементами)	2,5—12"	Эластомер	10 ⁻⁸	Насосы, форвакуумные линии высокой проводимости, использование вакуума общего назначения, часто модифицируемые системы
ASA (ANSI)	1,5—12"	Эластомер	10 ⁻⁸	Насосы высокого вакуума, старые вакуумные системы
С острыми краями ⁴ (CF)	0,75—10"	Металл	10 ⁻¹¹	Термически обрабатываемые системы, системы сверхвысокого вакуума
С уплотнением и проволоочной прокладкой	12—18"	Металл	10 ⁻¹¹	Вакуумные колпаки или окна на больших системах
MESA или SEMI	Прямоугольные	Эластомер	10 ⁻⁸	Оборудование по производству полупроводников; окна имеют размер, подходящий для пропускания полупроводниковых пластин 200 мм или 300 мм

¹ Могут существовать дополнительные размеры.

² Материал первичного уплотнения означает материал уплотнения, предусмотренного конструктором. Для некоторых систем фланцев существуют уплотнения как из эластомера, так и из металла.

³ В случае уплотнений из эластомера минимальное используемое давление часто определяется газовой выделением материала уплотнения. Приведенные значения являются заниженными. Максимальное используемое давление для фланца зависит от того, насколько хорошо изолирована прокладка. Во фланцах с острым краем и с торцевыми уплотнениями с утолщенным краем прокладка хорошо изолирована, и приемлемы большие значения внутреннего давления или избыточные значения давления. Если наружный диаметр уплотнительного кольца не ограничивается кольцом избыточного давления, фланцы ISO не будут выдерживать перепады внутреннего давления значительно больше 5 фунгов на кв. дюйм.

⁴ Фланцы этого типа продаются под различными торговыми наименованиями.

⁵ Относится к фланцам, изготовленным согласно этому стандарту ISO (Международная организация стандартов). Эти фланцы продаются под различными наименованиями.

4.2.3.1. Фланцы с торцевым уплотнением

На рис. 1 показана фланцевая муфта, часто используемая на линиях газового снабжения и для крепления вакуумметров. Она состоит из двух одинаковых фланцев, прокладки и гайки с наружной и внутренней резьбой. Гайки устанавливаются до того, как фланцы будут приварены на свое место. На торце каждого фланца имеется приподнятое утолщение полукруглого поперечного сечения. Уплотнение обеспечивается, когда утолщения проникают в прокладку при

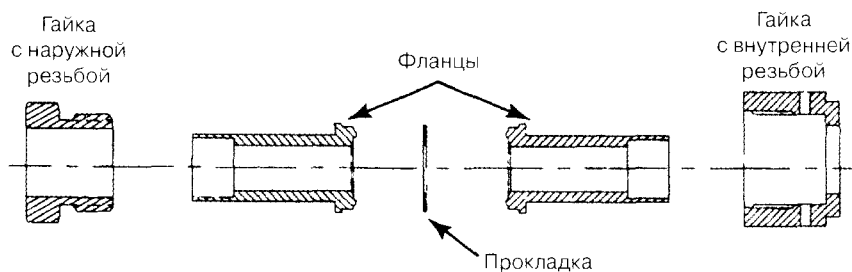


Рис. 1. Фланцевая муфта с торцевым утолщением. Прокладка обычно медная или никелевая

затягивании гаек. Фланцы подобного типа предлагаются многими производителями и часто являются взаимозаменяемыми. Некоторые производители называют фланцы *сальниками*. В продаже имеются колена, тройники, перекрестные тройники и различные адаптеры для этой системы.

Распространенными материалами прокладок являются Витон (Viton®), медь, никель и нержавеющая сталь. Некоторые прокладки имеют канавку в каждой стороне, способствующую центровке фланцев. В некоторых ситуациях содействовать установке могут прокладки с фиксирующими зажимами. Прокладки, включающие керамические фильтрующие элементы, способные улавливать частицы размером, достигающим до нескольких микрон, являются полезными для видов применения, в которых частицы могут вызвать повреждение.

В табл. 2 приводятся габаритные размеры этих фланцев. Муфты для трубы наружного диаметра $\frac{1}{4}$ и $\frac{1}{2}$ дюйма — это размеры, наиболее часто встречающиеся в вакуумных системах, хотя фланцы производятся для трубы до 1,0 дюйма. Фитинги с электрополированными внутренними поверхностями существуют и могут использоваться в сверхчистых видах применения.

Преимущества этих фланцев заключаются в том, что они не требуют осевого зазора для установки элементов, подходят для методов автоматической сварки, а также будут выдерживать высокие значения избыточного давления. Недостатки состоят в том, что площадь уплотнения на приподнятом утолщении не терпит царапин или другого повреждения, а также в том, что для больших размеров требуется значительный крутящий момент для обеспечения герметичных уплотнений масс-спектрометра.

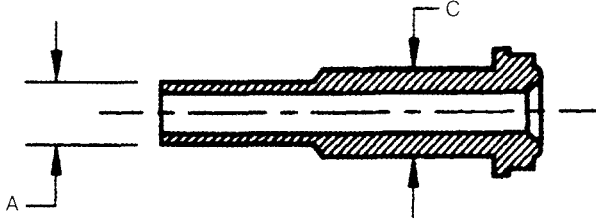
4.2.3.2. Фланцы с уплотнительным кольцом по ISO

Международная организация стандартов (ISO) опубликовала стандарты габаритных размеров для двух различных серий вакуумных фланцев с уплотнительными кольцами. Серия меньшего размера часто называется ISO-KF, а серия большего размера называется ISO-MF или ISO-K.

Размеры фланцев ISO-KF регулируются Стандартом ISO 2861/1 — «Вакуумная технология — Быстроразъемные муфты — Габаритные размеры» и соответствуют размерам трубы до 2,0 дюймов. Система первоначально была разработана в Европе, и KF — это немецкое сокращение слова *Kleinflansch*, которое означает «малый фланец». Эти фланцы некоторые производители также называют «QF» — «быстрые фланцы» или фланцы «NW». Обозначение «NW» ошибочно было взято из европейских таблиц фланцев, где использовалось как сокращение *Nennweite*, которое означает «номинальный диаметр».

Фланцевое соединение KF показано на рис. 2. Стык состоит из двух идентичных поворотных фланцев, центрующего кольца с уплотнением и зажима. Центрующее кольцо центрует

Таблица 2. Типичные габаритные размеры фланцев с торцевым уплотнением*



А Номинальный размер трубы (дюймы)	С Максимальный диаметр корпуса, дюймы (мм)	Шестигранная гайка с наружной резьбой (дюймы)	Шестигранная гайка с внутренней резьбой (дюймы)	Наружный диаметр прокладки, дюймы (мм)
0.125	0.20 (5.1)	$\frac{3}{8}$	$\frac{7}{16}$	0.25 (6.3)
0.25	0.35 (8.9)	$\frac{5}{8}$	$\frac{5}{4}$	0.48 (12.2)
0.375	0.47 (11.9)	$\frac{3}{4}$	$\frac{7}{8}$	0.61 (15.5)
0.50	0.60 (15.2)	$1\frac{5}{16}$	$1\frac{1}{16}$	0.78 (19.8)
0.75	0.80 (20.3)	$1\frac{5}{8}$	$1\frac{1}{2}$	1.14 (28.9)
1.0	1.19 (30.2)	$1\frac{7}{8}$	$1\frac{3}{4}$	1.40 (35.6)

* Фланцы этого типа не стандартизированы в вакуумной технике, поэтому возможны вариации в некоторых габаритных размерах.

фланцы и служит распоркой для них, закрепляет уплотнительное кольцо и ограничивает сжатие уплотнительного кольца. Зажим обеспечивает целостность стыка, а также уплотнительное усилие. Некоторые зажимы закрываются с помощью крыльчатой гайки, другие — с помощью коленчатого рычага. Закрываемые от рычага зажимы являются удобными, когда стыки часто разбираются. Зажимы правильно затягиваются, когда поверхности фланца соприкасаются с частью распорки центрующего кольца. Этот контакт необходим для осуществления надежных стыков. Закрываемые крыльчатой гайкой зажимы должны затягиваться до тех пор, пока не будет ощущаться внезапное, резкое увеличение закрывающего крутящего момента. Закрываемые рычагом зажимы требуют некоего пружинного устройства для обеспечения правильного уплотнительного усилия и контакта между фланцем и центрующим кольцом в любой ситуации.

Вторая серия фланцев с уплотнительным кольцом описана в Стандарте ISO 1609 «Вакуумная технология — Габаритные размеры фланцев». Из фланцев, описанных этим стандартом, широко используются только те, которые предназначены для номинального размера трубы 2,5 дюйма и больше. Эта система называется по-разному: ISO-MF, ISO-Universal, ISO-K или *PNEUROP*. Они также уплотняются с помощью уплотнительного кольца, установленного на центрующее кольцо, а фланцы являются универсальными, т. е. одновременно внутренними и внешними. На рис. 3 изображено оборудование, используемое в данной системе.

Различные виды более крупных фланцев и способы их крепления показаны на рис. 4. Наименование ISO-MF появилось из-за того, что существует несколько методов крепления этих фланцев, при этом «MF» означает «фланец с несколькими креплениями». Оба фланца могут быть поворотными, могут фиксироваться с помощью двух кулачковых зажимов (рис. 4, а) или они могут крепиться болтами (рис. 4, г). Болтовые фланцы главным образом встречаются на таких элементах, как шиберные клапаны, где отсутствует пространство для зажима.

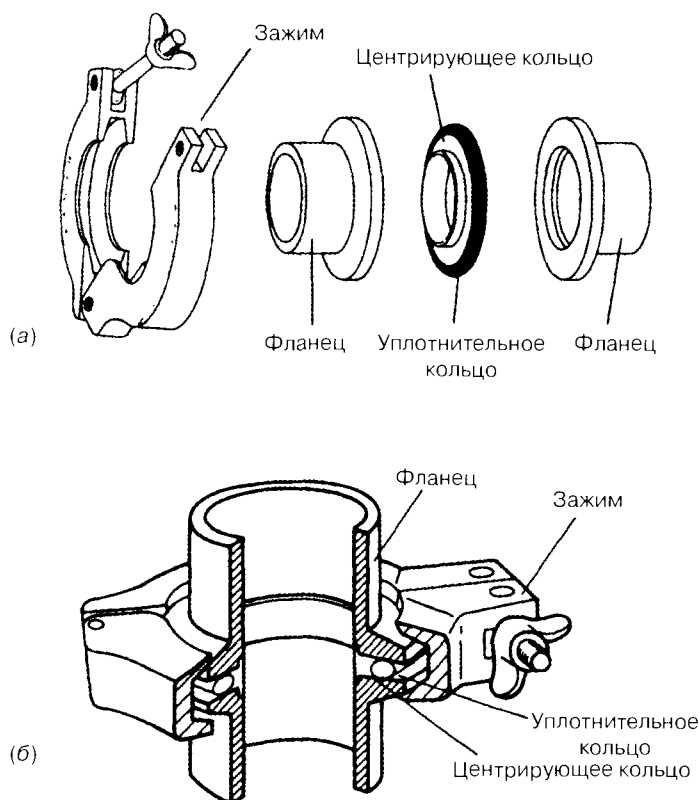


Рис. 2. Фланцевое соединение KF: *а* — в разобранном виде (соединение состоит из двух одинаковых фланцев, уплотнительного кольца, надетого на центрирующее кольцо, и зажима. Центрирующее кольцо ограничивает сжатие уплотнительного кольца и обеспечивает центровку фланцев); *б* — в сборе (источник: HPS Division of MKS Instruments, Inc.)

Не закрепленные болтами фланцы могут присоединяться к фланцу с нарезанной резьбой благодаря использованию одноуличковых зажимов (рис. 4, *в*) или с добавлением поворотного кольца, которое вставляется на наружный диаметр фланца (рис. 4, *б*). У фланцев, закрепляемых с помощью зажимов или поворотных колец, центрирующее кольцо и уплотнительная область всегда одинаковые. Как и в случае фланцев ISO-KF, фланцевые соединения MF затянуты правильно, когда поверхности уплотнения касаются распорной части центрирующего кольца.

В табл. 3 приведены габаритные размеры фланцев KF, а в табл. 4 — фланцев MF. Фланцы, описанные в стандартах ISO, имеют размеры, подходящие к метрическим трубам. Фланцы, изготовленные в Соединенных Штатах, как правило, имеют наконечники или раструбы, при этом стыковочные размеры фланцев изготавливаются по стандартам ISO. Это позволяет совместно использовать фланцы различных производителей или стран. На момент написания данной статьи стандарты ISO не включают размера KF 50. Для получения дополнительного объяснения отсылаем читателя к стандарту ISO 3 «Предпочтительные серии размеров». Двумя другими размерами KF из второй предпочтительной серии стали 20 и 32, но они больше не имеют широкого применения. Стандарт PNEUROP 6606/1981, подготовленный Европейским

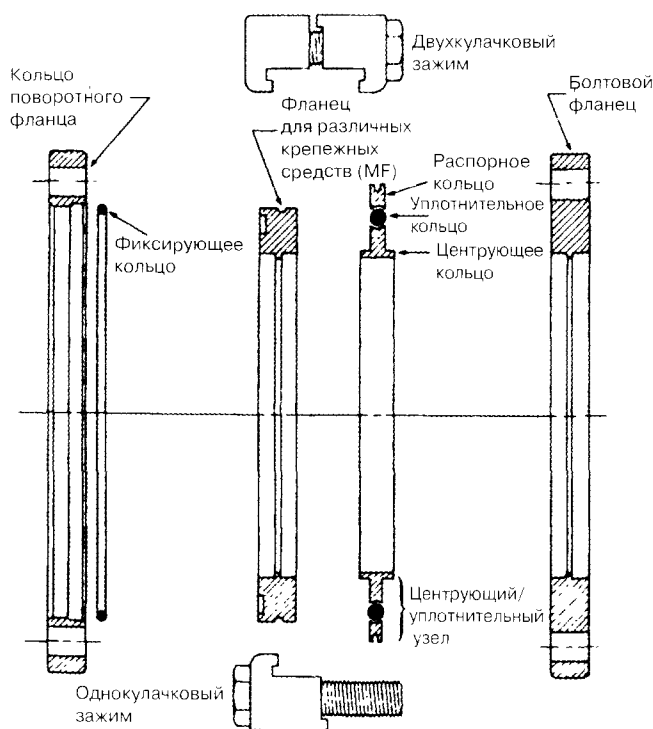


Рис. 3. Фланцы и элементы крепления оборудования стандартизированной фланцевой системы с уплотнительным кольцом (по ISO). Названия элементов приведены только с описательной целью и не отражают какого-либо общепринятого наименования (источник: HPS Division of MKS Instruments, Inc.)

Комитетом производителей компрессоров, вакуумных насосов и пневматических инструментов, включает фланец KF 50. Габаритные размеры в этом стандарте используются большинством производителей фланцев и рассматриваются для добавления к стандарту ISO.

И тот и другой стандартные фланцы ISO предлагаются с наконечниками для сварки, сварочными или паяльными гнездами, без расточки или в виде заготовки для модификации их пользователями или с адаптерами к другому фланцу, а также системами крепления, в частности трубной резьбой. Оба типа фланцев ISO главным образом предназначены для уплотнения с помощью колец, но имеются также и металлические уплотнения. Для получения более высоких уплотнительных усилий, необходимых для металлических уплотнений, с фланцами KF должны использоваться специальные, более прочные зажимы, в то время как с фланцами MF — дополнительные зажимы.

Фланцы KF и более маленькие фланцы MF в особенности подходят для форвакуумных линий. Они также удобны для создания вакуумных систем для краткосрочного использования или в тех случаях, когда требуется частая разборка для технического обслуживания или модернизация. Более низкий предел давления обычно определяется дегазацией уплотнительного материала кольца. Фланцы KF также плохо переносят большие перепады давлений. Если эти фланцы подвергаются перепаду более 5 фунтов на квадратный дюйм (253 мм рт. ст.), необходимы дополнительные кольца, окружающие и ограничивающие уплотнительное кольцо.

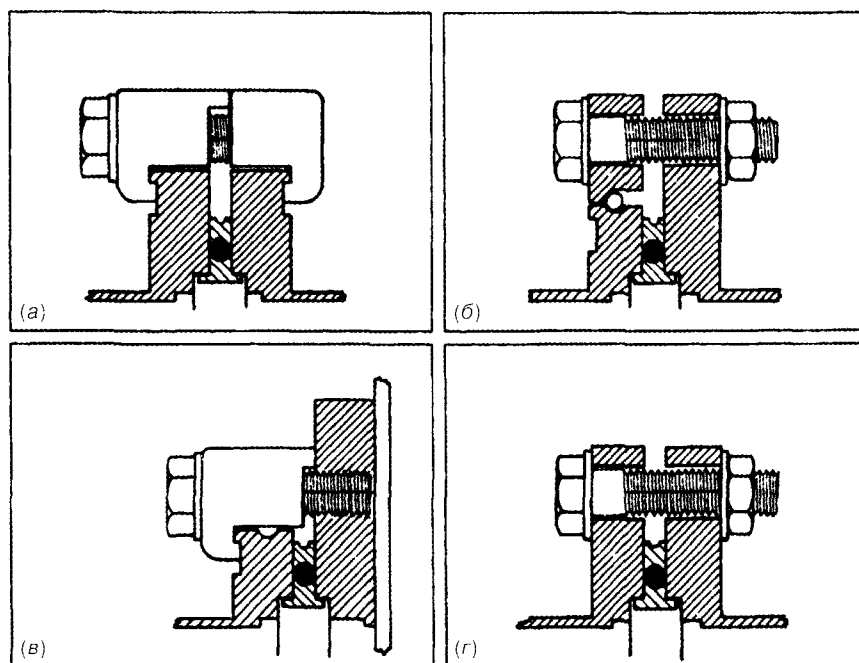


Рис. 4. Различные способы крепления стандартизированной фланцевой системы с уплотнительными кольцами (по ISO) (источник: HPS Division of MKS Instruments, Inc.)

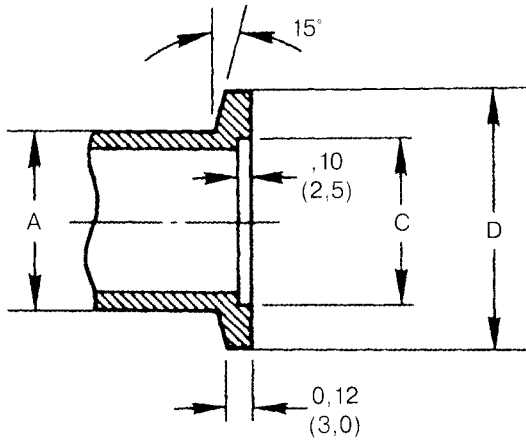
4.2.3.3. Герметичные фланцевые соединения с острыми (ножевыми) кромками

В начале 1960-х гг. компания Varian Associates разработала серию металлических герметичных фланцев ConFlat® для сверхвысокого вакуума. Взаимозаменяемые фланцы, часто называемые фланцами CF, предлагаются многими производителями.

Соединение с использованием этих фланцев показано на рис. 5. Механизм герметизации фланца CF описывается и обсуждается в подразделе 4.6.3.4. Если говорить кратко, то уплотнение формируется посредством острых кромок в каждом фланце, которые проникают в мягкую металлическую прокладку между ними. Острые кромки несколько утоплены под поверхность фланца для защиты. Болты крепят фланцевую пару в единое целое и обеспечивают уплотнительное усилие. Элементы фланцевой пары не отличаются друг от друга, но из-за крепления болтами не являются поворотными. Для обеспечения вращения используется поворотный вариант из двух элементов (рис. 5). Фланец включает вставку с острой кромкой и концентричное кольцо. Вставка приварена к трубе или элементу, а кольцо вращается до получения необходимой центровки. Для использования имеются фланцы с резьбовыми отверстиями, где гайки были бы неудобными. Резьба во фланцах с нарезанной резьбой может быть либо метрической, либо по системе США в зависимости от их происхождения.

Фланцы имеются в продаже в виде различных сплавов нержавеющей стали и алюминия. Алюминиевые фланцы имеют твердое покрытие на поверхности фланца и острую кромку, которая является достаточно твердой для проникновения в прокладку, не принося ей повреждения. Болты в стыке CF должны быть выполнены из того же самого сплава, что и фланцы для

Таблица 3. Габаритные размеры фланца KF



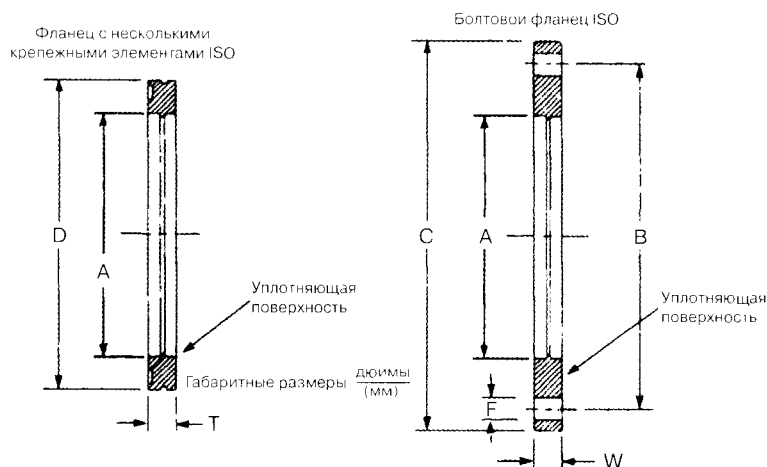
Номинальный размер (мм)	A Номинальный диаметр трубы (США), дюймы (мм)	D Паружный диаметр, дюймы (мм)	C Диаметр расточного отверстия, дюймы (мм)
10	0.50 (12.7)	1.18 (30)	0.48 (12.2)
16	0.75 (19.0)	1.18 (30)	0.68 (17.2)
25	1.00 (25.4)	1.57 (40)	1.03 (26.2)
40	1.50 (38.1)	2.16 (55)	1.62 (41.2)
50	2.00 (50.8)	2.95 (75)	2.05 (52.2)

Примечание: приведены габариты наконечника, подходящего для сварки с дюймовыми трубами. Все другие размеры в таблице соответствуют ISO или стандартам PNEUROP. Стандарт ISO задает минимальную длину 10 мм (0.39 дюйма) (источник: HPS Division of MKS Instruments, Inc.).

обеспечения равномерного расширения во время термической обработки. Это способствует предотвращению течей. Прочность на растяжение болтов должна быть соответствующей для того, чтобы выдерживать необходимые уплотнительные усилия. Медь — это наиболее распространенный материал прокладки, обеспечивающий наиболее надежную герметизацию, но также используются алюминиевые и никелевые сплавы. Никелевые прокладки требуют более высоких усилий уплотнения, поэтому должны использоваться болты с высокой прочностью на растяжение. Никель или другие твердые материалы могут повредить острую кромку, ограничивая число уплотнений, которое может быть выполнено с помощью фланца.

Фланцы CF предлагаются для использования с трубами наружного диаметра от $\frac{1}{4}$ до 16 дюймов. Размеры фланцев CF для трубы диаметром до 8 дюймов приведены в табл. 5. Подбор фланца CF для трубы диаметром больше 10 дюймов представляет проблему. Например, труба диаметром 10 дюймов — это максимальный размер как для фланцев с наружным диаметром 12 дюймов, так и для 13,25 дюймов. Аналогичным образом фланцы с наружным диаметром 14,0 и 14,5 дюйма изготавливаются для трубы диаметра 12 дюймов. При задании в спецификации большого фланца CF необходимо указывать важные размеры и число отверстий под болты. Большинство интерфейсных размеров на более крупных фланцах выполняется по традиционным стандартам вакуумной техники, так что фланцы, получаемые у различных производителей, являются взаимозаменяемыми.

Таблица 4. Габаритные размеры крупных фланцев с герметизацией кольцами (ISO)



Обозначение номинального размера,* (мм)	A Рекомендуемый размер грубы**	Фланец с несколькими крепежными элементами ISO (ISO-MF)			Болтовой фланец ISO					
		D (наружный диаметр), дюймы (мм)	T (толщина), дюймы (мм)	Число требуемых зажимов	C (наружный диаметр), дюймы (мм)	W (толщина), дюймы (мм)	B (окружность болта), дюймы (мм)	F (отверстия под болт), дюймы (мм)	N (число отверстий)	Ключ (мм)
NW 63	2.5 × .065	3.74 (95)	.47 (12)	3—4	5.12 (130)	.47 (12)	4.33 (110)	.35 (9)	4	13
NW 80	3.0 × .065	4.33 (110)	.47 (12)	4—8	5.71 (145)	.47 (12)	4.92 (125)	.35 (9)	8	13
NW 100	4.0 × .065	5.12 (130)	.47 (12)	4—8	6.50 (165)	.47 (12)	5.71 (145)	.35 (9)	8	13
NW 160	6.0 × .083	7.09 (180)	.47 (12)	4—8	8.86 (225)	.63 (16)	7.87 (200)	.43 (11)	8	17
NW 200	8.0 × .120	9.45 (240)	.47 (12)	6—12	11.22 (285)	.63 (16)	10.24 (260)	.43 (11)	12	17
NW 250	10.0 × .125	11.42 (290)	.47 (12)	6—12	13.19 (335)	.63 (16)	12.20 (310)	.43 (11)	12	17
NW 320	12.75 × .165	14.57 (370)	.67 (17)	8—12	16.73 (425)	.79 (20)	15.55 (395)	.55 (14)	12	19
NW 400	16.0 × .188	17.72 (450)	.67 (17)	8—16	20.08 (510)	.79 (20)	18.90 (480)	.55 (14)	16	19
NW 500	20.0 × .188	21.65 (550)	.67 (17)	12—16	24.02 (610)	.79 (20)	22.83 (580)	.55 (14)	16	19
NW 630	25.0 × .25	27.16 (690)	.87 (22)	16—20	29.53 (750)	.94 (24)	28.35 (720)	.55 (14)	20	19

Примечание: габаритные размеры сварных гнезд являются типичными для фланцев, изготовленных для соответствия дюймовой трубе. Все другие размеры на рисунке соответствуют стандарту ISO (источник: HPS Division of MKS Instruments, Inc.).

* Аббревиатура NW сохраняется здесь по традиции, она не указывает тип фланца, а представляет собой уменьшенное слово *Nennweite*, которое означает «номинальный диаметр».

** Приложение 5 «Трубы для размеров 320 и более».

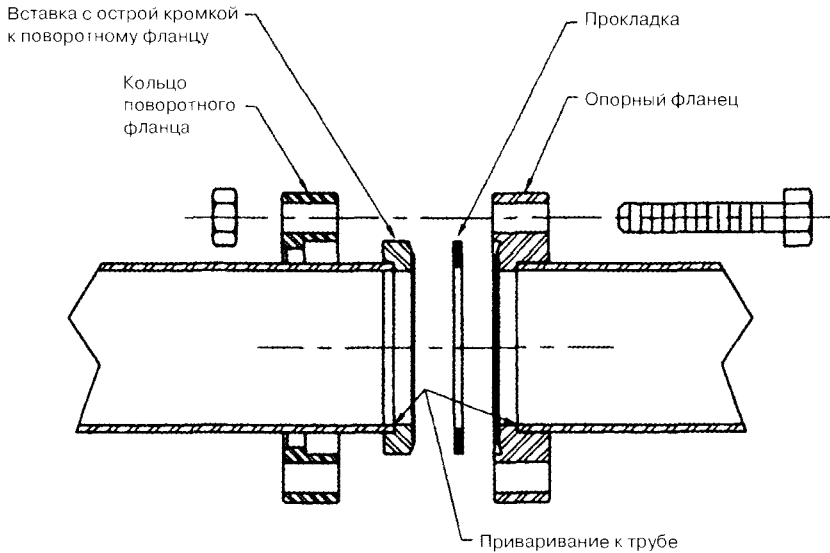


Рис. 5. Герметичное фланцевое соединение с острыми кромками поворотного и опорного фланцев. Болтовые отверстия центрируются путем вращения кольца поворотного фланца

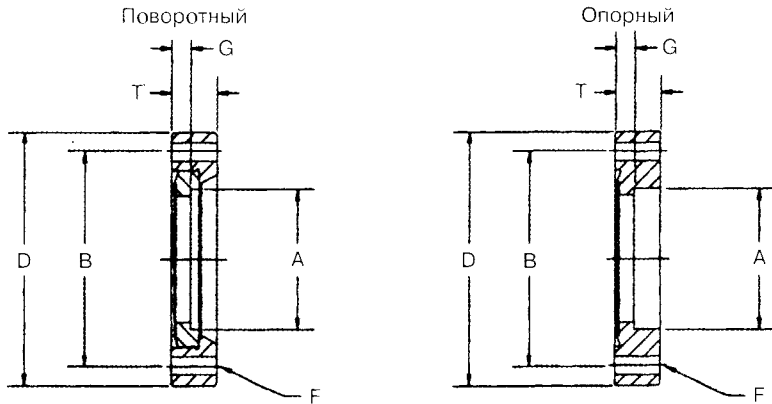
4.2.3.4. Фланцы ASA (ANSI)

Хотя фланцы ASA (ANSI) (Американской Ассоциации стандартов (Американского национального института стандартов)) в настоящее время используются все меньше и меньше, они являются одной из старейших фланцевых систем, используемых в сборке металлических вакуумных систем в Соединенных Штатах. Фланцы ASA (ANSI) продолжают оставаться одним из вариантов на многих типах высоковакуумных насосов. Эти фланцы были адаптированы к вакуумной эксплуатации, а исходными для них были 150-фунтовые фланцы ASA (ANSI), использовавшиеся с паром или сжатым воздухом. Они имеют герметизацию с помощью уплотнительных колец, скрепленных в одно целое с помощью болтов, и соответствуют размерам трубы от 1,5 дюйма до 12 дюймов. Типичными видами применения являются промышленные вакуумные системы.

Размеры поворотного фланца ASA (ANSI) представлены в табл. 6. В отличие от фланцев ISO и CF эти фланцы не унифицированы, поскольку один фланец в паре обычно содержит канавку для уплотнительного кольца. Иногда их герметизируют с помощью плоской прокладки из полимера или с помощью уплотнительного кольца в обойме. Для того, чтобы можно было обеспечить центровку элементов, поворотные фланцы ASA (ANSI) с кольцом и отдельной вставкой, содержащей площадку уплотнения, изготавливают специально для вакуумной эксплуатации. Имеются также поворотные фланцы с канавками для уплотнительного кольца или без них.

Система размеров фланцев ASA (ANSI) довольно сложна. Иногда они различаются максимальным внутренним диаметром, предложенным стандартом ANSI на 150 фунтов, а иногда — по наружному диаметру фланца. Дополнительной сложностью является то, что внутренний диаметр во фланце для вакуумной эксплуатации часто больше номинального размера ANSI. Например, «6-дюймовый фланец ASA», имеющий наружный диаметр 11,0 дюймов, может иметь внутренний диаметр до 8,0 дюймов.

Таблица 5. Размеры фланцев с острой кромкой, производимые в США

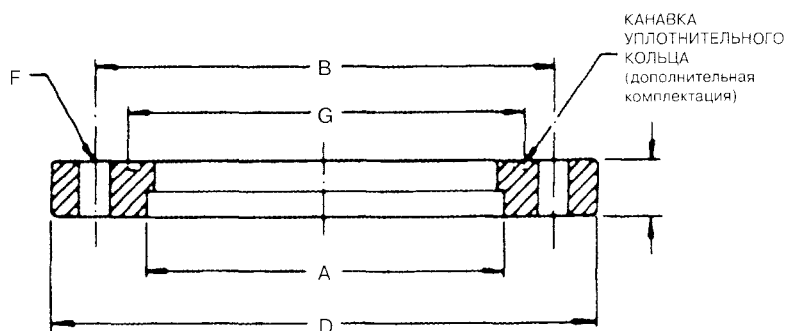


Размер фланца (дюймы)	А Номинальный диаметр трубы, дюймы (мм)	D Наружный диаметр фланца, дюймы (мм)	B Диаметр окружности болта, дюймы (мм)	Т Толщина, дюймы (мм)	N Число отверстий	F		G Поверхность к зенковке
						Резьба отверстий с нарезанной резьбой	Диаметр сквозных отверстий, дюймы (мм)	
1 ¹ / ₃	0.75 (19.0)	1.33 (33.8)	1.06 (26.9)	.30 (7.6)	6	8—32	.172 (4.3)	.18 (4.6)
2 ¹ / ₈	1.00 (25.4)	2.12 (53.8)	1.62 (41.1)	.50 (12.7)	4	1/4—28	.265 (6.7)	.17 (4.3)
2 ³ / ₄	1.50 (38.1)	2.75 (69.8)	2.31 (58.7)	.50 (12.7)	6	1/4—28	.265 (6.7)	.21 (5.3)
3 ⁵ / ₈	2.00 (50.8)	3.38 (85.8)	2.85 (72.4)	.69 (17.5)	8	5/16—24	.332 (8.4)	.22 (5.6)
4 ¹ / ₂	2.50 (63.5)	4.50 (114.3)	3.63 (92.2)	.69 (17.5)	8	5/16—24	.332 (8.4)	.38 (9.6)
4 ⁵ / ₈	3.01 (76.2)	4.61 (117.6)	4.03 (102.4)	.81 (20.6)	10	5/16—24	.332 (8.4)	.28 (7.1)
6	4.00 (101.6)	6.00 (152.4)	5.13 (130.3)	.78 (19.8)	16	5/16—24	.332 (8.4)	.43 (10.9)
8	6.00 (152.4)	8.00 (203.2)	7.13 (181.1)	.88 (22.4)	20	5/16—24	.332 (8.4)	.50 (12.7)
10	8.00 (203.2)	10.00 (254.0)	9.13 (231.9)	.97 (24.6)	24	5/16—24	.332 (8.4)	.50 (12.7)

Примечание: фланцы, изготавливаемые за пределами США, могут иметь несколько иные размеры и метрическую резьбу. Поворотные кольца для фланцев с наружным диаметром более 3.375 дюйма могут быть толще указанных значения (источник: HPS Division of MKS Instruments, Inc.).

В табл. 6 приведены размеры фланцев ASA (ANSI), используемых в вакуумной технике. Наружный диаметр фланца, диаметр окружности болта и число болтов стандартизованы. Внутренний диаметр, размеры канавки уплотнительного кольца, размер используемого уплотнительного кольца, толщина фланца и размеры болтов в отрасли не унифицированы. При подборе фланцев ANSI пользователь должен указывать наружный диаметр, внутренний диаметр, а также является ли фланец поворотным, есть ли у него канавка для уплотнительного кольца, и если да, то размер уплотнительного кольца или номер.

Таблица 6. Типичные размеры фланцев ASA (ANSI) для вакуумной техники



Размер ANSI (дюймы)	A Номинальный размер трубы*, дюймы (мм)	D Наружный диаметр, дюймы (мм)	T Толщина, дюймы (мм)	B Диаметр болта, дюймы (мм)	F Диаметр сквозного отверстия,** дюймы (мм)	N Число отверстий
1	1.5 (38)	4.25 (108.0)	0.50 (12.7)	3.12 (79.4)	0.625 (15.9)	4
1 1/2	2.5 (63.5)	5.00 (127.0)	0.50 (12.7)	3.88 (98.4)	0.625 (15.9)	4
2	3.5 (88.9)	6.00 (152.4)	0.50 (12.7)	4.75 (120.7)	0.75 (19.0)	4
3	4.0 (102)	7.50 (190.5)	0.50 (12.7)	6.00 (152.4)	0.75 (19.0)	4
4	6.0 (152)	9.00 (228.6)	0.50 (12.7)	7.50 (190.5)	0.75 (19.1)	8
6	8.0 (203)	11.00 (279.4)	0.75 (19.0)	9.50 (241.3)	0.812 (20.6)	8
10	12 (305)	16.0 (406.4)	0.75 (19.0)	14.25 (362.0)	0.812 (20.6)	12

Примечание: номинальный размер фланцев ANSI был указан для справки. Размеры канавки уплотнительного кольца и толщина фланца в рамках вакуумной отрасли не стандартизированы. Имеются двух-элементные поворотные фланцы, но они могут быть несколько толще указанных значений (источник: HPS Division of MKS Instruments, Inc.).

* Приводится в качестве приблизительного максимума.

** Часто используются болты меньшего размера.

4.2.3.5. Фланцы, выпускаемые согласно JIS

В японском оборудовании применяют фланцевые соединения, герметизированные уплотнительным кольцом с болтами. Для их унификации используется JIS — Японский промышленный стандарт. Эти фланцы изготавливаются номинальными размерами от 10 до 1000 мм для труб диаметром начиная от 17,3 до 1016 мм. В типичном стыке один фланец содержит канавку уплотнительного кольца, а другой ее не содержит. Однако имеются адаптеры, позволяющие соединять два одинаковых фланца. Если оба фланца не имеют канавки уплотнительного кольца, то у адаптера канавки уплотнительного кольца с обеих сторон. Если оба фланца содержат канавки уплотнительного кольца, тогда адаптер имеет гладкую поверхность с обеих сторон.

4.2.3.6. Большие фланцы с проволочным уплотнением

Фланцы с уплотнением из металлической проволоки выпускают с наружным диаметром от 12 до 27 дюймов для труб диаметром от 10 до 24 дюймов. Типичными видами применения являются вакуумные колпаки или большие специальные камеры. На рис. 6 показан принцип герметизации этих фланцев. Уплотнение — это металлическая проволока, обычная медная, уложенная в канавках на сопрягаемых фланцах. Фланцы либо внутренние, либо внешние, имеют паз и шпонку, обеспечивающие центровку и ограничивающие зажатие уплотнения. Некоторые фланцы, в которых используется данный принцип герметизации, скреплены в одно целое болтами, в то время как в других используются специальные зажимы, обеспечивающие уплотняющее усилие непосредственно над уплотнением.

4.2.3.7. Прямоугольные фланцы

В некоторых видах применения удобно использовать фланцы некруглой формы. Один прямоугольный фланец, для которого существуют стандарты — это фланец, изготовленный согласно MESA (Архитектура стандартов модульного оборудования) или SEMI (Международные стандарты полупроводникового оборудования и материалов) [4]. Этот фланец был сконструирован для передачи заготовок интегральных схем через загрузочный шлюз в оборудовании для производства полупроводников. Клапаны с такими фланцами имеются в продаже.

В табл. 7 показан этот фланец, а также приведены некоторые основные размеры. Фланцы MESA герметизируются уплотнительными кольцами, и фланцевая пара скрепляется в одно целое с помощью зажимов с губками, используемыми для более крупных фланцев ISO, описанных ранее. Стандарт MESA определяет область уплотнения на поверхности фланца, а также то, что гладкий фланец без канавки уплотнительного кольца должен быть направлен в сторону транспортного модуля. Фланец, содержащий уплотнительное кольцо, по стандарту должен быть направлен в сторону кассеты или модуля обработки. Установочный интифт с одной из двух сторон окна содействует центровке фланцев. В стандарте MESA предусматривается

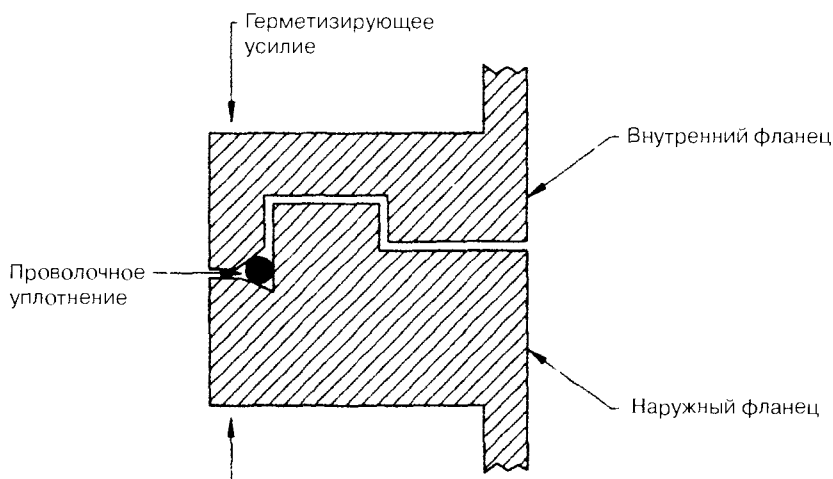
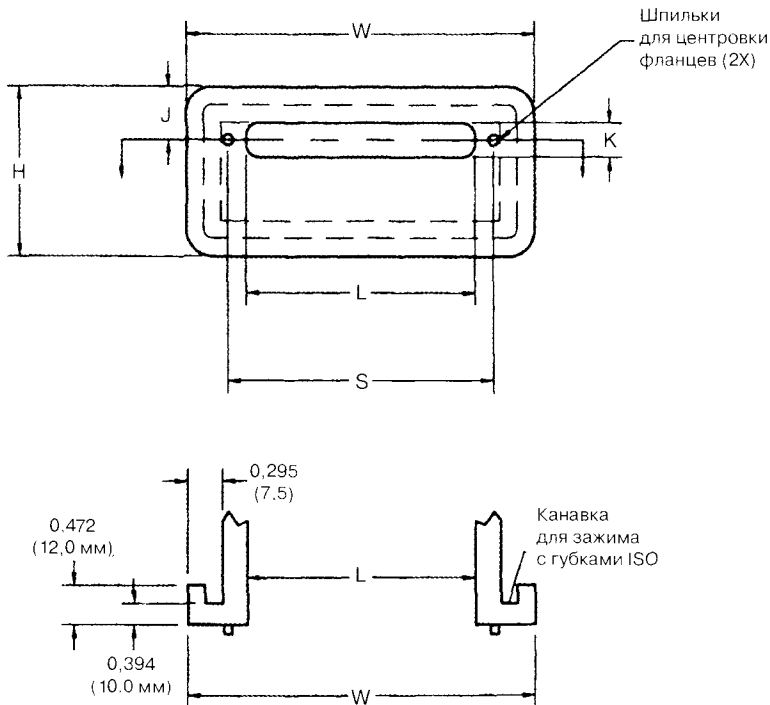


Рис. 6. Принцип герметизации, используемый на больших фланцах с проволочным уплотнением. Канавки и шпонки центруют фланцы. Герметизирующее усилие может обеспечиваться болтами или зажимами со специальными губками

Таблица 7. Размеры прямоугольных фланцев MESA или SEMI для прохода заготовок интегральных схем 200 мм и 300 мм



Предполагаемый размер заготовки интегральной схемы	Наружная ширина (W), дюймы (мм)	Наружная высота (H), дюймы (мм)	Минимальная ширина окна (L), дюймы (мм)	Высота окна (K), дюймы (мм)	Интервал фиксирующей шпильки (S), дюймы (мм)	Смещение фиксирующей шпильки (J), дюймы (мм)
8 дюймов (200 мм)	13,39 (340)	6,38 (162)	8,74 (222)	1,26 (32)	11,81 (300)	1,97 (50)
12 дюймов (300 мм)	17,32 (440)	6,38 (162)	12,68 (322)	1,26 (32)	15,75 (400)	1,97 (50)

Примечание: фланцы герметизируют уплотнительным кольцом: на рисунке показан фланец без канавки уплотнительного кольца. На фланцах ISO, герметизированных уплотнительным кольцом, герметизирующее усилие обеспечивается зажимами с губками.

два размера фланца: один для заготовок интегральных схем 200 мм и один для заготовок интегральных схем 300 мм. Конструкция фланца была адаптирована к другим размерам производителями элементов.

4.2.4. Элементы вакуумных систем с присоединенными фланцами

Во многих вышеописанных системах фланцев предусмотрены элементы, в частности клапаны, колена, тройники и крестовины, наличие которых позволяет быстро и легко собирать или модернизировать вакуумную систему. В данном разделе приведены размеры и применение элементов.

4.2.4.1. Элементы с фланцами по стандартам ISO

Стандарт ISO 9803:1993(E) «Вакуумная технология — Трубная арматура — Установочные размеры» предусматривает стандарты размера от поверхности фланца до оси на коленах, тройниках и крестовинах с фланцами ISO. Размер для колен часто используется на угловых клапанах. При использовании стандартных элементов фланцы и элементы образуют модульную систему. Один элемент может легко заменяться другим, не нарушая остальной части системы. Кроме того, обеспечивается взаимозаменяемость изделий разных производителей.

В табл. 8 приведены размеры от поверхности фланца до оси, которые иногда называются «модулем» для элементов KF. Размеры элементов с фланцами MF приводятся в табл. 9. Во всех случаях элемент обозначается по номинальному размеру используемого фланца. Интервал между противоположными фланцами, размер «L» и в той и в другой таблице, на крестовине или тройнике равняется двойному модулю. Иллюстрируемые элементы имеют фланец одного и того же размера на всех окнах. Стандарт ISO относится к элементам, производимым либо с закрепленными болтами фланцами, либо с фланцами зажимного типа. Однако большие элементы обычно изготавливаются с зажимными фланцами (ISO-MF), поскольку эти фланцы являются бесконечно вращаемыми.

Привычный размер трубы, используемый в Соединенных Штатах для корпуса элемента, для справки приводится в табл. 8 и 9. Этот размер в стандарте ISO не указывается и может зависеть от страны-производителя. Однако это обычно не имеет значения, и элементы являются полностью взаимозаменяемыми, если соблюдается модуль.

Некоторые производители предлагают элементы с фланцами номинального размера 320 и больше. Однако в настоящее время стандарт ISO не отражает габариты элементов при размерах больше 250. Также стандарт ISO не указывает никаких значений габаритных размеров колена, тройника и крестовины при номинальных размерах 50, 80 и 200. Как объяснялось ранее в разделе о фланцах ISO, фланцы этих номинальных внутренних диаметров не относятся к «серии первого приоритета». Значения, указанные здесь в этих трех размерах, используются большинством производителей США и Европы, но могут не представлять собой изделия всех производителей.

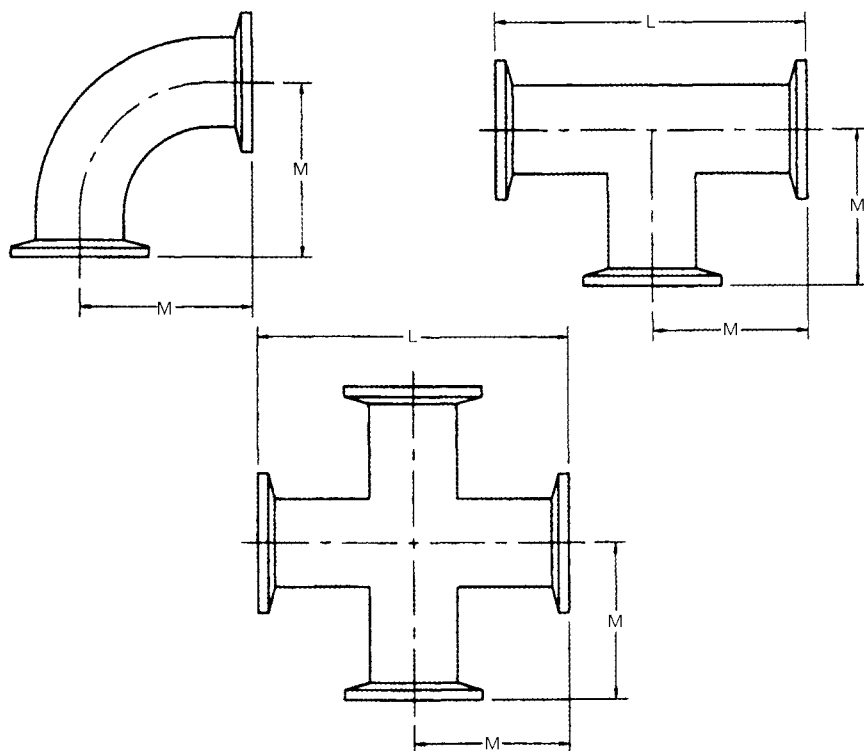
Предусмотрены другие элементы, в частности крестовины с пятью или шестью рычагами, тройники с различными размерами фланцев, а также адаптеры между размерами фланцев и другими фланцевыми системами. Ни один из этих элементов стандартами ISO не описывается и размерность его не определяется, но они увеличивают полезность системы.

4.2.4.2. Элементы с фланцами, имеющими острую кромку

В отличие от элементов с фланцами ISO стандарт для элементов с фланцами, имеющими острую кромку, отсутствует. Однако большинство американских производителей элементов с фланцами CF производят детали в соответствии с такими же габаритными размерами, поэтому возможна взаимозаменяемость элементов различных производителей.

Габаритные размеры этих элементов приводятся в табл. 10, где собраны данные на основе наружного диаметра фланца, а фланцы на всех окнах имеют тот же самый наружный диаметр. В целях обеспечения вращательной центровки необходимо указанное сочетание поворотного и неповоротного фланцев. Длина тройника или крестовины опять равняется модулю, умно-

Таблица 8. Габаритные размеры колен, тройников и четырехходовых крестовин с фланцами KF



Размер фланца ISO* (мм)	Привычный диаметр трубы США (справочно) (дюймы)	M, дюйм (мм)	L, дюйм (мм)
NW 16	0,75	1,57 (40)	3,15 (80)
NW 25	1,00	1,97 (50)	3,94 (100)
NW 40	1,50	2,56 (65)	5,12 (130)
NW 50	2,00	2,76 (70)	5,51 (140)

Примечание: фланцы на всех окнах имеют один и тот же размер. Габариты в размерах NW 16, 25 и 40 заданы ISO. Величины, указанные для размера NW 50, используются как производителями США, так и европейскими производителями. В настоящее время ISO не указывает этих габаритов для размера NW 50.

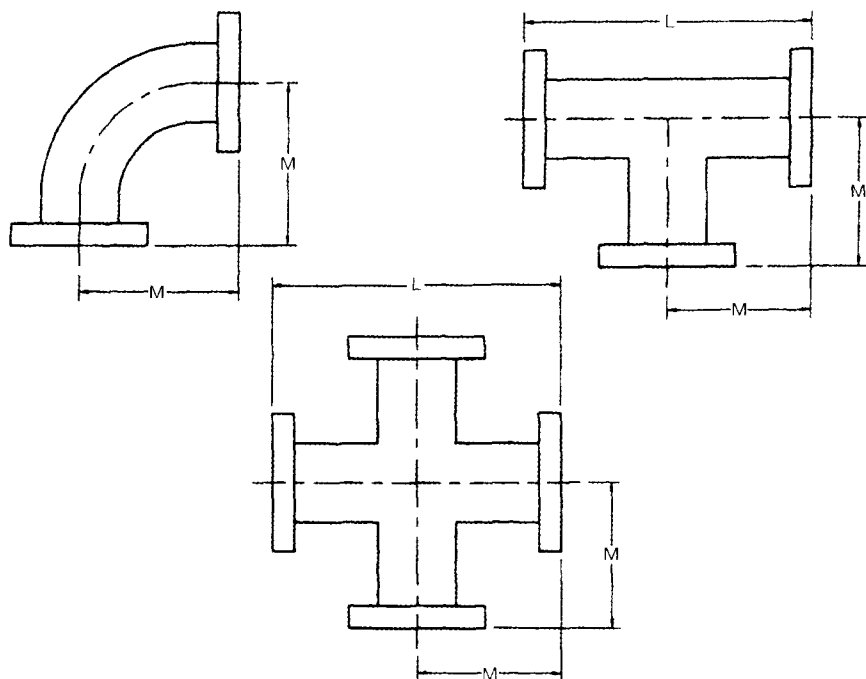
* Аббревиатура NW сохраняется здесь по традиции, она не указывает тип фланца, а представляет собой немецкое слово *Nennweite*, которое означает «номинальный диаметр».

женному на два. В каталогах производителей фланцев CF приводятся дополнительные элементы, в частности крестовины с пятью и шестью рычагами, а также тройники с фланцами различного размера.

4.2.4.3. Элементы с фланцами ASA

Продаются клапаны, колена, тройники и крестовины с фланцами ASA (ANSI). Однако стандартизация габаритного размера от поверхности фланца до оси или размера трубы для элемента, в особенности в более крупных размерах, присутствует в малой степени. По этой причине

Таблица 9. Габаритные размеры колен, тройников и четырехходовых крестовин с большими фланцами, герметизируемыми уплотнительными кольцами



Размер фланца ISO* (мм)	Диаметр трубы, производство США (справочно) (дюймы)	M, дюйм (мм)	L, дюйм (мм)
NW 63	2,50	3,46 (88)	6,93 (176)
NW 80	3,00	3,86 (98)	7,72 (196)
NW 100	4,00	4,25 (108)	8,50 (216)
NW 160	6,00	5,43 (138)	10,87 (276)
NW 200	8,00	6,61 (168)	13,23 (336)
NW 250	10,00	8,19 (208)	16,38 (416)

Примечание: фланцы на всех окнах имеют один и тот же размер. Габариты задаются ISO, за исключением размеров NW 80 и NW 200. Значения, указанные для размеров NW 80 и NW 200, являются типичными и могут не соответствовать продукции всех производителей.

* Аббревиатура NW сохраняется здесь по традиции, она не указывает тип фланца, а представляет собой немецкое слово *Nennweite*, которое означает «номинальный диаметр».

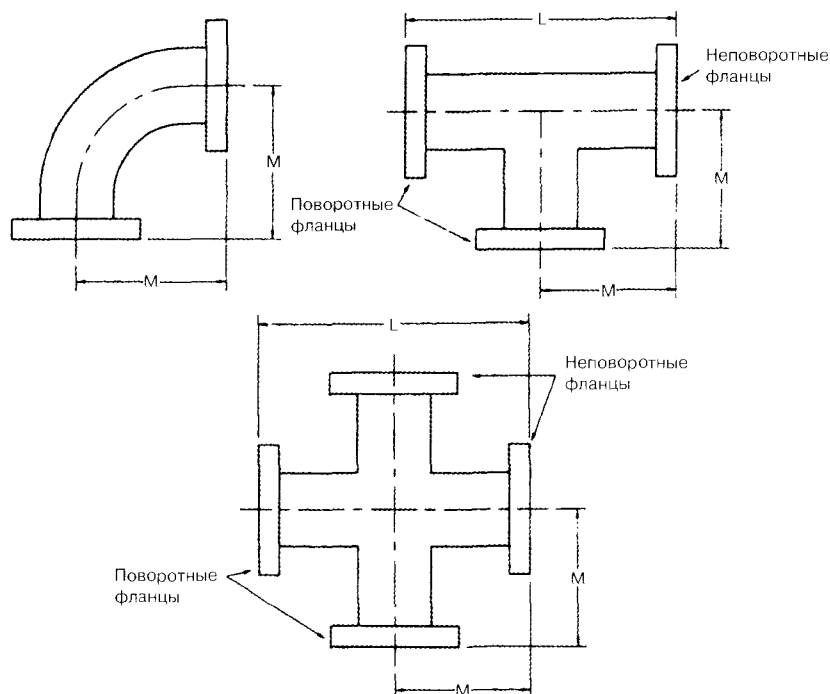
габаритные размеры в таблицу не внесены. При покупке элементов, включая клапаны, для использования с существующими фланцами или элементами нескольких производителей, потребители должны проверить, чтобы критические габаритные размеры были одинаковыми. Также необходимо учесть и указать положение и размер канавок уплотнительного кольца. Для перехода на другие фланцевые системы также имеются адаптеры.

Торговые марки

Viton — это зарегистрированная торговая марка E. I. DuPont de Nemours & Co.

ConFlat — это зарегистрированная торговая марка Varian Vacuum Products.

Таблица 10. Габаритные размеры используемых колен тройников и четырехходовых крестовин с фланцами, имеющими острую кромку и герметизируемыми уплотнительными кольцами, выпускаемых американскими производителями



Номинальный размер фланца (дюйм)	Номинальный диаметр трубы, дюйм (мм)	M, дюйм (мм)	L, дюйм (мм)
1,33	0,75 (19,0)	1,50 (38,1)	3,00 (76,2)
2,12	1,00 (25,4)	2,06 (52,3)	4,12 (104,6)
2,75	1,50 (38,1)	2,46 (62,5)	4,92 (125,0)
3,37	2,00 (50,8)	3,21 (81,5)	6,42 (166,0)
4,5	2,50 (63,5)	4,13 (105,0)	8,26 (210,0)
4,62	3,00 (76,2)	4,94 (125,5)	9,88 (251,0)
6,0	4,00 (102,0)	5,31 (135,0)	10,62 (270,0)
8,0	6,00 (152,0)	6,56 (167,0)	13,12 (333,0)
10,0	8,00 (203,0)	8,00 (203,0)	16,00 (406,0)

Примечание: фланцы на всех окнах имеют один и тот же наружный диаметр. Сочетание поворотных и неповоротных фланцев используется для обеспечения поворотной центровки.

Литература

1. C. H. Rosendahl. Sheet Metal Industries (February 1970). pp. 93—109.
2. R. D. Thomas, Jr. Welding Research Supplement to The Welding Journal (December 198 pp. 335s—368s.
3. N. Suutala, T. Takalo, and T. Moisio. Metallurgical Transactions A, 11A (1980) 717—725.
4. SEMI standards E21—94 and E21.1—92, available from SEMI North America, 805 East Midfield Road, Mountain View, CA 94043, telephone (415) 964—5111, semihq@semi.org.

4.3. Вакуумный ввод вращения с магнитно-жидкостным уплотнением

Уотер Хелгелэнд
Rigaku/USA, Inc.

4.3.1. Основной принцип герметизации

В данном классе вводов вращения динамическая герметизация осуществляется посредством герметического жидкостного уплотнения, позволяющего свободно вращаться валу. На рис. 1 показана схема основных элементов в типичном устройстве вакуумного ввода.

Магнитные жидкости — это стабильные коллоиды, состоящие из базовой жидкости, ферромагнитных частиц и диспергирующего агента, который поддерживает частицы во взвешенном состоянии в базовой жидкости. Ферромагнитные частицы взаимодействуют непосредственно с внешним магнитным полем. Из-за прочной связи с магнитными частицами через диспергирующий агент базовая жидкость взаимодействует косвенно с внешним магнитным полем. Отсюда магнитные жидкости могут сжиматься, вытягиваться и изменять форму посредством магнитных полей. Во вводах вращения узкие кольца жидкости образуют жидкостные барьеры, заполняющие кольцевые пространства между вращающимся валом и концами стационарного полюса. В радиальном направлении жидкостные кольца ограничены валом и наконечниками полюса. В осевом направлении кольца представляют собой свободные поверхности на стыках газа—жидкости, ограничиваемые только магнитными силами. Плотность магнитного потока на концах полюса очень большая. Отсюда осевое смещение жидкостного кольца из района конца полюса приводит к образованию силы, препятствующей смещению. Изолированные объемы между смежными кольцами имеют большое значение для функционирования устройства.

Максимальный поддерживаемый перепад давления на одном жидкостном кольце меньше 1 атм. Следовательно, практические устройства требуют серии отдельных колец с маленькими изолированными объемами газа между каждой парой колец. Общий перепад давления (как правило, 1 атм.) разделяется на несколько стадий.

Габаритные размеры и местоположение вала и концов полюса имеют критическое значение для надежной эксплуатации. Полная система вала, полюса, подшипников, корпуса и других частей обеспечивает необходимую точность в одном комплексе, который легко интегрируется в вакуумную систему.

4.3.2. Применение вакуумного ввода вращения

Вводы вращения с магнитно-жидкостным уплотнением подходят для многих видов эксплуатации, но важно учитывать две группы факторов применения при выборе для конкретного случая. *Экологические факторы* всегда включают рабочее давление технологического процесса и температуру окружающей среды и могут включать также и другие факторы, относящиеся к технологическому процессу. *Механические факторы* включают скорость, нагрузки (радиальную и тяговую), рабочий цикл и несущие характеристики.

На рис. 2 показаны рекомендуемые рабочие указания, касающиеся технологического давления и температуры в камере. Обратите внимание на то, что могут быть сконструированы устройства для использования при высоком давлении.

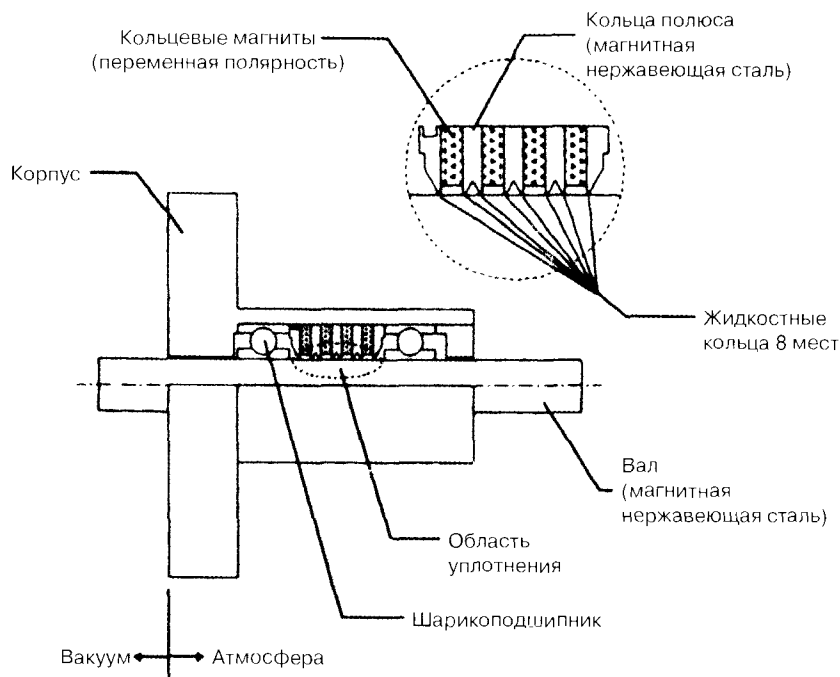


Рис. 1. Типичный ввод вращения с магнитно-жидкостным уплотнением

Пределы температуры основываются на свойствах магнитных жидкостей и других конструкционных материалов. Хотя низкие температуры встречаются редко, они могут в достаточной степени увеличивать вязкость жидкости, требуя при этом неприемлемо большого приводящего крутящего момента. Высокие температуры вызывают нежелательные химические и физические изменения в жидкостях и других материалах.

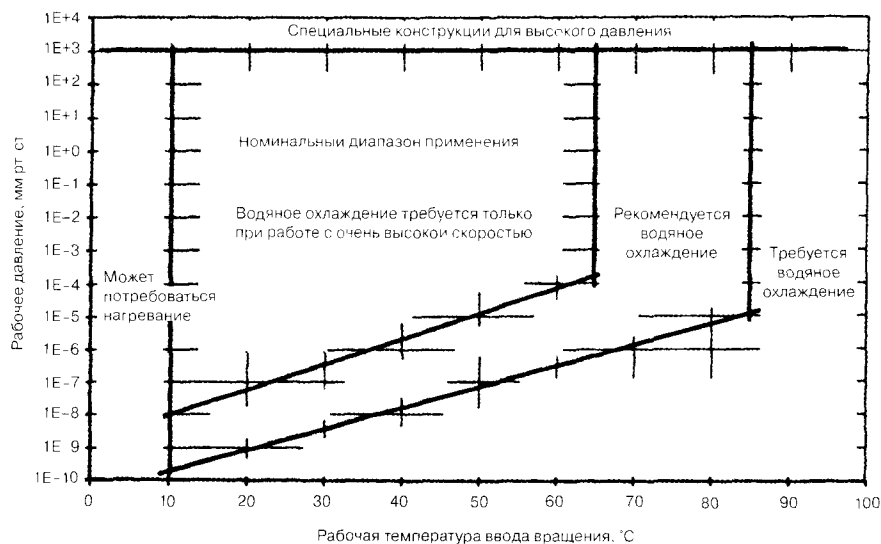


Рис. 2. Режимы эксплуатации вводов вращения

Пределы давления определяются магнитной конструкцией и свойствами жидкости. Нижний предел задается давлением пара базовой жидкости (зависящей от температуры) в сочетании с устойчивостью процесса к парам жидкости. Более высокие значения давления можно достигать путем добавления дополнительных ступеней. Стандартные изделия обеспечивают максимальное давление вплоть до 2,4 кг/см².

В случаях высокоскоростного режима работы самонагревание вязкой магнитной жидкости становится значительной причиной повышенной температуры. Возможны скорости вращения поверхности до 7 м/сек без водяного охлаждения (DN = диаметр \times частота вращения, об/мин = 120 000 мм-об/мин). С водяным охлаждением скорость вращения поверхности может увеличиваться в три раза.

Механические эксплуатационные факторы оказывают большое воздействие на эффективность работы и срок службы вводов вращения. Полностью вне зависимости от вакуумных факторов подшипники и валы должны обеспечивать требования каждого вида применения, касающиеся скорости, нагрузки, рабочего цикла, передачи крутящего момента, осевого зазора и т. д. Тщательное рассмотрение этих соображений находится за пределами настоящей книги, но несколько ключевых моментов здесь могут быть упомянуты.

Размеры вала должны быть достаточно большими для передачи требуемого крутящего момента от двигателя для нагрузки в пределах всего диапазона ожидаемого ускорения и скорости. Следует учитывать возможности заклинивания.

Подшипники должны иметь такие характеристики, которые позволяют справляться с радиальными и осевыми нагрузками, испытываемыми в эксплуатации. Существенные компромиссы существуют между радиальной нагрузкой, осевой нагрузкой, рабочей скоростью, рабочим циклом, рабочей температурой, смазкой и сроком службы подшипника. Таким образом, любая «нагрузочная характеристика» ввода вращения как одна величина не может служить в качестве адекватной характеристики в пределах реалистичного диапазона видов применения. Пользователи должны иметь в виду, что срок службы подшипника в значительной степени зависит от нагрузки и скорости в соответствии со следующим уравнением:

$$L_{10} = A \frac{(C/P)^3}{N}, \quad (1)$$

где L_{10} — срок службы подшипника (вероятность 90%); A — коэффициент смазки (обычно меньше 1); N — частота вращения, об/мин; C — «динамическая характеристика нагрузки» подшипника (зависит от размера подшипника); P — «динамическая эквивалентная нагрузка» (сочетание радиальной и осевой нагрузок).

Главный момент, который следует иметь в виду в этом уравнении, заключается в том, что срок службы подшипника находится в линейной зависимости от частоты вращения и в экспонентной зависимости (*третьей степени!*) от нагрузки и характеристики. Если нагружать подшипники сверх их характеристики, то произойдет *очень* быстрый отказ.

В качестве практического соображения можно сказать, что выбор соответствующих моделей может часто основываться на предыдущем опыте в аналогичных видах применения. За рекомендациями и помощи по конкретному виду применения следует обращаться к производителям этих изделий.

4.3.3. Влияние вакуумного ввода вращения на процесс откачки

Вводы вращения могут создавать нежелательные вторичные воздействия на среду вакуумного процесса из-за присутствия магнитных жидкостей, подшипников и магнитных полей. Пользователи должны учитывать, не будет ли любое из этих воздействий значительным в конкретном виде применения.

Магнитные жидкости — это наиболее таинственные из этих элементов для большинства потребителей; их свойства более полно рассматриваются в подразделе 4.2.5. В отношении их возможного воздействия на среду процесса главными учитываемыми факторами являются давление пара и химический состав. Каждый ввод вращения содержит небольшую свободную поверхность жидкости, соприкасающейся с вакуумным пространством. Площадь этой поверхности приблизительно выражается следующим соотношением:

$$A \approx 0.3D, \quad (2)$$

где A — площадь свободной поверхности, мм²; D — диаметр вала, мм.

Жидкость испаряется с этой свободной поверхности со скоростью, пропорциональной давлению пара (10^{-10} до 10^{-12} мм рт. ст. при 20 °C для типичных жидкостей). Мало что можно сделать для того, чтобы уменьшить площадь свободной поверхности, но можно выбрать жидкости с самыми низкими значениями давления пара. Однако жидкости с самым низким давлением пара, как правило, имеют очень высокую вязкость, приводящую к увеличению необходимого крутящего момента для управления вводом вращения. При высоких скоростях это приводит к самонагреванию и повышению локальной температуры (и давления пара) жидкости. Наиболее распространенные жидкости основаны на углеводородах с давлением пара в районе 10^{-10} мм рт. ст. (20 °C). Могут быть также получены жидкости на основе материалов из перфторированного полиэфира (давление пара приблизительно 10^{-12} мм рт. ст.).

Подшипники могут вызывать возникновение частиц в самом процессе, так как в большинстве вводов вращения используется «верховая» конструкция, при которой шарикоподшипник помещается с каждой стороны системы магнитного уплотнения. Подшипник вакуумной стороны генерирует частицы, которые зависят от нагрузки, скорости и смазки. Широко используются консистентные виды смазки с низким давлением пара (материалы из перфторированного полиэфира). Когда требуется исключительно низкое генерирование частиц, в спецификацию могут включаться подшипники с сухой смазкой, но грузоподъемность значительно сокращается, и затраты увеличиваются. В некоторых случаях (например очень высокие скорости) может быть оправдано использование керамических подшипников (очень дорогие). Иногда используется «консольная» подшипниковая схема, в которой оба подшипника расположены со стороны атмосферы уплотнения. Таким образом, подшипники и смазочные вещества отделяются от процесса, но также увеличивается размер и стоимость ввода вращения.

Большая часть *магнитной энергии* ограничивается внутренними областями ввода вращения. Также присутствуют внешние поля, которые, как правило, являются нежелательными. В некоторых вводах вращения используется магнитно уравновешенная конструкция, при которой используются несколько магнитов в конфигурации противостоящих друг другу полей. Это приводит к значительному (но не полному) аннулированию нежелательного внешнего

поля. В видах применения, где внешние магнитные поля представляют собой значительную проблему, потребители должны консультироваться с производителями для получения конкретных рекомендаций до окончательного выбора ввода вращения.

4.3.4. Влияние процесса откачки на работу вакуумного ввода вращения

Большинство рабочих сред (за исключением случаев, когда присутствуют высокие температуры) являются благоприятными, в них отсутствует отрицательное воздействие на эти устройства. Важно иметь в виду необычные случаи, в которых среда угрожает вводу вращения, в особенности в результате проникновения постороннего материала в подшипники или в область жидкости. Четыре таких случая рассматриваются здесь.

Реактивные технологические газы вызывают хаос в магнитных жидкостях на основе углеводородов, приводя к их утечке. В некоторых случаях реактивные газы также приводят к образованию смолистых осадений на подшипниках, которые вызывают механические отказы. Схемы консольных подшипников (оба подшипника на атмосферной стороне уплотнения) защищают подшипники, но не уплотнительную жидкость.

Частицы вещества, генерируемые процессом, могут проникать в область уплотнения. Небольшие количества этого вещества могут заклиниваться в узкий магнитный промежуток между валом и полюсом, вызывая вибрацию вала при его вращении. Иногда используются лабиринтовое или манжетное уплотнение для уменьшения поступления материала. Манжетные уплотнения, используемые таким образом, обязательно приводят к появлению небольших изолированных объемов, которые располагаются между манжетным уплотнением и жидкостными уплотнениями. В некоторых процессах можно смириться с получающимися в результате фактическими утечками.

Растворители, используемые при очистке системы, могут дестабилизировать коллоидную систему магнитной жидкости, приводя к мгновенной крупной утечке. Очищающие растворители должны использоваться осторожно с ограничением количества, используемого в области, соседней к вводу вращения. Когда ввод вращения расположен в нижней части системы с вертикальной ориентацией вала, возможность затопления значительно увеличивается.

Растворители, распыляемые на атмосферный конец ввода вращения, во время поиска больших утечек в прошлом приводили к повреждению многих вводов вращения. Этот прием испытания течей на вводах вращения использоваться не должен.

4.3.5. Критерии выбора материалов

Большинство видов применения хорошо обслуживаются вводами вращения стандартной конструкции. Однако потребители должны знать материалы, которые используются для создания ввода вращения для уверенности в совместимости этих материалов со средой системы, в которой будет работать ввод вращения. В табл. 1 представлены материалы, широко используемые в этих вводах вращения. Производители могут предоставить более конкретную информацию.

Типичные характеристики магнитных жидкостей обобщены в табл. 2. Поскольку эти жидкости имеют торговые марки, данная таблица должна рассматриваться как очень обобщенное описание.

Для большинства видов применения жидкости на основе углеводородов являются вполне удовлетворительными. Жидкости на основе перфторированного полиэфира обеспечивают



Таблица 1. Материалы, используемые для производства вакуумных вводов вращения

Материал	Элемент ввода	Примечания
Нержавеющая сталь, немагнитная	Корпус, фланец	Широко используется 303 и 304
Нержавеющая сталь, магнитная	Вал, полюс	Широко используются обе марки 17—4 PH (SUS 630) и 416
Подшипниковые стали	Шары, кольца Сепараторы (Шариковый сепаратор)	1. SAE 52100 (SUJ 2) является наиболее распространенной 2. 440 (SUS 440 C), используемая в подшипниках, полностью из нержавеющей стали Обычно прессуется из углеродистой стальной полосы. Нержавеющая сталь поставляется по специальному заказу
Магнитные сплавы	Магниты	Магниты обычно изолируются от вакуумного пространства несколькими жидкостными кольцами, поэтому не представляют собой проблему с точки зрения совместимости процесса. Широко используемыми редкоземельными магнитными сплавами являются SmCo и NdFeB. Также используются магниты AlNiCo
Эластомеры	Статические уплотнительные кольца	Уплотнительные кольца Viton® используются для обеспечения статического вакуумного уплотнения между корпусом и полюсом
Углеводороды, фторуглероды	Магнитные жидкости	Формулы являются фирменными. Основным компонентом является базовое масло, которым, как правило, является алкилнафталин. Krytox® или Fomblin®. См. табл. 2
Клен	Эпоксидные смолы и клеящие составы	Эпоксидные смолы, если они используются, обычно изолируются от вакуумного пространства несколькими жидкостными кольцами, поэтому обычно не представляют собой проблему с точки зрения совместимости процесса Если присутствуют сепараторы с резьбой на вакуумной поверхности, возможно, что были использованы некоторые запирющие составы. В таких случаях за подробностями обращайтесь к производителю

Таблица 2. Свойства материалов магнитной жидкости

Базовая жидкость	Углеводород	Фторуглерод	
Давление пара, мм рт. ст. при 20 °C при 100 °C	$6 \cdot 10^{-10}$ $2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-11}$ $5 \cdot 10^{-7}$	Фторуглеродные жидкости (Krytox®, Fomblin®) имеют более низкое давление пара.
Вязкость, сантипуаз при 20 °C	300	5 000	Углеводородные жидкости имеют более низкую вязкость, более низкое сопротивление.
Намагничивание, гаусс	450	200	Углеводородные жидкости «с точки зрения намагничивания сильнее», могут обеспечивать более высокое давление с меньшим количеством ступеней.

более низкие значения давления пара, но характеризуются значительно более высоким сопротивлением среды и могут требовать большого количества ступеней уплотнения (больших вводов вращения).

4.3.6. Примеры эксплуатации

4.3.6.1. Вводы вращения, работающие в облегченном режиме

Примеры этой категории включают затворы для испарения и источники осаждения напылением, системы позиционирования для многокамерных источников электронно-лучевого напыления, позиционеры образца и диски прерывателя. Диаметр вала, как правило, равен от 6 до 10 мм. На рис. 3 показано три вида установки популярных вилов продукции с диаметром вала 6,35 мм.

4.3.6.2. Уплотнение полого вала

Если валы большие, сложные или подлежащие конструкционным изменениям, удобно использовать вводы вращения с полым валом. Вводы вращения с полым валом обеспечивают полный комплекс подшипников и уплотнений, в котором вал представляет собой трубу или гильзу с точно контролируемым внутренним диаметром. Потребитель подсоединяет этот комплекс к валу, формируя комплектный узел, подходящий для вида применения. Требуется статическое уплотнение-кольцо между внутренним диаметром полого вала и наружным диаметром вала потребителя. Требуется положительное средство приведения полого вала через вал потребителя для обеспечения того, чтобы вал потребителя не перемещался относительно полого вала, что повредило бы статическое уплотнение-кольцо. На рис. 4 показан типичный случай эксплуатации.

4.3.6.3. Вращение тигля и установка для вытягивания монокристаллов кремния методом Чохральского

На рис. 5 показано, как ввод вращения магнитной жидкости используется в процессе, где генерируется большое количество мелко разделенной пыли (SiO), под действием которой быстро ухудшается состояние подшипников и уплотнения. Конструкция консольного подшипника разделяет подшипники и процесс, а манжетное уплотнение изолирует уплотнение магнитной жидкости от процесса, увеличивая число циклов процесса, которое может быть осуществлено до тех пор, как будет нужно обслужить уплотнение. Эта продукция имеет специальную конструкцию.

4.3.6.4. Соосный ввод вращения для захвата робота

Роботизированные захваты широко используются для манипуляции с кремниевыми заготовками для интегральных схем и дисплеями с плоской панелью в многоинструментальной обработке и другом оборудовании для обработки полупроводников. Требуется два независимых движения. Один из способов достижения этого заключается во вложении одного ввода вращения внутри другого, как показано на рис. 6. Эта продукция имеет специальную конструкцию.

4.3.7. Сравнение вакуумных вводов вращения с другими типами вакуумных вводов

В табл. 3 сравниваются вводы вращения с магнитно-жидкостным уплотнением с тремя другими типами. Вводы вращения с магнитно-жидкостным уплотнением обеспечивают очень высокую надежность и не требуют никакого технического обслуживания, поскольку жидкий уплотнительный элемент не подлежит никакому присущему ему механизму износа. Ва-

Вакуум

Атмосфера

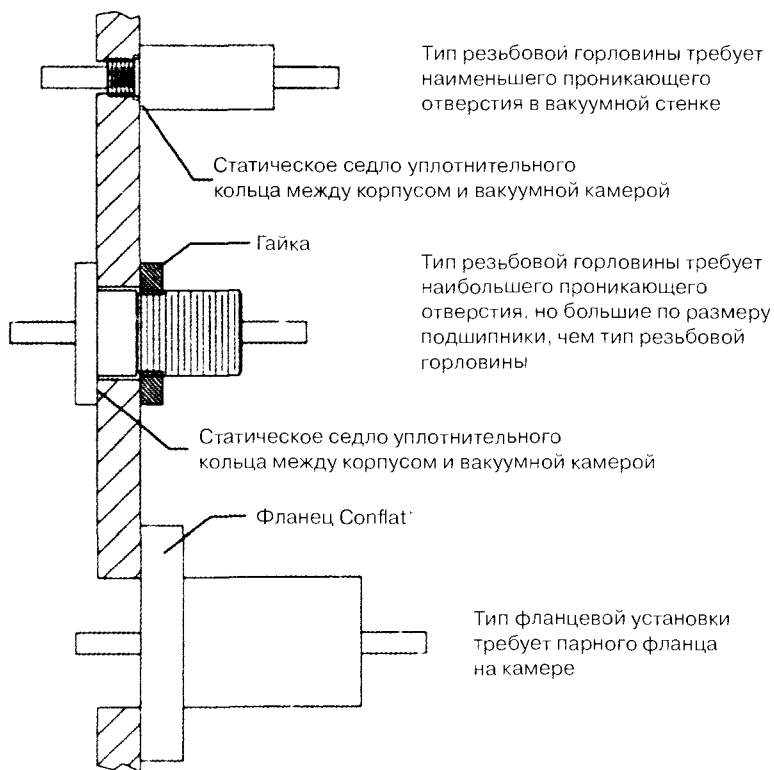


Рис. 3. Вводы вращения, работающие в облегченном режиме (диаметр вала 6,35 мм)

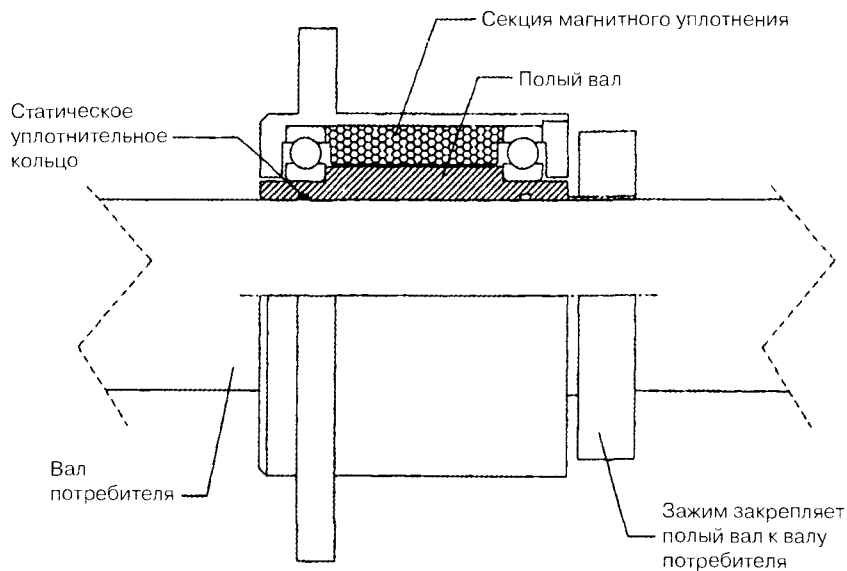


Рис. 4. Уплотнения полого вала

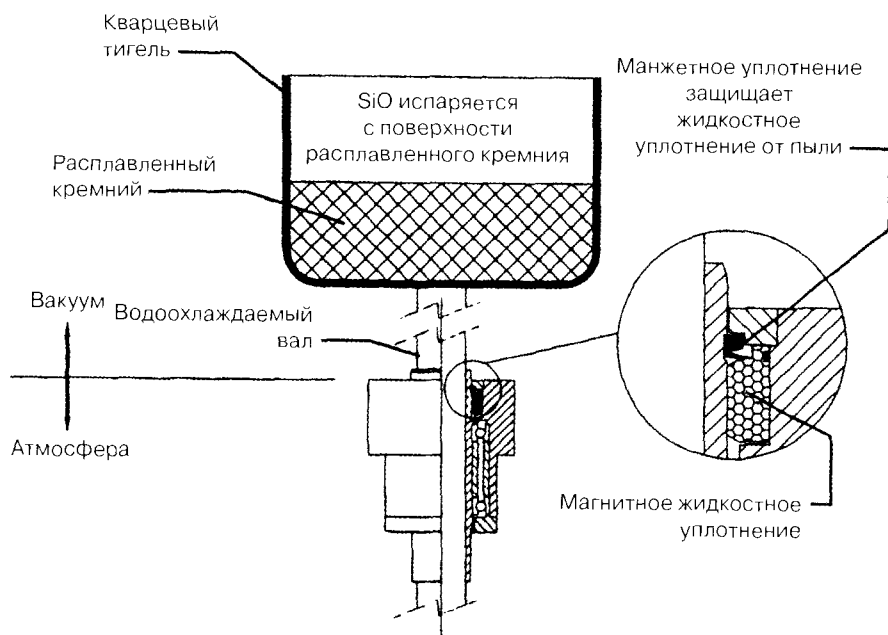


Рис. 5. Система выращивания кристаллов кремния

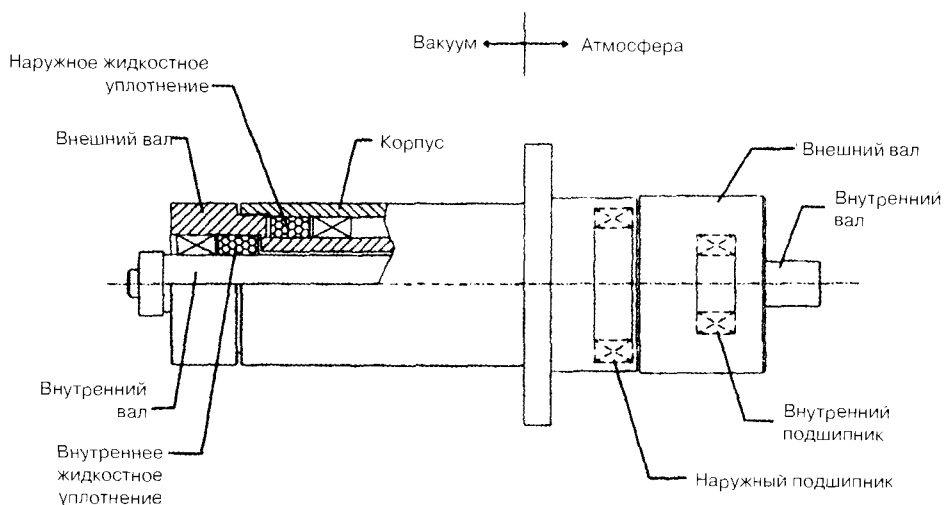


Рис. 6. Соосный ввод вращения для роботизированной руки

лы непрерывны от атмосферы к вакууму, создавая в результате этого высокий крутящий момент и нулевой боковой зазор. Вспомогательные устройства (дифференциальные насосы, защитный вакуум) обычно не требуются. Поскольку магнитные жидкости являются вязкими, вводы вращения характеризуются заметным сопротивлением: этот фактор приобретает большое значение при высоких скоростях или с приводными системами низкой мощности.

Таблица 3. Сравнение четырех типов ввода вращения

Критерии сравнения	С магнитно-жидкостным уплотнением	Манжетные уплотнения и уплотнения-кольца	Сифон уплотнения с гнущим валом	Уплотнения с магнитным соединением
Надежность	Высокая	Низкая	Умеренная	Высокая
Техническое обслуживание	Нет	Высокая	Умеренная	Нет
Крутящий момент	Высокий	Высокий	Низкий	Возможна пробуксовка
Боковой обзор	Нет	Нет	Да	Может быть большим
Защитный вакуум	Требуется только для опасных ситуаций	Требуется часто	Нет	Нет
Термическая обработка до 150 °C	Только если имеется водяное охлаждение	Соответствует для уплотнительных колец из Витона (Viton®)	Да	Да
Внутреннее сопротивление	От умеренного до высокого	Низкое	Низкое	Низкое

4.4. Вакуумные смотровые окна

Чак Крафт
Larson Electronic Glass

4.4.1. Материалы

Для смотровых окон в системах высокого и сверхвысокого вакуума чаще всего применяют три материала: стекло, кварц и санфир. Выбор материала часто зависит от стоимости, характеристик светопропускания, температуры термической обработки, типа и материалов, используемых для уплотнения смотрового окна.

Стекланные смотровые окна, наиболее широко используемые и наименее дорогие из трех вариантов, предлагаются в широком диапазоне разных диаметров. Коэффициент светопропускания составляет приблизительно 90% при длинах волн светового излучения от 0,32 до 2,6 микрона. Стекланные смотровые окна обрабатываются термически до 400 °C. Смотровые окна нулевой длины, где поверхность стекла ниже фланца, имеют уплотнение Kovar®¹. Также имеются немагнитные смотровые окна со стеклом, между которым и концом трубы из нержавеющей стали имеется уплотнение. Смотровое окно обычно устанавливается так, что труба выходит из вакуумной камеры. При значениях диаметра до 4 дюйма труба переворачивается, и стекло помещается рядом с объектом внутри камеры. Трубчатые смотровые окна Kovar® могут выполняться таким же образом.

Кварцевые смотровые окна имеют коэффициент светопропускания, равный приблизительно 90% для световых волн в диапазоне от 0,3 до 2,5 микрона и от 0,2 до 2,0 микрона для ультрафиолетового света. Они предлагаются как нулевой, так и стандартной длины. Кварцевое смотровое окно стандартной длины имеет кварцевый диск, установленный на трубе. Кварцевые смотровые окна имеют уплотнение в местах стыка с рамами из нержавеющей ста-

¹ Kovar® — это зарегистрированная торговая марка Carpenter Technology. Kovar — это сплав железа, никеля и кобальта, используемый для уплотнения стекла.

ли в виде низкотемпературного паяльного сплава. Температура термической обработки ограничивается 200 °С.

Сапфировые смотровые окна имеют самый широкий диапазон коэффициента светопропускания, который составляет более 80% при длине волны 0,3—4,0 микрона и от 0,25 до 4,5 микрона для сапфира, предназначенного для ультрафиолетового излучения. Эти смотровые окна уплотнены высокотемпературным материалом и могут выдерживать температуры термической обработки до 450 °С. Рама (оправа) из Kovar®.

4.4.2. Системы монтажа и меры предосторожности

Существуют смотровые окна трех типов с разнообразными установочными фланцами, а также, за исключением окон нулевой длины из стекла и кварца, без фланцев. При использовании важно не создавать напряжений в уплотнении, которое может привести к растрескиванию и поломке. Двумя типами напряжения являются: механическое напряжение и тепловое напряжение. Механическое напряжение создается от неравномерного давления, приложенного к раме смотрового окна. Болты фланца должны затягиваться по перекрестной схеме, и не следует допускать соприкосновения посторонних предметов с рамой стекла. Тепловое напряжение — это результат неравномерного нагревания, действующего на раму и/или стекло во время сварки, термической обработки или при фактическом использовании в системе. Смотровые окна предназначаются для использования в вакууме. Стекловолоконные смотровые окна нулевой длины должны устанавливаться в нормальной конфигурации. Немагнитные стекловолоконные смотровые окна диаметром до 4 дюймов, а также кварцевые и сапфировые смотровые окна могут устанавливаться с вакуумом на одной из двух сторон. Следует предпринимать меры предосторожности и избегать перепадов давлений более 1 атм. В некоторые случаи для защиты операторов и оборудования следует предусмотреть предохранительные клапаны давления или экранирование.

4.5. Конструкционные материалы вакуумных систем

Джанда К. Панин

Сандия Нэшнел Лаборатория

4.5.1. Свойства материалов для вакуумных систем

Газовая нагрузка в вакуумной системе сильно зависит от материалов, используемых для создания системы, а также от их подготовки и поддержания эксплуатационных свойств. Материалы увеличивают газовую нагрузку двумя способами: 1) испарение, сорбция и газовыделение; 2) диффузия и проницаемость.

4.5.1.1. Испарение, адсорбция, абсорбция (поглощение) и газовыделение

Испарение

Давление пара можно определить как давление, при котором испарение материала или скорость сублимации (возгонки) равняется его скорости конденсации. Если вы откачиваете систему ниже давления пара материала, материал сублимируется или испаряется. Как правило, давление пара увеличивается при увеличении температуры. При данной температуре и давлении, скорость сублимации или испарения можно прогнозировать по давлению пара, используя термодинамическую теорию [1].



Желательно использовать материалы с низким давлением пара, например, коррозионно-стойкую сталь, стекло и полиимид. Отдельные характеристики различных материалов представлены в табл. 1—4. Эти данные можно использовать при выборе металлов, сплавов и некоторых составов и соединений.

Таблица 1. Некоторые характеристики полимерных материалов

Материал	Стоимость	Максимальная рабочая температура	Изготовление	Скорость газовыделения (20—25 °С)	Давление пара при комнатной температуре	Примечания
Силиконовый каучук	Средняя	150 °С	Относительно простое	$10^{-7} \frac{\text{Т} \cdot \text{л}}{\text{см}^2 \cdot \text{сек}}$ при откачке в течение 4 часов	—	Избегать составы с уксусной кислотой и уксусными ангидридами Высокая теплопроводность (для полимера)
Политетрафтор Этилен (Тefлон®)	Средняя	150—200 °С	Простое	—	$10^{-5}—10^{-7}$ Т	Химически инертный Низкий коэффициент трения Полезный диэлектрик Давление пара зависит от предшествующего нагревания
АПИЕЗОН W	Средняя	80 °С	Простое	—	$<10^{-7}$ Т	Хрупкий, легко ломается
Лак Глиптал Glyptal®	Низкая	80 °С	Простое	—	$2 \cdot 10^{-4}$ Т	Стандарт, проверенный временем
Полиимид	Средняя	150—200 °С	Простое	$5 \cdot 10^{-8} \frac{\text{Т} \cdot \text{л}}{\text{см}^2 \cdot \text{сек}}$ при откачке в течение 4 часов	—	Свойства зависят от предшествующего нагревания — выделение газа сравнимо с коррозионностойкой сталью < 200 °С Полезный диэлектрический клей Поглощает 2—3% воды
Полиметил Метакрилат (РММА — Ассоциация изготовителей пластмасс, Люсинг, Плексиглас®)	Низкая	80 °С	Простое	$120 \cdot 10^{-8} \frac{\text{Т} \cdot \text{л}}{\text{см}^2 \cdot \text{сек}}$ при откачке в течение 3 часов	—	Выделяет воду
Поливинилхлорид (жесткий) (ПВХ)	Низкая	80 °С	Простое	$40 \cdot 10^{-8} \frac{\text{Т} \cdot \text{л}}{\text{см}^2 \cdot \text{сек}}$ при откачке в течение 3 часов	—	Требуется совместимых с вакуумом клеев Освобождает воду от газа

Таблица 2. Некоторые характеристики керамики

Материал	Стоимость	Максимальная рабочая температура	Изготовление	Температура при $V.P. = 10^{-6}$ мм рт. ст.	Примечания
SiO ₂ Кремнезем Стекло Кварц Al ₂ O ₃ Глинозем	Низкая— средняя	500 °C (Натриевое стекло) 1600 °C (Кварц)	Требуется специальная подготовка	~800 °C	
Альфа фаза (Сапфир или корунд)	Высокая	2000 °C	Требуется специальные приемы	~1000 °C	Выдерживает тепловой удар Хороший тепловой провод- ник (для керамики) Твердый, химически инертный, прозрачный
Анодная окись алюминия (гамма-фаза)	Средняя	200 °C	—	Выделяет газ $6 \cdot 10^{-6} \frac{\text{г} \cdot \text{л}}{\text{см}^2 \cdot \text{сек}}$ после 3 часов откачки при 20 °C	Пористый материал — вы- деляет захваченную воду и т.д. Свойства изменяются в за- висимости от процесса об- разования
ZrO ₂ Диоксид цир- кония BeO	Средняя	2700 °C	—	~1100 °C	
Окись берил- лия	Средняя	2500 °C		~1350 °C	Ядовита в пылеобразном виде

Примечание: $V.P.$ — это давление пара.

Адсорбция, абсорбция (поглощение) и газовыделение

Адсорбцию можно определить как конденсацию тонких мономолекулярных пленок на твердой поверхности. Абсорбция (поглощение) — это конденсация, при которой молекулы конденсата проникают вглубь твердого вещества. Газовыделение происходит, когда адсорбированные или абсорбированные вещества испаряются по мере откачки и/или нагревания вакуумной системы при высоком давлении пара. Иногда твердое вещество, жидкость или пленки газа высокого давления пара химически «приклеиваются» к поверхности (хемосорбция). Если это происходит, то скорость действия до режима высокого вакуума и ниже может значительно замедляться по мере того, как пленка медленно отделяется от своего субстрата.

Вода, легко химически сорбирующаяся на большинство металлических и керамических поверхностей, когда элементы вакуумной системы находятся под действием лабораторного воздуха, является особенно вездесущим и постоянно поглощаемым веществом. Вода представляет собой особую проблему, когда в ней происходит газовыделение, потому что низкие значения парциального давления воды в значительной степени мешают многим процессам и измерениям, выполняемым в практических вакуумных системах. Проблему можно уменьшить благодаря вентилированию системы с помощью сухого азота для покрытия поверхностей газом, который сорбируется не так прочно, как хемосорбированная вода во время откачки.

Таблица 3. Некоторые характеристики металлов

Материал	Стоимость	Максимальная рабочая температура	Изготовление	Температура, где $P_v = 10^{-6}$ Па	Примечания
Алюминий	Низкая	660 °С	Средняя сложность	812 °С	Металл мягкий и пластичный — является более полезным в качестве сплава
Кадмий	Низкая	320 °С	Простое	119 °С	Ядовитый, легирующий компонент — не подходит для вакуумных систем
Хром ¹	Средняя	~1850 °С	Трудное	977 °С	Твердый, хрупкий, инертный
Медь ^{2,3}	Средняя	1083 °С	Средняя сложность	852 °С	
Золото	Высокая	1064 °С	Простое	947 °С	Инертный, мягкий, хороший прокладочный материал, хорошая трибологическая пара с твердыми поверхностями
Железо (чугун) ¹	Низкая	1535 °С	Средняя сложность	1032 °С	Отличный проводник тепла при низких температурах
Свинец	Низкая	328 °С	Средняя сложность	429 °С	Ядовитые оксиды, пыль
Магний	Средняя	649 °С	Средняя сложность	246 °С	Используется в алюминиевых сплавах Пыль пожароопасна
Молибден ¹	Средняя	2610 °С	Средняя сложность	1822 °С	Мягкий и пластичный
Никель ¹	Низкая	1455 °С	Средняя сложность	1072 °С	Деталь легко затвердевает
Рений	Высокая	2180 °С	Средняя сложность	2217 °С	
Серебро	Средняя	962 °С	Средняя сложность	685 °С	Хорошая трибологическая пара с твердыми поверхностями Остерегаться химических реакций
Тантал	Средняя	2996 °С	Средняя сложность	2237 °С	
Олово ³	Низкая	232 °С	Средняя сложность	807 °С	Мягкий — хороший низкотемпературный прокладочный материал
Титан	Средняя	~1660 °С	Трудное	1227 °С	Твердый
Вольфрам	Средняя	3410 °С	Трудное	2407 °С	Хрупкий Остерегаться оксидов
Цинк ²	Низкая	420 °С	Легкое	177 °С	Не подходит для высокого вакуума

Примечание: P_v — это давление пара.

¹ Легирует сталь.

² Легирует латунь.

³ Легирует бронзу.

Таблица 4. Некоторые характеристики прочих материалов, часто используемых в качестве легирующих элементов

Материал	Стоимость	Максимальная рабочая температура	Изготовление	Температура, где $P_v = 10^{-6}$ ГПа	Примечания
Углерод	Графит — низкая Алмаз — высокая	— —	Графит — легкое Алмаз — трудное	1860 °С	Алмаз при ~1200 °С превращается в графит Углерод сублимируется
Фосфор	—	—	—	88 °С	Легирующий элемент <i>Не подходит для вакуумных систем</i>
Кремний	Средняя	1410 °С	Требует специальных приемов	1147 °С	

Примечание: P_v — это давление пара.

С помощью гладких, непористых, относительно химически инертных материалов, которые легко поддаются очистке, а также применяя соответствующие приемы очистки, можно уменьшить газовую нагрузку, вызываемую газовыделением. Работоспособность материала зависит не только от внутренних присущих материалу свойств, но также от того, насколько хорошо он очищен (см. подраздел 4.9). В зависимости от того, требуется ли средний, высокий или сверхвысокий вакуум, могут использоваться более агрессивные процедуры очистки и содержания систем для удаления загрязняющих веществ высокого давления пара. (Инструменты, а также руки в перчатках, соприкасавшиеся с вакуумными материалами, тоже должны быть чистыми.)

4.5.1.2. Растворимость, проницаемость и диффузия

Растворимость, диффузия и проницаемость определяются физико-химическими свойствами материала, размером кристаллической решетки и микроструктурой. Газы и некоторые другие вещества высокого давления пара легко растворяются во многих твердых веществах. Если эти материалы используются в вакуумной системе, растворенные вещества высокого давления пара могут диффундировать к поверхности и увеличивать газовую нагрузку. Если эти материалы используются для изготовления вакуумной камеры, растворимые газы могут проникать через стенки и увеличивать газовую нагрузку [2]. Например, большие количества водорода могут растворяться в палладии, платине и никеле. Значительные количества водорода могут диффундировать из вакуумного зажимного приспособления, изготовленного из сырья, содержащего растворенный водород. Аналогичным образом значительные количества гелия могут пропускаться через стекло и стеклянный кварц. Вода и воздух проникают через большее количество полимеров.

Скорости проницаемости и диффузии увеличиваются в зависимости от температуры. Проницаемость увеличивается при уменьшении толщины камеры. Законы Флика прогнозируют, как скорости диффузии и проницаемости материала изменяются в зависимости от перепадов давления, температуры и толщины стенки [3].

Пористые материалы с открытыми ячейками, в частности такие, как металлическое литье, а также горячепрессованная или спеченная керамика, позволяют газу проникать в вакуум, хотя это не проницаемость в том смысле, в котором это слово обычно понимается вакуумными технологами.

4.5.2. Материалы вакуумной камеры

Для камер систем высокого и сверхвысокого вакуума широко используются стекло, кварц, сапфир, коррозионностойкая сталь и алюминий. Более экономичные и легко поддающиеся механической обработке материалы, такие как медь, латунь, некоторые полимеры и малопористая керамика (Масог[®], спеченные материалы, анодная керамика или полученная плазменным напылением оксида алюминия, циркония и т. д.), применяются в условиях среднего и высокого вакуума при форвакуумировании и в форвакуумных линиях, а также в средах высокого вакуума, присутствующих во многих практических системах физического и химического осаждения паров, инструментах для производства микроэлектроники, плазменного травления, в установках сушки посредством вымораживания и т. д.

4.5.2.1. Стекло

В середине 1960-х годов большинство систем среднего, высокого и сверхвысокого вакуума создавались с использованием стекла. Стекло — дутье для научных целей было частью образования большинства экспериментаторов [4]. Клапаны и соединения состояли из шлифованных стеклянных стыков со смазкой для стеклянных кранов и иногда включали уплотнительные кольца или предусматривали применение лака Glyptal[®] и «черного воска» (апъезона) [5]. В настоящее время по крайней мере одна компания занимается распространением на рынке сравнительно широкой гаммы стеклянных вакуумных компонентов. Стеклянные системы обеспечивают ряд преимуществ. Они относительно дешевые (в особенности если производитель способен получать стеклянное дутье). Процессы, происходящие внутри камеры, например вакуумное осаждение, химический синтез или сушка вымораживанием, хорошо видны. Стекло гладкое, имеющее относительную химическую инертность и легко очищается для вакуумных случаев применения.

Стеклянным системам свойственно несколько возможных проблем. Стекло является хрупким. Хотя оно прочное при сжатии, но характеризуется малым пределом прочности при растяжении. (Хорошо сконструированная стеклянная система будет обеспечивать сжатие зон, подвергающихся высоким значениям механического напряжения. Например, уплотнения стыков стекло—металл должны содержать слои стекла с градуированными тепловыми коэффициентами расширения. Последовательность подобранных стекол должна быть разной в зависимости от того, нагревается или охлаждается деталь во время ее использования.) Мягкое натриево-кальциево-силикатное стекло и в определенной степени боросиликатное стекло (Pyrex[®]) имеют слабую термостойкость и размягчаются при температурах, превышающих 500—600 °С. Натрий в мягком стекле и бор в Pyrex[®] могут вызывать химическое загрязнение некоторых процессов, используемых для производства кремниевых микроэлектронных устройств. (Кварц выдерживает тепловой удар более успешно, размягчается при более высоких температурах и не загрязняет кремниевые устройства; манипулирование с кварцем требует более совершенных навыков стеклянного дутья, поскольку кварц характеризуется ярко выраженной склонностью к расстеклованию, если он не подвергается соответствующему отжигу.) Если стеклянная или кварцевая система не подвергается термической обработке под вакуумом в течение продолжительного периода времени, выделение пара, получаемого из межзубовой и поглощенной воды, ограничивает конечное давление. И наконец диффузия и проницаемость гелия, в особенности для систем с тонкой стенкой при повышенных температурах, ограничивают фоновое давление.

4.5.2.2. Сталь

Доступные немагнитные компоненты вакуумной системы из коррозионностойкой стали 304, 316 или 317 предлагаются несколькими компаниями. (Коррозионностойкая сталь 303 не подходит для использования в высоком вакууме, поскольку в нее в качестве легирующих элементов для улучшения механической обрабатываемости на станках включены материалы с высоким давлением пара — сера, фосфор и селен.)

Системы из коррозионностойкой стали обеспечивают множество преимуществ. Коррозионностойкая сталь является прочной и устойчивой ко многим химическим веществам. Существуют документально оформленные технологии и запатентованные фирменные процессы по очистке и полировке коррозионностойкой стали (см. подраздел 4.9). Для выполнения соответствующих приемов соединения обеспечен выбор сварки вольфрамовым электродом в среде инертного газа, точечной сварки, высокотемпературной пайки и пайки серебром. Когда в клапанах и уплотнениях используются прокладки из мягкой меди или золота, стальные системы могут подвергаться термической обработке для десорбции загрязняющих веществ и уменьшения предельного давления. Крупномасштабное производство деталей для склада и конкуренция позволили сократить затраты. Поскольку на рынке предлагается широкое разнообразие вакуумных компонентов из коррозионностойкой стали, модифицированные согласно требованиям заказчика камеры часто могут собираться путем простого крепления болтами уже готовых элементов, подобранных из каталогов. Элементы, не продаваемые на рынке, могут быть изготовлены токарями и сварщиками при условии наличия некоторого специализированного обучения и аккуратности. Разумный выбор готовых и находящихся в запасах элементов, тщательная очистка и сборка, а также регулярная термическая обработка при повышенных температурах позволяют в результате получить систему, способную работать при предельных давлениях в диапазоне высокого и сверхвысокого вакуума.

С коррозионностойкой сталью связано несколько возможных проблем. Сырье изначально является дорогим и тяжелым. Немагнитные виды коррозионностойкой стали требуют более совершенных навыков механической обработки, чем в случае других металлов, в частности таких, как никель и определенные сплавы алюминия. (Если коррозионностойкая сталь не подвергается механической обработке именно при той скорости, которая необходима, а также при наличии достаточного количества смазочно-охлаждающей жидкости, она затвердевает при обработке.) В результате фазовых превращений немагнитные виды коррозионностойкой стали деформируются при температурах свыше 500—600 °С. Коррозионностойкая сталь подвергается отрицательному воздействию некоторых химически агрессивных газов и плазм — фтора и хлора [6]. Тяжелые металлические побочные продукты, получаемые в результате эрозии или напыления со стороны коррозионностойкой стали, могут вызывать неприемлемое загрязнение. (Производители кремниевой микроэлектроники, а также производители, связанные с ядерным синтезом с магнитным удержанием плазмы, особенно обеспокоены малыми количествами тяжелых металлических загрязняющих веществ, вызываемых корродированными или напыленными зажимными приспособлениями из коррозионностойкой стали.) Водород диффундирует внутрь и проникает через коррозионностойкую сталь, ограничивая предельное давление. Нагревание увеличивает скорость диффузии и проницаемости. Скорость диффузии также зависит от состава. Водород проникает через хромистую сталь со скоростью, составляющей от 0,1 до 0,01 скорости, с которой он проходит через чистое железо. Добавка



углерода к железу с целью получения мягкой стали увеличивает скорость диффузии водорода. Углерод также создает фон из оксида углерода.

Если фоновые давления водорода и оксида углерода не вызывают проблем, то «мягкая» (низкоуглеродистая, холоднокатаная) сталь представляет собой хороший вакуумный материал, если поверхность свободна от ржавчины. Мягкие стали могут покрываться гальваническим слоем меди, затем никеля или меди и никеля с последующим покрытием хромом во избежание проблем с ржавчиной (и увеличения твердости поверхности). Мягкая сталь представляет собой экономичную альтернативу коррозионностойкой стали для изготовления больших вакуумных систем с умеренными показателями эффективности работы. Проблемы возникают, если непреднамеренно закупается пористое литое сырье или сырье с высоким содержанием серы. Конечно, мягкая сталь является магнитной и поэтому не подходит для систем, в которых присутствуют сильные магнитные поля.

4.5.2.3. Алюминий и его сплавы. Анодированные покрытия

В подразделе 4.8 «Конструкции вакуумных систем на основе алюминия» приводится подробная информация в отношении использования алюминия в качестве вакуумного материала. В последние годы возросла популярность алюминия как материала для создания вакуумных камер. Алюминиевые элементы вакуумных систем представляют собой альтернативу стеклу благодаря отсутствию проблем с диффузией гелия и стали — из-за отсутствия диффузии водорода. (Скорость, с которой водород диффундирует в алюминий, на три-четыре порядка ниже скорости диффузии в коррозионностойкой стали.) Как правило, алюминиевое сырье дешевле коррозионностойкой стали. Алюминий можно анодировать в целях увеличения его коррозионной устойчивости к некоторым химически реактивным рабочим газам. Анодированные покрытия оксида алюминия обладают полезными диэлектрическими свойствами для электрической изоляции или формирования плазм. Некоторые типы анодированных покрытий являются крайне твердыми.

Если алюминиевые элементы вакуумных систем обрабатываются своими силами и требуется выполнить точные допуски, а также желательно получить низкие значения фонового давления, обязательно необходимо уделить внимание подбору сырья. Если этот металл подвергается действию химически коррозионной среды или если в спецификации указывается, что детали должны покрываться толстым, однородным, косметически привлекательным анодным слоем, в этом случае создаются дополнительные ограничения на выбор алюминиевого сплава. Литые алюминиевые сплавы и холоднокатаная плита могут быть пористыми и неприемлемыми для использования в качестве вакуумных материалов. Алюминиевые сплавы серии 7000 содержат легирующий элемент с высоким давлением паров — цинк; цинк также мешает образованию однородной анодной пленки. Алюминиевые сплавы серии 2000 содержат медь в качестве легирующего элемента. Медь может вызывать образование пятен, если этот сплав анодируется, или инициировать локализованную коррозию в химически агрессивных средах; зачастую эти тенденции не являются причиной для беспокойства, и сплавы серии 2000 представляют собой хорошие материалы для сверхвысокого вакуума. Самыми надежными являются системы сверхвысокого вакуума из экструзивных сплавов серии 1000 и 6000. Механическая обработка этих сплавов в сухой среде, содержащей 95% аргона и 5% воздуха, значительно уменьшает газовыделение в самых современных вакуумных системах. Коммерчески чистый алюминий серии 1000 (а также сплавы серии 5000 с магнием) — это мягкий, крайне ковкий и

трудно поддающийся механической обработке по прецизионным допускам материал. Сплавы серии 6000, в особенности 6061-Т6, — это относительно твердый, хорошо обрабатываемый и относительно легко поддающийся сварке или пайке материал. Деформационно упроченный 6061-Т6 имеет достаточную прочность для того, чтобы выдержать острую кромку, образуемую вакуумным герметичным уплотнением с чистыми и/или подвергнутыми отжигу алюминиевыми прокладками. Сплавы серии 6000, сплавы серии 1000 и сплавы серии 5000 имеют общее преимущество, заключающееся в том, что они легко могут анодироваться.

Состав и микроструктура анодированного покрытия из оксида алюминия могут колебаться в широких пределах в зависимости от выбранного сплава и параметров процесса анодирования [7]. В результате некоторых процессов анодирования при 0 °С в растворах серной и шавелевой кислоты образуются относительно плотные черные «твердые покрытия» Martin® или Sandford®, превосходящие по твердости хромистую сталь. Как правило, в фосфорной кислоте образуются анодированные покрытия с крайне большими порами. Покрытия с порами, имеющими диаметр приблизительно равный 10–30 мкм, образуются в серной и шавелевой кислоте при комнатной температуре. Анодированные покрытия с крайне малыми порами образуются в хромистой кислоте. Кроме кислоты, выбранной для электролитической ванны, пористость также зависит от того, каким образом управляется процесс. Как правило, увеличение концентрации кислоты, температуры электролита и напряжения элемента приводит в результате к получению более пористых покрытий. Потребление постоянного по величине, постоянного по характеру тока по сравнению с током, характеризующимся прерываниями, или по сравнению с импульсным током приводит к более пористым покрытиям. Более толстые покрытия имеют тенденцию быть более пористыми. Некоторые анодированные покрытия раскрашиваются для потребителей, которых интересует косметический внешний вид. Но такие покрытия могут быть нежелательными для использования в вакууме. Часто покрытия герметизируются посредством погружения в кипящие растворы соли в воде для улучшения коррозионной устойчивости и косметического внешнего вида. Каждый из этих вариантов процесса может значительно изменить спектр остаточных загрязняющих веществ, вводимых в вакуумную систему. Вода и захваченные побочные продукты электролита, которые десорбируются из этого пористого, анодированного алюминия, могут оказывать воздействие на процессы, осуществляемые в этих системах, в особенности при повышенных температурах.

Иногда относительно тонкие, пористые, невзрачные коричневато-желтые или зеленые покрытия химической конверсии фосфорной и хромистой кислоты, например Alodine®, наносятся на алюминий в качестве дешевой альтернативы анодированию. Такие покрытия, вероятно, ухудшают эффективность вакуума.

Может возникать несколько проблем при выборе вакуумных зажимных приспособлений и камер из алюминиевого сплава. Варианты выбора, а также возможности избежать или учесть некоторые проблемы при конструировании подробно описаны в подразделе 4.8. Кристаллическая структура многих алюминиевых сплавов необратимо изменяется при относительно низких температурах (~400 °С). Некоторые сплавы необратимо коробятся при повышенных температурах. Алюминий не обладает такой же прочностью, как сталь, и размягчается значительно при повышенных температурах (начиная с температуры выше 250 °С). Слой плотного, твердого, относительно химически инертного, возникшего под действием воздуха оксида алюминия толщиной от 3 до 30 мкм присутствует почти всегда. Если тонкий слой естественного оксида нарушается или повреждается, алюминий может быть химически реактивным. Есте-

ственный оксидный слой ограничивает количество приемов, которые могут использоваться для соединения алюминиевых деталей. На рынке предлагаются алюминиевые припои, содержащие алюминий, цинк и индий в качестве смачивающего элемента, но они не соответствуют вакуумным случаям применения. Стыки высокого качества могут образовываться посредством сварки в инертном газе.

4.5.3. Специальные материалы для вакуумных камер

Ученые и технологи зачастую выдвигают требование о том, чтобы в практических вакуумных системах имела место электрическая проводимость или изоляция, теплопроводность или теплоизоляция, а также смазка. Иногда проблемы вызывают затраты — в особенности когда создаются большие уникальные вакуумные системы. В данном разделе приводятся рекомендации по выбору материалов для конкретных видов применения.

4.5.3.1. Электрические и тепловые проводники и изоляторы

Электрические проводники

Бескислородная медь с высокой проводимостью (БМВП) — это отличный электрический проводник. Гладкая, чистая медь (БМВП) — это отличный вакуумный материал. К сожалению, медь является химически активной и легко окисляется под действием воздуха, воды или диоксида углерода при повышенных температурах. Большие площади меди с несколько окисленными поверхностями (и адсорбированной водой) будут значительно замедлять откачку в диапазоне высокого и сверхвысокого вакуума. Если требуется высокий и сверхвысокий вакуум, на поверхность меди следует наносить гальваническое покрытие менее химически реактивных металлов, в частности таких, как золото, хром и/или никель. Если осаждаются хром или золото, технолог должен обеспечить, чтобы гальваник нанес плотные, гладкие покрытия, относительно свободные от органических присадок, которые придают материалу яркость и выравнивают его, а также обладают высоким давлением пара. Если гальваническое производство не проявит аккуратности и не будет адекватно контролировать технологию нанесения гальванопокрытия, производимые им покрытия из хрома или золота будут грубыми, пористыми и «насыщенными» захваченным водородом. Покрытия из золота сверхвысокой чистоты (осаждаемые из цианидовой ванны без реагентов, придающих блеск или гладкость) имеют поверхность матового вида с большой площадью, где могут выделяться излишние количества сорбированного вещества. Лучшим компромиссным решением могло быть нанесение тонких и гладких плотных «ярких» золотых или хромовых покрытий из ванны, содержащей небольшие концентрации органических присадок, после чего нужно выполнить термическую обработку в вакууме зажимных приспособлений с гальванопокрытием для разложения и выделения захваченных органических веществ и улучшения эффективности действия вакуума. Если деталь с гальваническим покрытием будет использоваться при повышенных температурах на протяжении продолжительного периода времени, тогда следует осаждать никелевый подслои на медные зажимные приспособления. Это никелевое покрытие служит в качестве диффузионного барьера. Следует также отметить, что как медь, так и золото легко распыляются; поверхности меди и золота должны быть защищены от плазмы и потоков частиц.

Серебро — это отличный электрический проводник. К сожалению, серебро может быть химически неустойчивым материалом (смотрите подраздел 4.5.3.4). Серебро следует покрывать гальваническим слоем золота во избежание химических проблем.

Если требуется небольшая проводимость, можно использовать тантал, рений, титан, молибден, вольфрам, никель или алюминий. Каждый из этих металлов имеет как хорошие, так и плохие свойства. Специалист по вакуумным технологиям воспользуется различными металлами для различных компонентов для того, чтобы максимально реализовать хорошие свойства и избежать потенциальных проблем. Эти металлы обладают значениями электрического удельного сопротивления, которые выше аналогичных параметров у серебра, золота и меди. Никель, алюминий, молибден, титан, рений, тантал и вольфрам распыляются хуже, чем золото и медь. Молибден и вольфрам — это огнеупорные металлы с относительно низкими коэффициентами теплового расширения и склонностью к кислороду. Они обеспечивают хорошее уплотнение с помощью глинозема и стекла в электрических соединениях-перемычках. Однако реакции между кислородом и танталом, титаном, молибденом и вольфрамом могут доставлять много хлопот. Эти металлы имеют тенденцию растворять большие количества кислорода или образовывать толстые пористые слои оксида при парциальных давлениях кислорода при повышенных температурах. Водород растворяется в титане и тантале, в особенности при повышенных температурах, и вызывает серьезные проблемы, связанные с охрупчиванием. Тантал и молибден являются крайне ковкими и несколько неприятными для механической обработки. Вольфрам имеет тенденцию к хрупкости, и поэтому его сложно обрабатывать. Крайняя твердость титана представляет проблемы для неквалифицированных станочников, работающих с инструментом низкого качества. Найти источник поставки проволоки из рения легко, но другие виды сырья имеют меньшее распространение. Никель и алюминиевые сплавы, в частности такие, как серия 6000, представляют собой хорошие, экономичные вакуумные материалы, легко очищаемые, формуемые и поддающиеся механической обработке, а также не образующие толстых пористых слоев оксида с излишним выделением газа или распылением частиц. Однако следует отметить, что большие заготовки из никеля (и других магнитных материалов) отнимают значительные количества энергии у радиочастотной плазмы (например, в магнетронных распылительных системах) и нагреваются. Тепловые ограничения, связанные с алюминием, изложены в предыдущем подразделе и подразделе 4.8.

Электрические изоляторы, тепловые изоляторы и проводники

Как правило, пластиковая изоляция и эмаль на медном проводе не подходят для использования в вакууме и должны удаляться (см. подразделы 4.6.1 и 4.7.). Если электрическая изоляция необходима на оголенной металлической проволоке, подходящим изолятором для использования в вакууме до 10^{-6} мм рт. ст. будет политетрафторэтилен (ПТФЭ), формула Teflon® с самым низким давлением паров и самой высокой температурой размягчения. Или же, в качестве альтернативы, может использоваться полиимид [8]. Полиимид (Kapton® и Vespel®) является отличным вакуумным материалом, давление пара которого сравнимо с давлением пара коррозионностойкой стали при низких температурах. Смолы, содержащие полиаминовую кислоту (например номенклатура Pyre ML® и Pyralin® компании DuPont) можно наносить на вакуумные зажимные приспособления и затем подвергать сушке и отверждению на воздухе для образования покрытия из полиимида. Эти смолы могут не только использоваться для образования электрически изолирующих покрытий, но они также могут применяться в качестве клеев и крепежителей. К сожалению, полиимид печально известен тем, что генерирует водяной пар, когда его температура поднимается выше 150—200 °С (в зависимости от температуры отверждения, первоначально использованной для полимеризации смолы и последующей тер-



мической истории). Зажимные приспособления, работающие при высоких температурах и требующие электрической изоляции, могут вставляться в чехлы из стекла, кварца или керамических шайб.

Многие виды керамики представляют собой хорошие электрические изоляторы [9]. Различные виды огнеупорной керамики являются отличными вакуумными материалами. На практике керамическое сырье часто образуется путем спекания или горячего прессования порошкового сырья и может быть несколько пористым. Пористость равноценна большим поверхностным участкам (с сорбированными веществами) и фактическими утечками. Было бы разумно выяснить у потенциальных поставщиков керамики плотность их продукции, в особенности в отношении материалов с открытыми ячейками, с извилистыми лабиринтами и большими пространствами внутренней площади поверхности. Многие поставщики спеченной или горячепрессованной керамики и распыляемых мишеней готовы к сотрудничеству со специалистом по вакуумной технологии для того, чтобы подобрать диапазон размеров частиц порошка и параметры склеивания для оптимизации эффективности работы в вакууме. Желательно использовать плотное керамическое сырье с частыми порами. Если это нецелесообразно, то самой лучшей стратегией может быть получение сырья со структурой, имеющей открытые поры, но образованной из первичных частиц относительно большого размера с минимальной площадью внутренней поверхности и большими отверстиями, откачка из которых производится легко.

Часто потребители вакуумной технологии занимаются созданием нагревателей, для чего им требуется хороший проводник тепла, электрически изолирующий нагреваемый объект от резистивного графита, огнеупорного металла или нагревательных элементов из никелево-хромового сплава [10]. Алмаз с теплопроводностью приблизительно в 40 раз больше теплопроводности меди при комнатной температуре — это отличный тепловой проводник/электрический изолятор, после которого следует оксид бериллия, теплопроводность которого несколько меньше меди, и оксид алюминия (предпочтительно оксид α -алюминия — «корунд» или «сапфир»). Частицы оксида бериллия очень токсичные, и необходимо проявлять большую осторожность при работе с этим материалом. На некоторых коммерчески доступных нагревателях, подходящих для широкого разнообразия случаев применения вакуума, используется нитрид бора в качестве электрического изолятора. К сожалению, нитрид бора имеет тенденцию к поглощению воды.

Кубический диоксид циркония — это отличный тепловой изолятор. Он выдерживает высокие температуры и хорошо выносит тепловой удар. Распорки из кубического диоксида циркония особенно подходят для изоляции горячих элементов от опорных платформ для минимизации теплопритоков.

4.5.3.2. Смазочные материалы

Смазочные материалы используются в вакуумной системе по трем причинам:

- в шлифованном стеклянном стыке или системе с уплотнительными кольцами из эластомера стыки и уплотнительные кольца могут подвергаться легкой смазке для того, чтобы они лучше перемешались, занимали свое посадочное место и лучше уплотняли. (Многие специалисты по вакуумной технологии выступают против смазывания уплотнительных колец);
- смазочные материалы могут использоваться между движущимися поверхностями в вакууме для уменьшения коэффициента трения, скорости износа и генерирования частиц;

- смазочные материалы используются в качестве средства против заклинивания (сопрягаемые поверхности идентичных металлов, например гайки и болты из коррозионно-стойкой стали, подвергаемые термической обработке при высоких температурах в вакууме, имеют особенно высокую вероятность заклинивания).

Три типа смазочных материалы подходят для применения в условиях вакуума:

- влажные, органические масла или масла из силиконовых соединений, а также консистентные смазки;
- сухие смазочные материалы, например ПТФЭ, (Teflon®) и соединения дихалькогенида металла, например дисульфид молибдена и диселенид вольфрама;
- комбинации металл—металл.

Выбор смазочного материала зависит от следующих факторов:

- 1) рабочей температуры и давления паров;
- 2) тип движения трущихся поверхностей — скольжение или качение;
- 3) среда — реактивный газ, электронный луч или плазменная среда;
- 4) большая или малая нагрузка;
- 5) количество — постоянное или периодическое использование.

Масла и консистентные смазки

Жидкие смазывающие масла и консистентные смазки, которые специально производятся для вакуумного использования [11], соответствуют требованиям обеспечения смазки на шлифованных стеклянных стыках и уплотнениях в виде уплотнительных колец из эластомера.

Ситуации, предусматривающие повторяющееся движение качения при сильных нагрузках, могут требовать применения жидких смазочных материалов. Поскольку масла и смазки являются текучими, они заполняют участок, испытывающий сильный износ, и представляют собой хорошие смазочные материалы для *тяжелых* трибологических ситуаций. По этой же причине они стремятся покрыть все поверхности в вакуумной системе. Настоятельно рекомендуется, чтобы при конструировании движущихся частей использовались сухие пленочные смазочные материалы или пары металл—металл.

Сухие смазочные материалы

Сухие смазочные материалы в особенности подходят для ситуаций, предусматривающих движение скольжения внутри вакуумной камеры с легкими нагрузками и умеренным использованием. Может быть целесообразным осуществлять механическую обработку некоторых движущихся частей из политетрафторэтилена. Существуют запатентованные материалы, содержащие суспензию из частиц ПТФЭ [12]. Для легких нагрузок и умеренного использования, возможно, было бы достаточным удалить разбавители и закрепители с относительно высоким давлением пара в этих препаратах и работать с оставшимися частицами.

Или же такие соединения, как дихалькогениды металла, в частности дисульфид молибдена и диселенид вольфрама, имеют долгую и хорошо документированную историю использования в качестве вакуумных смазочных веществ. По сравнению с дисульфидом молибдена диселенид вольфрама имеет более низкое давление пара, выдерживает более высокие температуры и является значительно более дорогим. Большинство запатентованных фирменных препаратов с дисульфидом молибдена также содержат большие количества органических диспергаторов и закрепителей с высоким давлением пара. Температуры, требующиеся для того, чтобы удалить эти органические вещества за реальный период времени, опасно приближаются к

температурам, при которых происходит разрушение и разложение дисульфида молибдена (150—200 °С). Многие из этих препаратов также содержат большие количества графита, который утрачивает свои свойства смазки в вакууме. Прилипающие покрытия чистого дисульфида молибдена с хорошими смазочными свойствами могут осаждаться посредством распыления или посредством электрофорезного осаждения [13].

Если на металлическом крепеже требуются противокляпные покрытия, дисульфид молибдена, дисульфид вольфрама, диселенид ниобия или порошок диселенида вольфрама могут смешиваться с чистым этанолом или метанолом и наноситься на резьбу винтов и т. д. После того, как спирт испарится, можно собирать зажимные приспособления.

Пары металл–металл

Разумный выбор различных металлов, находящихся в движущемся контакте друг с другом, может обеспечить низкие коэффициенты трения и скорости износа, таким образом, не потребуются жидкие или сухие пленочные смазочные материалы. Как правило, два металла, находящиеся в движущемся контакте, должны отличаться друг от друга настолько, насколько это возможно с тем, чтобы не происходила адгезия и заклинивание. Одна из эффективных стратегий заключается в том, чтобы осаждать мягкое, ковкое металлическое покрытие, в частности такое, как олово, индий, серебро или золото, на деталь, которая легче всего поддается обслуживанию или замене. А для сопряженной детали тогда используется твердый металл или керамика. Для изготовления движущихся контактов, не требующих смазочных веществ в традиционном смысле этого слова, могут выборочно использоваться мартенситные наплавленные твердым сплавом, азотированные стали, в частности такие, как нитроник 60, цементованные стали, покрытия из нитрида титана, алюминий с твердым анодированным покрытием и т. д.

4.5.3.3. Необычные вакуумные материалы

Часто материалы, традиционно неиспользуемые для вакуумных целей, оцениваются или используются, в особенности для больших, уникальных систем, в которых стоимость имеет большое значение.

Некоторые органические материалы потенциально подходят для условий вакуума. Поливинилхлорид (ПВХ), по информации, содержащейся в литературе, имеет давление паров такое же низкое, как коррозионностойкая сталь при комнатной температуре после нескольких часов откачки для удаления водяного пара. Один коммерческий поставщик разработал систему для изготовления вакуумных герметичных уплотнений из этого полимера [14]. (Однако могут возникнуть проблемы, если технолог попытается использовать продаваемые на рынке клеи ПВХ, которые можно найти в хозяйственных магазинах и магазинах сантехники, для склеивания вакуумных деталей из ПВХ.) Полиметилметакрилат (также широко известный под названиями PMMA, «акрилик», «Lucite®» или «Plexiglass®») использовался для создания вакуумной камеры для большой системы импульсного питания в Sandia National Laboratories, где учитывались такие факторы, как стоимость, диэлектрическая целостность, конструкционная прочность и масса. Высокое парциальное давление воды, полученной в результате газовой деления, представляло собой существенную проблему до тех пор, пока эта система не была модернизирована достаточно большими крионасосами. Полистирол дивинилбензол (Rexolite®) обладает более высокой диэлектрической прочностью, полезной конструктивной прочностью и значительно более низкой скоростью адсорбции/десорбции воды, чем PMMA. Он также стоит значительно больше.

Несколько лет назад отмечался большой интерес к применению бетона в качестве вакуумного материала в больших туннелях и шахтах, используемых для испытаний ядерного оружия на испытательном полигоне в Неваде и других камерах для испытания взрывов. К сожалению, несмотря на усиленное внимание, уделяемое созданию формулы бетона вакуумной категории, даже максимальные усилия могли обеспечить откачку только до давления 10 мм рт. ст. В конечном итоге были использованы стальные гильзы для поддержания полезного вакуума в туннелях и шахтах испытательного полигона в Неваде.

4.5.3.4. Материалы, не подходящие для условий вакуума

В целом имеет смысл рассматривать все материалы как неподходящие для использования в вакууме до тех пор, пока не будет получена информация об обратном.

Материалы с высоким давлением паров

Как правило, специалисты по технологии вакуума должны остерегаться органических материалов, в особенности в системах высокого вакуума или при повышенных температурах. Значения давления паров многих распространенных полимеров колеблются в зависимости от предшествующего нагревания и степени полимеризации, а также от произвольного перекрестного сшивания. Как указано в подразделе 4.6.1, проблемы могут возникать в результате присадок с высоким давлением пара, которые могут изменяться от партии к партии — пластификаторов, наполнителей и закрепителей, — а не из-за самого полимера.

Некоторые металлы являются неприемлемыми для высоковакуумного применения, например свинец, цинк и кадмий. Это касается мягких припоев, содержащих свинец, твердых припоев, содержащих кадмий, кадмиевых противокоррозионных покрытий на гайках, болтах и винтах, а также цинка, являющегося легирующим элементом в алюминиевых припоях, латуни, некоторых бронз и алюминиевых сплавов серии 7000. Цинк используется в качестве противокоррозионного покрытия на оцинкованной стали.

Данные по давлению паров свидетельствуют, что латунь и свинцово-оловянный припой являются приемлемыми материалами при давлениях форвакуумной линии. Латунь — это хороший вариант для форвакуумной линии, а также форвакуумных коллекторов и арматуры. Возникает искушение использовать свинцово-оловянный припой для соединения латунных или медных форвакуумных коллекторов и арматуры, а также коллекторов и арматуры форвакуумных линий. К сожалению, свинцово-оловянные припои не являются очень прочными. Непрерывное использование и вибрация от механического насоса могут вызвать разлом и течь на стыках, выполненных на свинцово-оловянном припое. Свинцово-оловянному «мягкому» припою более предпочтительными являются бескадмиевый серебряный припой и припой на основе индия.

Селен, сера и фосфор обладают неприемлемо высокими значениями давления пара. Селен и сера часто используются в жидкостях для механической обработки металлов. Специалист по вакуумной технологии должен следить за тем, чтобы его механообрабатывающий цех избегал использования таких продуктов при механической обработке вакуумной арматуры (зажимных приспособлений). Для легкой механической обработки в качестве хорошей смазочно-охлаждающей жидкости служит обильный поток этанола или изопропанола. Растительные жиры, например C18co*, ускоряют более тяжелые операции механообработки и легко очищаются мылом и водой. (Дополнительные запатентованные фирменные смазочно-охлаждающие жидкости, не содержащие селен и серу, рекомендованы в подразделе 4.8.) Фосфор может слу-

чайно попасть в вакуумную систему в виде никелевых покрытий, полученных химическим восстановлением, в виде твердых электрогальванических фосфорно-никелевых покрытий, определенных типов аморфных металлов Metglas®, фосфорной бронзы и бескислородной меди, где фосфор используется для захвата кислорода.

Химически нестабильные металлы

Материалы, вступающие в химическую реакцию при низкой температуре, следует рассматривать скептически, особенно для использования в системах, испытывающих повышенные температуры или плазму. Например, данные о давлении паров свидетельствуют, что металлическое серебро — это прекрасный вакуумный материал. К сожалению, серебро легко окисляется в лабораторном воздухе, и оксид серебра восстанавливается и выделяет кислород в вакууме при температурах несколько выше 200 °C. Серебро имеет еще большую вероятность вступления в реакцию с загрязняющими веществами в воздухе, например серой, ее оксидами или сульфидом водорода, чем с кислородом. Эти продукты распада доставляют даже большее беспокойство, чем кислород.

Литература

1. A. Roth. Vacuum Technology, 3rd ed. (Elsevier Science, New York, 1990), Section 4.1.2.
2. There are applications where the ability of certain gases to permeate certain materials is employed beneficially to build calibrated leaks and to purify gases.
3. A. Roth. Vacuum Technology, 3rd ed. (Elsevier Science, New York, 1990), Section 4.2.1.
4. J. Strong, H. V. Neher, and A. E. Whitford. Procedures in Experimental Physics (Prentice Hall Englewood Cliffs, NJ, 1938).
5. The Apiezon Company, Philadelphia, PA.
6. Vacuum system materials for handling partial pressures of highly chemically reactive gases a beyond the scope of this chapter. The American Vacuum Society has published recommended practices for designing systems to handle hazardous gases—John F. O'Hanlon and David B Fraser. J. Vac. Sci. Technol., A6(3) (May-June 1988) 1226—1254.
7. The Metal Finishing Guidebook, published at regular intervals by Metals and Plastics Publications, Inc., Hackensack, NJ, has both generic instructions for electrochemical processing plus ■ advertisements for proprietary baths and subcontract processing facilities.
8. B. R. F. Kendall and M. F. Zabielsky. J. Vac. Sci. Technol. 3(3) (1966) 114. The DuPont Corp, Wilmington, DE, offers extensive information about a wide variety of Teflon® products including PTFE and two polyimide resin formulations it has developed.
9. Some ceramics, e.g. tin oxide, manganous oxide, cuprous oxide, lead oxide, titanium nitride and substoichiometric compounds, e.g., TiO_x are conductors or semiconductors.
10. If nickel-chromium, Nichrom® heating elements are being considered, vapor pressure < should be considered. Chromium sublimes from this alloy at moderately high temperatures in medium to high vacuums. It should also be noted that many refractory metals, especially those -with body-centered cubic microstructures, are vulnerable to hydrogen or oxygen embrittlement at elevated temperatures.
11. The Apiezon Company in Philadelphia, PA, markets a variety of silicone greases for vacuum applications. Silicone-based diffusion pump oils, such as those manufactured by Dow-Coming; may be useful as light lubricating oils in vacuum. Unfortunately, silicones tend to creep and slowly cover all warm surfaces.

12. Lubricants with suspensions of Teflon® particles, for example Vydex®, are commercially available from DuPont Corp., Wilmington, DE.
13. Hohmans Inc. in Cleveland, OH can be subcontracted to sputter MoS₂ lubricant coatings. Alternatively, Panitz et al., J. Vac. Sci. Technol., All(4) 1993 pages 1441—1446 describe a simple process for electrochemically depositing MoS₂. This paper has extensive references to research and development studies of sputtered MoS₂.
14. Nuvac®,—U.S. Patent No. 5,341,567, assigned to Galiso, Inc. Montrose, CO.

4.6. Демонтируемые уплотнения для вакуумных фланцев и клапанов

Р. Н. Пикок

HPS Division of MKS Instruments, Inc.

4.6.1. Общие сведения о полимерных и металлических уплотнениях

Конструкция обычных вакуумных систем была бы невозможной без герметичных средств соединения элементов, предусматривающих их демонтаж. Клапаны, используемые для изоляции секций системы или управления потоком технологического газа, требуют аналогичных уплотнений, также как и некоторые подвижные соединения-перемычки. Уплотнения, которые обычно остаются фиксированными во время использования, известны под названием *статических уплотнений*; уплотнения в заслонках и наконечниках клапанов или подвижных соединений, называются *динамическими уплотнениями*.

В уплотнениях могут использоваться либо полимеры, либо металлы в качестве прокладочного материала в зависимости от случая применения. В данном подразделе рассматриваются и полимерные, и металлические уплотнения.

4.6.1.1. Основные факторы, ограничивающие использование полимерных уплотнений

Допустимый диапазон рабочих температур для полимерных уплотнений имеет верхний и нижний пределы. Например, широко используемый эластомер Viton® [1] становится твердым, а уплотнения, в которых он используется, отказывают при температуре ниже 0 °C. Во избежание разложения и остаточной деформации сжатия максимальная температура должна ограничиваться приблизительно 150 °C для долгосрочной эксплуатации или термической обработки системы.

В большинстве хорошо сконструированных систем, в которых используются манжеты из эластомера, уплотнения являются важным источником газовой нагрузки системы и часто определяют предельное остаточное давление (см. подраздел 4.6.2.2).

Кроме того, полимеры могут подвергаться химическому воздействию, старению и повреждению от радиации.

4.6.1.2. Применение металлических уплотнений

Металлические уплотнения являются предпочтительными в следующих ситуациях.

1. Когда температура термической обработки или рабочая температура является слишком высокой или низкой для полимеров.
2. В некоторых химических средах.



3. Когда уровень и состав газовой выделения из полимеров или их проницаемость для атмосферных газов является неприемлемым.
4. Когда ядерное или ионизирующее излучение повреждает уплотнения из эластомера.

Стоимость создания системы с использованием металлических уплотнений обычно значительно выше, чем с полимерными уплотнениями. Металлические уплотнения требуют больших усилий, так что элементы вакуумной системы должны быть гораздо прочнее и тяжелее. Также требуется большая точность и определенные виды финишной обработки поверхности.

4.6.2. Эластомерные и неэластомерные полимеры, используемые в вакуумных уплотнениях

4.6.2.1. Химические и физико-механические свойства полимеров, необходимые для уплотнений

В табл. 1 дано описание некоторых полимеров, широко используемых в вакуумных уплотнениях, наряду с некоторыми характеристиками каждого материала. Большинство перечисленных материалов являются эластомерами. Эластомеры — это резиноподобные вещества, стремящиеся сохранить свою первоначальную форму после деформации, хотя остается вероятность остаточных деформаций. ПТФЭ (политетрафторэтилен), ПХТФЭ (полихлортрифторэтилен) и полиимид эластомерами не являются, но они используются во многих малых клапанах в качестве уплотнений наконечника и корпуса.

К сожалению, само наименование материала, находящегося в полимерном уплотнении, не является достаточным описанием для полной его характеристики. Рассмотрим фторэластомерный материал Viton®. Термин часто является общим для обозначения готовых эластомеров, хотя это название торговой марки смолы. Производитель уплотнений имеет много собственных формул для уплотнительных колец, которые отвечают требованиям определенной величины остаточных деформаций сжатия, твердости и иногда цвета. Для производства эластомеров под общим термином «витон», производитель может закупить смолу Viton® у компании DuPont или аналогичную смолу Fluorel® [2] у компании 3M Co. Для улавливания фтористого водорода, выделяющегося во время полимеризации, добавляется оксид металла второй группы, наполнитель, например углеродная сажа или диатомитовая земля, для придания желаемой твердости и заданного уровня остаточных деформаций, а также отверждающее вещество для того, чтобы вызвать полимеризацию. Из-за различия состава материалов, используемых каждым производителем, уплотнения имеют различные свойства [3]. Ситуацию еще больше усложняет существование нескольких полимеров Viton®. В настоящее время в основном используется Viton-E60C благодаря низкому уровню остаточных деформаций.

При выборе материала полимерного уплотнения для конкретного случая нужно учитывать следующие факторы.

1. Температурные требования, включая требования для термической обработки системы.
2. Спецификацию ресурса в установленном состоянии для надежного уплотнения.
3. Специальное химическое воздействие, внутреннее или внешнее.
4. Требования по сопротивлению истиранию/прочности на разрыв.
5. Величину остаточной деформации сжатия.

Таблица 1. Полимерные уплотнения с лучшими эксплуатационными характеристиками (рабочей температурой, ожидаемым сроком службы в установленном состоянии и прочностью на разрыв/сопротивлением истиранию)

Название полимера	Торговая марка	Максимальная Температура, °С	Срок службы в установленном виде, лет*	Прочность на разрыв/сопротивление истиранию*
Нитрил (Буна- <i>N</i>)		85	от 1 до 5	Высокая
Бутил		85	от 5 до 10	Высокая
Этилен пропилен		100	от 5 до 10	Высокая
Полиуретан		90	от 5 до 10	Очень высокая
Фторэластомер	Viton [®]	150	от 15 до 20	Высокая
Перфторэластомер	Kalez [®] Chemraz [®]	250	от 15 до 20	Очень высокая
Силикон	Silastic [®]	230	от 15 до 20	Низкая
ПТФЭ**	Teflon [®]	280	Продолжительный	Очень высокая
ПХТФЭ	Kel-F [®]	200	Продолжительный	Очень высокая
Полиимид	VespeI [®]	250	Продолжительный	Очень высокая

Примечание: Права собственности на торговую марку:

Viton, Kalez, Teflon, VespeI и Kapton — это зарегистрированные торговые марки DuPont, Уилмингтон, Делавар 1988.

Fluorel и Kel-F — это зарегистрированные торговые марки 3M Co., Ст.Пол, Миннесота 55144.

Chemraz — это зарегистрированная торговая марка Greene, Tweed and Co. Inc., Кулсвилль, Пенсильвания 19443.

Silastic — это зарегистрированная торговая марка Dow-Corning Corp., Мидлэнд, Мичиган 48686.

Envex — это зарегистрированная торговая марка Rogers Corporation, Литония, Джорджия 30058.

* Parker O-ring Handbook (Parker Seal Group, Lexington, KY, 1992).

** ПТФЭ следует использовать в холодном потоке газа при комнатной температуре, проблемы возможны при температурах выше 200 °С.

6. Проницаемость и характеристики газовыделения.
7. Возможность повреждения посредством ядерного излучения.
8. Наличие и стоимость.

Информация, приведенная в табл. 1, полезна при выборе эластомеров для уплотнений на основании максимальной температуры, предлагаемого ресурса для надежного уплотнения и прочности на разрыв/сопротивления истиранию. Во многих случаях применения вакуума химическая стойкость при воздействии технологического газа не является самым критическим фактором в выборе эластомера. В ином случае следует обратиться к соответствующим источникам [3, 4].

Атмосферный озон часто является причиной растрескивания уплотнительного кольца. Нитрильный каучук ни в коем случае не должен использоваться рядом с аппаратурой высокого напряжения или источником ультрафиолетового света, и даже малые количества озона в атмосфере из-за солнечного света могут вызвать растрескивание находящегося под напряжением нитрильного каучука в течение менее чем одного года. Фтор-, перфтор-, уретановые и силиконовые эластомеры обладают стойкостью при воздействии озона.

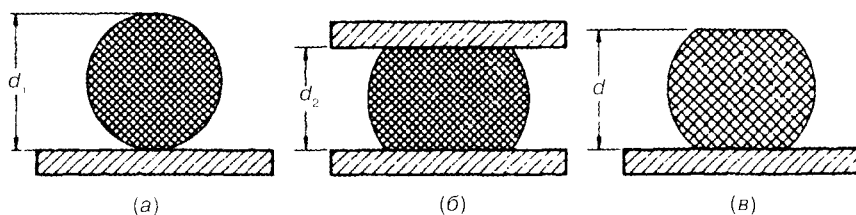


Рис. 1. Определение усилия сжатия и остаточной деформации: *a* — уплотнительное кольцо малого диаметра с толщиной d_1 в до приложения нагрузки; *b* — уплотнительное кольцо сжато до толщины d_2 ; *v* — уплотнительное кольцо после снятия нагрузки, его толщина восстановилась до величины d_3

Усилие сжатия и остаточную деформацию сжатия можно определить, используя схемы на рис. 1. Усилие сжатия C (рис. 1, *a* и *b*):

$$C = (d_1 - d_2) / d_1 \cdot 100\%. \quad (1)$$

Остаточная деформация при сжатии S определяется как

$$S = (d_1 - d_3) / (d_1 - d_2) \cdot 100\%. \quad (2)$$

Процедура измерения остаточной деформации сжатия регламентирована стандартом ASTM D395—89, Метод В [5]. Этот стандарт предусматривает, чтобы в испытаниях остаточной деформации при сжатии использовалось уплотнительное кольцо 2—214 (диаметр 1 дюйм, толщина 0,139 дюйма), усилие сжатия прикладывалось в течение 22 или 70 ч при заданной температуре, деформация составляла 25%. Остаточная деформация сжатия обычно увеличивается в зависимости от температуры и времени приложения усилия.

В большинстве стыков с эластомерами усилие для поддержания уплотнения обеспечивается упругими свойствами материала. Когда он сжат, это усилие уменьшается. Хотя такой стык может оставаться герметичным, если его не трогать, движение, возникающее в результате вибрации или температурных изменений, может вызвать в нем течь.

В табл. 2 приводится сравнение величин остаточной деформации сжатия нескольких материалов. Кратковременная остаточная деформация не представляет собой проблемы, когда эти эластомеры используются при температурах ниже максимальных температур, приведенных в табл. 1. Однако остаточная деформация сжатия может иметь серьезные последствия, когда уплотнение выдерживается в течение продолжительного времени при температурах, допускаемых в табл. 1.

В целом считается, что остаточная деформация сжатия становится больше по мере увеличения сжатия. Это означает, что желательно использовать минимальное сжатие, создающее надежное уплотнение.

Воздействие ядерного излучения, которое больше некоторой пороговой величины, вызывает увеличение твердости и остаточной деформации сжатия и уменьшение относительного удлинения. На рис. 2, где использованы данные Грина, Твида [6] для перфторэластомера и данные Ван де Вурда и Рестата [7] для других материалов, показаны воздействия гамма-излучения на группу полимеров. У таких материалов, как бутил-фторэластомер и ПТФЭ, снижаются физико-механические свойства, когда они подвергаются повреждению от излучения. Полиуретан и этилен пропилен — это лучшие из эластомеров, хотя разница составляет только приблизительно десятилетие между фторэластомером (низкие физико-механические характеристики) и полиуретаном (более высокие физико-механические характеристики).

Таблица 2. Остаточная деформация сжатия, %, для некоторых эластомеров при определенных температурах испытания

Эластомер	Время (часы)	Температура, °C				
		20	100	150	200	250
Нитрил*	22 70	—	24	42	100	100
Этилен пропилен*	22 70	—	8	22	47	100
Силикон*	22 70	—	4	6	25	80
Фторэластомер (Viton® E-60C)**	70 70	—	—	6	25	70
Перфторэластомер (Kalex® 4079)***	70	12	—	—	32	—
(Chemraz® 505)*	70	19	—	—	25	—

Примечание: испытания уплотнительных колец 2—214 размером 1,0 дюйм × 0,139 дюйма и первичном сжатии на 25% проведены в соответствии с ASTM B-395 B.

* O-ring Handbook (Precision Rubber Production Corp., Lebanon, TN, 1984).

** Viton E-60C Data Sheet V-D-3—101 (DuPont Corp, Wilmington, DE.)

*** Kalex Data Sheet 216111B (DuPont Corp, Wilmington, DE, 1992).

4.6.2.2. Газовыделение и проницаемость полимеров, используемых в уплотнениях

Уплотнительные кольца представляют собой значительный источник газов в вакуумной системе. Часть газа вызывается газовыделением, и эту часть можно сократить посредством термической обработки. На рис. 3 показана скорость газовыделения как функция времени после начала откачки для нескольких распространенных полимеров. Данные приведены из работ Дейтона [8], Хейта [9] и Тима [10]. Другим источником газа являются течи через уплотнение. Количество газа в единицу времени, просачивающееся через блок материала площадью A и толщиной d , когда давление газа равняется p_1 снаружи и p_2 изнутри, выражается следующим уравнением:

$$Q = KA(p_1 - p_2)/d, \quad (3)$$

где K — это постоянная проницаемости.

Если A выражено в квадратных сантиметрах, d в сантиметрах, давление в мм рт. ст., время в секундах, а Q в $\text{см}^3 \cdot \text{с}^{-1}$, тогда K будет измеряться в $\text{см}^3 \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{см}^{-2} \cdot \text{см} \cdot \text{мм рт. ст.}^{-1}$.

В табл. 3 содержатся значения K для группы эластомеров и распространенных газов. В некоторых случаях дается диапазон значений, поскольку данные, которые можно найти в литературе, не являются последовательными. Значения могут иметь разброс из-за экспериментальной погрешности или из-за того, что образцы были разными. Однако таблица позволяет сравнить проницаемость этих полимеров. Проницаемость является умеренной для фтор и бутил эластомеров и значительно больше для нитрильных и особенно для силиконовых каучуков. Преимущество ПХТФЭ в малых клапанах, используемых для обработки газа, очевидно.

Проницаемость атмосферных газов часто определяет базовое давление вакуумной системы, в которой используются полимерные уплотнения. В качестве примера, показывающего значение проницаемости, рассмотрим систему из коррозионностойкой стали с площадью внутренней поверхности 1 м^2 , имеющую пять фторэластомерных уплотнительных колец диа-

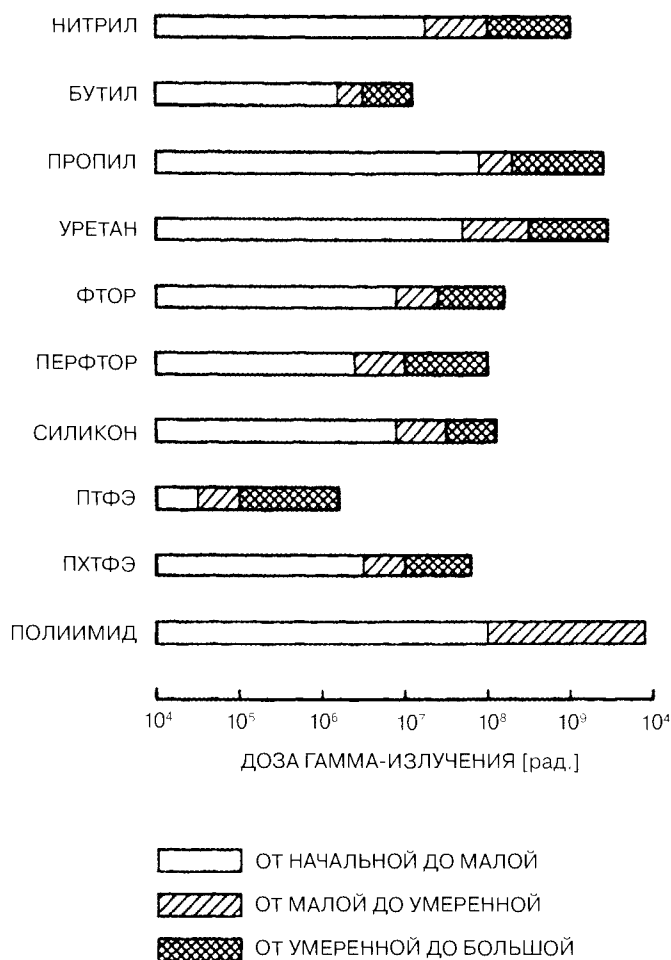


Рис. 2. Радиационное разрушение полимеров в зависимости от гамма-излучения

метром 8 дюймов и номинальным поперечным сечением $1/8$ дюйма. Пусть эффективная быстрая откачка остаточных газов будет составлять 100 л/с. Расчет для определения порядка цифр даст ориентировочное значение давления через 10 ч после термической обработки при 150°C . Скорость газовой выделенности фторэластомера, используемого в качестве уплотнения, в атмосферу при данных допущениях составляет 10^{-3} мм рт. ст. \cdot л \cdot с $^{-1}$ \cdot см $^{-2}$, по данным де Чернатони [11] и Дейтона [8, 12]. Скорость газовой выделенности термически обработанной коррозионно-стойкой стали, по Янгу [13], может быть принята равной 10^{-12} мм рт. ст. \cdot л \cdot с $^{-1}$ \cdot см $^{-2}$. Площадь поверхности уплотнительных колец составляет приблизительно $3,5 \cdot 10^2$ см 2 , так что общая газовая нагрузка, связанная с этими уплотнениями, составляет $3,5 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст. \cdot л \cdot с $^{-1}$. Газовая нагрузка, связанная с коррозионно-стойкой сталью, составляет 10^{-8} мм рт. ст. \cdot л \cdot с $^{-1}$. Равновесное давление — $P = Q/S$. Доля, вносимая в общее давление газовой выделенностью из уплотнений, равняется $3,5 \cdot 10^{-8}$ мм рт. ст., в то время как доля, вносимая всей поверхностью камеры, составляет только 10^{-10} мм рт. ст. Если система была бы изготовлена с помощью металлических уплотнений, тогда газовая нагрузка, связанная с уплотнениями, была бы незначительной, а

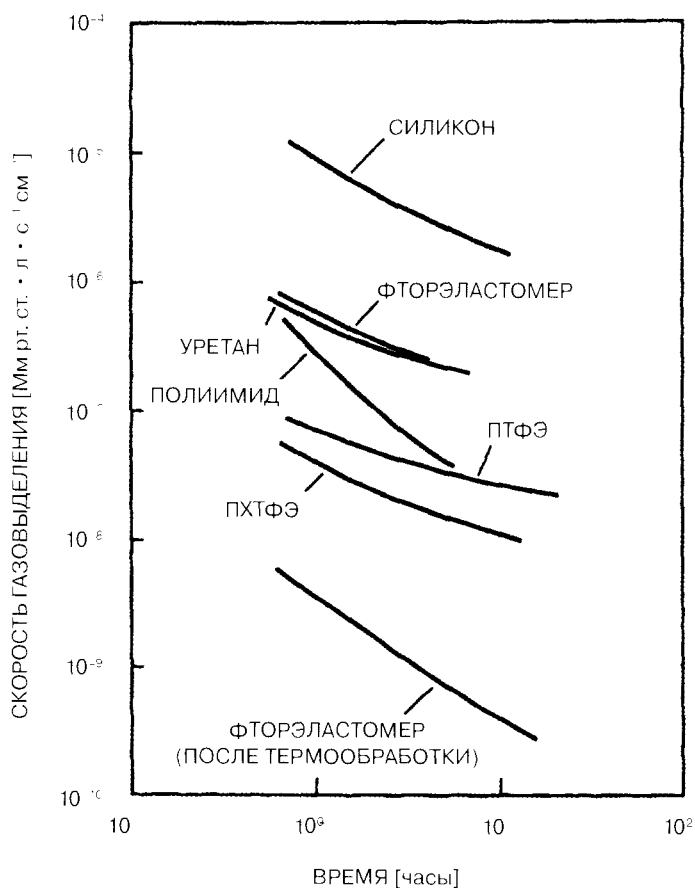


Рис. 3. Скорости газовыделения при комнатной температуре для некоторых полимеров, широко используемых в вакуумных уплотнениях. Нанесенные на график данные взяты из литературы. Образцы полимеров первоначально проходили процесс газовыделения в вакууме, затем были подвергнуты действию воздуха помещения. Кривые показывают скорости газовыделения как функцию времени в течение последующей откачки. Скорости уменьшаются на один-два порядка в течение интервала от 1 до 10 ч, однако умеренная термообработка вызывает тридцатикратное уменьшение, как показывает сравнение с двумя кривыми фторэластомера

предельное давление составляло бы приблизительно 10^{-10} мм рт. ст. Очевидно, что эластомерные уплотнения часто являются ограничительным фактором в определении предельного остаточного давления вакуумной системы.

Проницаемость является важным фактором в другом конкретном случае: когда используется детектор течей спектрометра с гелием в качестве поискового газа для проверки стыков с полимерными уплотнениями и когда проницаемость может вызвать ложные сигналы. После того, как уплотнительное кольцо будет находиться под действием гелия в течение приблизительно одной минуты, будет видно, как малый сигнал начнет быстро увеличиваться. Еще один расчет для определения порядка цифр позволит проверить, что следует ожидать сигнал проницаемости гелия. Рассмотрим уплотнительное кольцо из фторэластомера диаметром 100 мм и поперечным

Таблица 3. Постоянная проницаемости K_i для распространенных полимеров уплотнений и нескольких газов для температур в диапазоне 20—30 °С

Полимер	$K \cdot 10^{10}$			
	He	N ₂	CO ₂	H ₂ O
Нитрил (Буна-N) ^{2,3}	1,0	0,024	0,75	100
Бутил ^{2,3,4}	0,86	0,032	0,52	4—20
Этилен пропилен ^{2,3,5,6}	2,6—3,9	0,44	0,92	7—70
Полиуретан ^{2,3}	0,47	0,049	1,4—4,0	35—1,250
Фторэластомер ^{2,3,5,7,8}	1,2—2,3	0,03—0,07	0,3—0,8	5,2
Перфторэластомер Kale ⁹	11,2	0,30	2,5	—
Chemraz ¹⁰	14,3	0,88	—	—
Силикон ^{2,3,5,11}	31—33	10—16	60—300	400—1 000
ПТФЭ (Teflon) ^{2,3,12}	6,8	0,14—0,32	1,2	3,6
ПХТФЭ (Kel-F) ¹³	0,22	0,0005	0,014	0,01
Полиимид (Kapton) ⁸	0,25	0,0039	0,26	—

¹ Единицы измерения: стд. см³·с⁻¹·см⁻²·мм рт. ст.⁻¹

² Parker O-ring Handbook (Parker Seal Group, Lexington, KY, 1992).

³ A. Leibovitz, Modern Plastic, 43 (1966), 139.

⁴ J. E. Ayer, D. R. Schmitt, and R. M. Mayfield, J. Polymer Sci, 3 (1960) 1.

⁵ H.-P. Weise, K. H. Ecker, H. Kowalewsky, and Th. Wolk, Vuoto, 20 (1990) 225.

⁶ A. W. Myers, J. A. Myer, C. E. Rogers, V. Stanner, and M. Swarc, Tappi, 44 (1961) 58.

⁷ L. Laurensen, and T. M. Dennis, J. Vac. Sci, A3 (1985) 1707.

⁸ W. G. Perkins, J. Vac. Sci. Technol., 10 (1973) 543.

⁹ KALREZ Data Sheet 213509C, DuPont Corp, Wilmington, DE, 1994.

¹⁰ CHEMRAZ WSP 789, Greene, Tweed & Co, Kulpville, PA, 1989.

¹¹ J. A. Barrie, in Diffusion in Polymers, J. Crank and G. S. Park, eds (Academic Press, New York, 1968

¹² R. A. Pasternak, M. V. Christensen, J. Heller, Macromolecules, 3 (1970) 366.

¹³ KEL-F 81 Plastic Data Sheet, 3M Industrial Products Div., St. Paul, MN, 1989.

сечением 3,5 мм (0,139 дюйма). Предположим, что эффективная толщина равняется 3,0 мм, и что $\frac{1}{4}$ площади находится под действием гелия при атмосферном давлении. Из табл. 3 постоянная проницаемости для гелия равняется приблизительно $2 \cdot 10^{-10}$ см³·с⁻¹·см⁻²·см·мм рт. ст.⁻¹. Тогда равновесная скорость проникания составляет $4 \cdot 10^{-6}$ стд. см³·сек⁻¹. Это большая течь.

Будучи насыщенным гелием, полимерное уплотнение продолжает выделять газ в течение продолжительного времени, вызывая изменяющийся высокий фон, который затрудняет проведение дальнейших испытаний на утечки. По этой причине желательно конструировать детекторы течей без уплотнений из эластомера в критических зонах, где масс-анализатор будет находиться под действием выделившегося газа.

Загрязнение частицами представляет собой серьезную проблему в производстве интегрированных схем. Уплотнительные кольца, подверженные трению в динамических уплотнениях, могут образовывать частицы. Возможно, что источником этих частиц являются наполнители, использованные при приготовлении составов. Средства уменьшения количества частиц, образующихся в уплотнениях, рассматриваются Де Лаурентисом, Ву, Зальфельдером и Урицким [14].

4.6.2.3. Выбор материала для уплотнительных колец

Уплотнительные кольца из нитрильного каучука применяют в вакуумных системах без термической обработки, поскольку максимальная допустимая температура составляет 85 °С. Этот материал имеет склонность к растрескиванию, в особенности при сжатии в присутствии озона, выделяемого высоковольтной аппаратурой или природными источниками. В табл. 3 указывается, что постоянная проницаемости нитрила для водяных паров в несколько раз выше постоянной проницаемости для фторэластомера. Однако нитрильные уплотнительные кольца широко используются благодаря их низкой стоимости.

Бутиловый каучук является всего лишь умеренно проницаемым для атмосферных газов, включая воду. Иногда он используется в качестве дешевого материала для уплотнений систем, не подвергаемых термической обработке.

Полуретан может быть выбран для уплотнений из-за своей исключительной жесткости и износостойчивости, химической стойкости или несколько лучшей стойкости к излучению по сравнению с другими эластомерами. Этилен пропилен обладает средними свойствами во многих отношениях, но аналогичен полуретану по стойкости к излучению.

Силиконовый каучук не используется для общих вакуумных уплотнений. Его физико-механические свойства низкие, и проницаемость для атмосферных газов значительно выше, чем у других эластомеров. Однако он используется в некоторых случаях применения, потому что выдерживает краткосрочное воздействие температур, доходящих до 300 °С, не допуская полного отказа. Перфторэластомеры характеризуются хорошими физико-механическими свойствами, включая прочность на разрыв, сопротивление истиранию и смазывающую способность. Они могут использоваться до более высокого уровня температуры по сравнению с другими эластомерами и обладают средней проницаемостью. Их химическая стойкость является очень высокой. Однако уплотнения из перфторэластомеров являются настолько дорогими, что они используются только тогда, когда их специальные преимущества оправдывают затраты.

ПТФЭ и ПХТФЭ эластомерами не являются и имеют узкое применение в статических уплотнениях. Существуют уплотнительные кольца с внешним слоем из ПТФЭ и сердцевиной из эластомера [15]. ПХТФЭ широко используется для уплотнений наконечника и корпуса в малых клапанах для обработки газа. ПХТФЭ — это полукристаллический материал, характеризующийся низкой газопроницаемостью. У того и другого материала отличная химическая стойкость.

Полиимид использовался и используется в вакуумных клапанах, предназначенных для термической обработки при температурах до 300 °С. Он очень твердый и требует больших уплотнительных усилий. Он также характеризуется гигроскопичностью. Хайг [9] рассматривает достоинства полиимидов для уплотнения в условиях сверхвысокого вакуума. В виде гонимого листа полиимид используется для уплотнения фланцев [16].

Фторэластомер широко используется для вакуумных уплотнений, поскольку выдерживает температуры, адекватные для термической обработки, необходимой для удаления адсорбированной воды со стенок системы, его ресурс оптимальный, остаточная деформация сжатия умеренная, и он относится к лучшим материалам с точки зрения проницаемости. Однако он легко повреждается ядерным излучением.

4.6.2.4. Конструкционные соображения при использовании уплотнений из эластомера

Соответствующая отделка соприкасающихся уплотняющих поверхностей и определение усилий сжатия при уплотнении имеют такое же значение, как и выбор материала. Большинство

статических уплотнений имеют форму уплотнительных колец, изготовленных из эластомерных материалов. Сесеник и Верстер [17] изучали условия, необходимые для уплотнения с помощью уплотнительных колец из эластомера и пришли к выводу, что важным соображением является контактное давление в месте соприкосновения металла и полимера, равное 15 кг/см^2 . Соответствующее сжатие фтор- или нитрильного эластомерного уплотнительного кольца должно находиться в пределах приблизительно 20—25%, включая крайние случаи, вытекающие из допусков внутреннего диаметра уплотнительного кольца, и характеристики, определяющей сжатие. Более высокое значение усилия сжатия уменьшает надежность уплотнения, усугубляя остаточную деформацию сжатия и, в особенности для нитрила, растрескивание. Усилие сжатия, рекомендуемое в справочнике одного из крупных производителей уплотнительных колец, необязательно является точным [18]. Уплотнительное усилие на единицу длины, требуемое для деформации 20—25%, зависит от внутреннего диаметра уплотнительного кольца и твердости материала. Для уплотнительного кольца с номинальным внутренним диаметром $\frac{1}{4}$ дюйма, твердостью 75 по склероскопу-твердомеру необходимое сжимающее усилие составляет приблизительно 15 фунтов на линейный дюйм уплотнения. В справочниках производителей приводятся данные зависимости силы от сжатия для других случаев [19, 20]. Оптимальная контактная поверхность уплотнения на фланце или седле клапана не является гладкой как зеркало. Уплотнение будет более надежным, если это будет поверхность с тонкими концентрическими канавками. Хорошие результаты были получены с использованием поверхности, обработанной горцевой обточкой с помощью твердосплавной пластины радиусом $\frac{1}{32}$ дюйма и подачей приблизительно 0,003 дюйма. Поверхность, обработанная таким образом, будет иметь приблизительно 32-микродюймовую финишную обработку при замере через канавки и будет свободна от шероховатости в направлении канавок. Нежелательно использовать абразивы для обработки поверхностей уплотнения из-за загрязнения поверхности, в которую могут попасть частицы абразива, а также потому что метки финишной обработки не поддаются так же легко контролю, как метки от токарной обработки.

Уплотнительное кольцо не должно быть скручено или порезано ни когда оно вставляется в канавку, ни во время использования. Канавки должны быть выполнены с радиусными кромками во избежание повреждения уплотнения. В «радиальном уплотнении» удержание является радиальным, а уплотнительное действие направлено на внутренний диаметр или наружный диаметр уплотнительного кольца. Сборка элементов радиального уплотнения не является простым делом. Неправильная сборка может привести к срезанию части уплотнительного кольца. Слабая конструкция динамических уплотнений может привести к уменьшению срока службы уплотнения. Например, когда уплотнительное кольцо используется в качестве уплотнения сопла клапана и вставляется в коническое внутреннее посадочное место, уплотнительное кольцо стремится выполнить неравномерное вращение во время закрытия. Повторяющиеся циклы приводят к перекручиванию и преждевременному выходу уплотнения из строя.

Газ, захваченный в скрытом объеме, перекрываемым снаружи уплотнением, но медленно натекающий во внутреннюю часть системы, вызывает то, что известно под названием «виртуальной течи». Симптомами такой течи являются медленная откачка и всплески давления. Во избежание виртуальных течей канавки уплотнительных колец должны вентилироваться посредством узкого паза, простирающегося от канавки во внутреннюю часть фланца.

В большинстве случаев уплотнительные кольца обеспечивают герметичные уплотнения без использования консистентной смазки. Консистентная смазка часто является вредным за-

грязнителем и усугубляет проблемы, связанные с виртуальной течью, в особенности при ее широком использовании. Когда использование консистентной смазки разрешается, для статических уплотнений адекватным является только такое количество консистентной смазки, которое будет достаточным, чтобы заблестела поверхность уплотнительного кольца. Однако когда уплотнительные кольца используются в роторных или линейных подвижных соединениях-перемычках, они должны быть хорошо смазаны для предотвращения повреждения. Подвижные соединения-перемычки уплотнительных колец должны ограничиваться случаями применения, где присутствует вакуум выше 10^{-6} мм рт. ст. из-за открытых смазанных поверхностей. Характеристики десорбции некоторых вакуумных консистентных смазок были описаны Лауренсоном [21]. Перфторированные полиэфирные масла и консистентные смазки марки Fomblin® [22] характеризуются очень низкими значениями давления пара и обладают химической устойчивостью.

Когда уплотнительные кольца из фторэластомера предназначаются для использования при давлениях ниже 10^{-4} мм рт. ст., они могут предварительно подвергаться термической обработке в вакууме приблизительно при $150\text{--}200^\circ\text{C}$ для уменьшения газовыделения в виде водяных паров и другого летучего вещества внутри эластомера [23]. Время от времени уплотнительные кольца очищаются этиловым спиртом или фторированными растворителями. Затем требуется провести термическую обработку для полного удаления растворителей. Металлические уплотнения рекомендуются, когда необходимо обеспечить более низкие значения давления и большую чистоту системы.

4.6.3. Металлические уплотнения

4.6.3.1. Разработка металлических уплотнений для вакуумных систем

История создания металлических уплотнений тесно связана с историей получения сверхвысокого вакуума. Первые клапаны с металлическими уплотнениями, совместимые со сверхвысоким вакуумом, были сконструированы Альтертом [24] в Westinghouse Research Laboratories. Штенгели были маленькими, приблизительно 12 мм, а диаметр отверстия клапана составлял 6,3 мм. Биллз и Эллен [25] разработали маленький клапан с металлическим уплотнением, у которого была незначительная проводимость в закрытом состоянии. Эти клапаны были доступны и продавались на рынке в течение многих лет [26].

В конце 1950-х гг. спрос на большие, полностью металлические вакуумные системы для исследований в области космического пространства и физики плазмы привел к разработке соответствующих элементов. В Соединенных Штатах НАСА оказывала поддержку крупномасштабным исследованиям уплотнений и уплотняющих поверхностей [27, 28, 29].

Стеллараторы для исследования ядерного синтеза в Лаборатории плазмы Принстона работали в условиях сверхвысокого вакуума, где использовались уплотнения из золотой проволоки [30], а Суше обсуждал уплотнения из золотой проволоки, используемые в ЦЕРН (Европейская Организация по ядерным исследованиям) [31]. Уплотнения из золотой проволоки надежны, однако стоимость золота является значительной, и когда речь идет о больших размерах, с полностью прошедшей отжиг золотой проволокой диаметром приблизительно 1 мм обращаться нелегко.

Фланцы со срезным уплотнением, в которых использовались плоские медные прокладки, впервые были описаны Ланджем и Альтертом [32] и изготавливались для коммерческого применения приблизительно до 1962 г. Принцип срезного уплотнения, показанный на рис. 4.

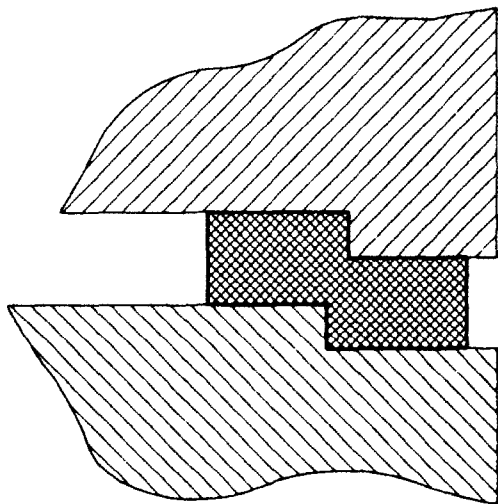


Рис. 4. Деталь срезного уплотнения, впервые описанного Ларджем и Альпертом. Медная прокладка частично срезается между внешним и внутренним фланцами

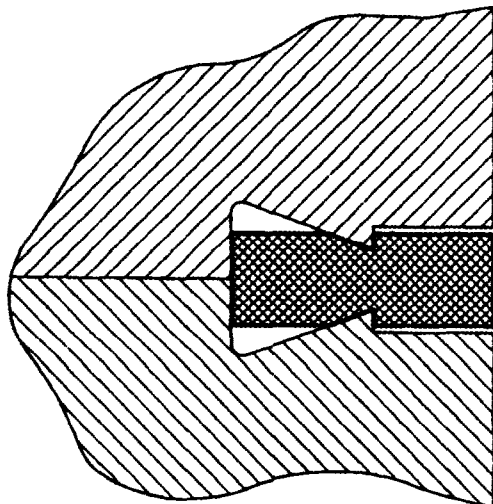


Рис. 5. Деталь нитцера фланца CF, где показана медная прокладка, захваченная между острыми кромками

оказался надежным, но фланцы были неудобными, потому что они были парными (внутренними и внешними). Когда конструкция фланца с острой кромкой, разработанная Уиллером и Карлеоном [33, 34], была выпущена компанией Varian Associated в виде фланца ConFlat® [35], она быстро заменила все предыдущие фланцы с металлическим уплотнением. Деталь уплотнения показана на рис. 5. Компания Varian Associated владела патентом [36] на данную конфигурацию острой кромки, используемую в ConFlat®.

Для обхода данного патента другие производители изготовили фланцы с такой же схемой болтов, наружным диаметром и диаметром острой кромки, но с радиусными острыми кромками. Их уплотнения не обеспечивали такую же надежную герметизацию, как ConFlat®, и вскоре исчезли с рынка. Конструкция радиусной острой кромки, эскиз которой приведен на рис. 6, продолжает использоваться на фитингах с малыми торцевыми уплотнениями, которые можно закупить из разных источников.

Хотя срок патента истек, термин ConFlat® остается торговой маркой. Во избежание использования данного названия фланцы типа ConFlat® часто называются «Фланцами CF».

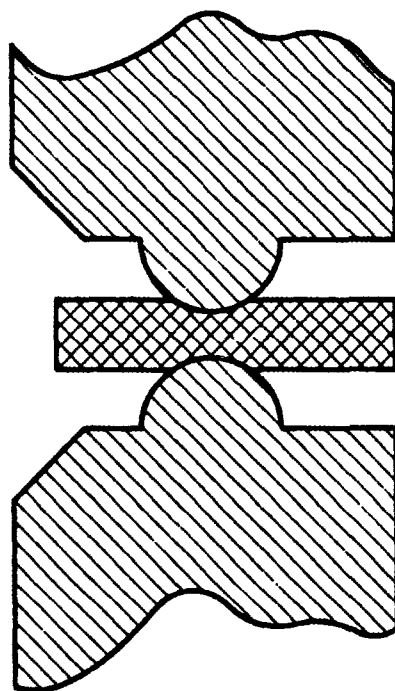


Рис. 6. Деталь фитинга малого торцевого уплотнения, где показана медная прокладка, в которую вставлены радиусные острые кромки

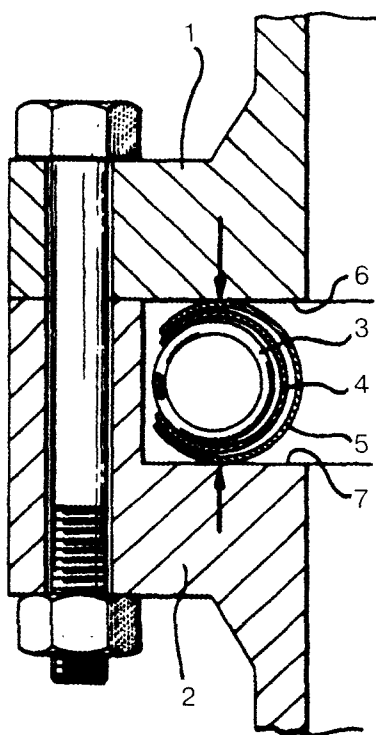


Рис. 7. Уплотнение Helico-flex[®], разработанное CEFILAC: 1, 2 — фланцы; 3 — винтовая пружина; 4 — гильза; 5 — внешний металлический слой уплотнения; 6, 7 — уплотнения (рисунок заимствован из чертежа патента)

4.6.3.2. Энергия упругого сжатия

Если штуцер, состоящий из фланцевой пары и уплотнения, должен оставаться герметичным, подвергаясь дифференциальным движениям, вызываемым изменяющимися температурами с неизбежными температурными градиентами, необходимо, чтобы в каком-то элементе штуцера сохранялась энергия упругого сжатия. В случае уплотнений, в которых используются эластомеры, сам по себе эластомер служит этой функции. Во фланцах CF деформация фланцевой пары помогает обеспечить уплотнение [37, 38]. Проблема целостности уплотнения усложняется по мере того, как фланцы CF становятся больше. Фланцы CF шестнадцать дюймов не могут оставаться герметичными после термической обработки.

Небольшие изменения иногда вносятся в детали фланцев CF. В Европе вертикальная поверхность острой кромки часто выполняется с небольшим положительным углом.

Имеется возможность изготовить металлическое уплотнение в сборе, которое будет упругим само по себе. Уплотнение Helico-flex[®], разработанное CEFILAC [39, 40] — это пример такой конструкции (рис. 7). Уплотнение представляет собой металлическое уплотнительное кольцо, состоящее из винтовой пружины, ставшей бесконечной благодаря сварке, слоя твердого металла для распределения силы от дискретных витков пружины и внешнего слоя более мягкого металла уплотнения, в частности такого, как алюминий, медь или серебро.

Если поперечное сечение уплотнения Helico-flex[®] является круглым, контактная площадь между уплотнением и фланцем больше, чем у CF, и соответственно требуется большее уплотняющее усилие для того же металла уплотнения. Для того, чтобы уменьшить потребность в уплотняющем усилии, существуют «дельта-уплотнение» Helico-flex[®] с модифицированными поверхностями, обеспечивающими уменьшенную контактную площадь [41]. Одним из преимуществ уплотнения Helico-flex[®] является то, что оно может изготавливаться в виде таких форм, которые используются с некруглыми фланцами. Также возможны очень большие размеры. Внешний слой металла уплотнения можно подобрать таким образом, чтобы он соответствовал конкретному случаю применения. Большое число уплотнений Helico-flex[®] с серебряным внешним слоем использовалось на портах размером $0,22 \times 1,6$ м в TFTR (токамаке Принстонского университета) [42].

Уэльч и его коллеги [43] провели оценку нескольких типов металлических уплотнений с точки зрения возможного использования в ускорителе AGS в Национальных лабораториях Брукхэвен и выбрали «дельта-уплотнение» Helico-flex[®]. К сожалению, уплотнение Helico-flex[®] не является идеальным эластичным элементом. Кривая зависимости смещения от усилия сжатия уплотнения (кривая гистерезиса) имеет очень открытую петлю [39].

4.6.3.3. Другие металлические уплотнения

Производители предлагают другие металлические уплотнения. В продаже имеются алюминиевые уплотнения с ромбовидным поперечным сечением для установки между фланцами с плоскими торцами, как показано на рис. 8. Унтерлершнер [14] пишет о результатах исследования в CERN, где использовалось большое количество уплотнений этого типа. Уплотнения показали себя надежными.

Когда острые кромки фланца CF повреждаются в результате небрежного обращения, они могут не обеспечивать уплотнение с помощью стандартных прокладок. Фенд [45] описал уплотнение для использования с фланцами CF, как показано на рис. 9. Уплотнения предлагаются в исполнении из алюминия, меди и никеля, и, как утверждается, эти прокладки требуют только приблизительно 50% усилия уплотнения стандартной прокладки CF из того же самого материала.

Фирма VAT VACUUMVENTILE AG [46] предлагает серию уплотнений многоразового использования, в которых в качестве металла уплотнения используется индий. Они предназначены для использования с системой фланца ISO-KF. Температура термической обработки ограничивается приблизительно 75 °C, но это может быть очень эффективным способом устранения эластомеров из существующей системы с помощью фланцев KF.

4.6.3.4. Теория металлических уплотнений

Для того чтобы получить металлическое уплотнение между твердым и мягким металлами, важно, чтобы мягкий металл был пластически деформирован на стыке двух металлов. Рот [47, 48] исследовал механизм металлического уплотнения твердый — мягкий металлы. Арманд, Лапужулад и Пэнь [49] сравнили теорию и экспериментальные данные по проводимости течей контактных поверхностей с микронеровностями.

Кроме того, если включить срез в пластическую деформацию, то он способствует эффективной герметизации. Существует несколько способов получения среза уплотнения. Если разложить прокладку во время сжатия между плоскими поверхностями, то это вызывает опре-

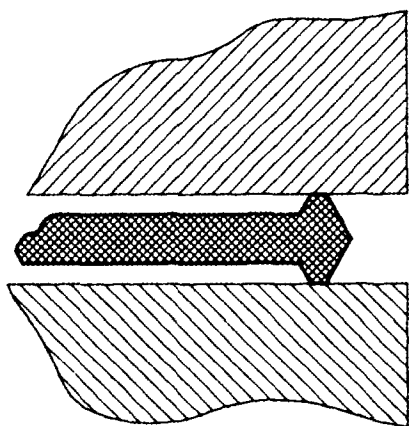


Рис. 8. Деталь уплотнения, где показано алюминиевое уплотнение ромбовидного поперечного сечения между фланцами с плоскими торцами

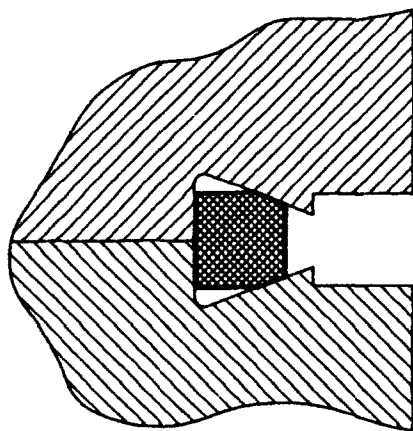


Рис. 9. Деталь штуцера между стандартными фланцами CF, но с использованием квадратной прокладки

деленный срез металла уплотнения относительно поверхности фланца. Проскальзывание, подобное смещению фланца относительно уплотнения, вызывает срез. Возможно, самое важное заключается в том, что когда острая кромка фланца СФ входит в медную прокладку, имеет место значительный срез меди на почти вертикальной поверхности. Небольшие дефекты, в частности такие, как царапины на медной прокладке, исчезают в крутой части оттиска. Это можно наблюдать, если специально поцарапать прокладку скрайбером, полностью зажать ее между парой фланцев СФ, удалить прокладку и осмотреть ее под микроскопом [33, 50]. Царапина будет видна на части оттиска с мелким углом, но будет исчезать на вертикали. Считается, что исчезновение дефектов поверхности в оттиске — это требование для герметизации. Где именно происходит герметизация с фланцем СФ, остается вопросом, интересным для исследователей. Фланцы СФ также надежно герметизируются, когда торцы фланца и острые кромки подвергаются дробеструйной обработке стеклянной дробью.

Ситуация изменяется, когда используется радиусная острая кромка. Сегодня такие острые кромки можно найти в фитингах с торцевым уплотнением производства нескольких компаний, которые предназначены для использования с трубами диаметром от $\frac{1}{4}$ до 1 дюйма. Уплотнение с помощью поцарапанной прокладки может не привести к тому, что царапина полностью исчезнет где-нибудь в выемке острой кромки. Одной из иллюстраций более слабых уплотнительных свойств радиусной острой кромки является то, что эти фитинги не будут герметизироваться, когда незапаянные пятнами поверхности будут подвергаться дробеструйной обработке стеклянной дробью. Хороший способ получить течь приблизительно $10^{-6} - 10^{-5}$ атм. см³/с состоит в том, чтобы провести дробеструйную очистку стеклянной дробью пары этих фитингов и собрать стык.

Уплотнения между парами твердого металла теоретически были рассмотрены Инбаром [51]. Интересное уплотнение из твердого металла для использования между фланцами было описано Верхейденом и Клайном [52]. Сомнительно, что две чистых поверхности твердого металла можно привести в такое тесное соприкосновение только посредством упругой деформации и что результатом будет герметичное уплотнение. На рис. 10 представлены угловой и запорный клапаны с металлическим уплотнением [46], где, как утверждается, уплотнение находится между парами твердых — твердый металл без пластической деформации. Однако один элемент этого уплотнения покрыт очень тонкой пленкой серебра, для того чтобы предотвратить холодную сварку. Возможно, эта серебряная пленка служит для заполнения микроскопических пустот, остающихся, когда металлические поверхности приводят-

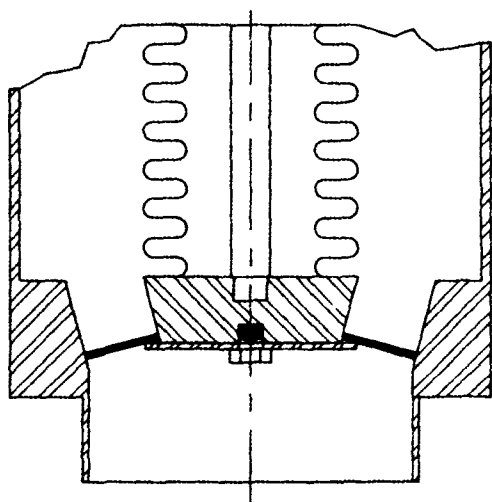


Рис. 10. Схема уплотнения твердый — твердый металл, используемой компанией VAT VACUUM-VENTILE AG в клапанах с металлическим уплотнением. Коническое седло, наконечник и коническая шайба изготовлены из твердых нержавеющей сталей. Обратите внимание, что шайба должна быть герметичной как на своем внутреннем, так и на внешнем диаметре

ся в соприкосновение под высокой нагрузкой. Каким бы ни был механизм, герметизация этих клапанов является надежной на протяжении продолжительного жизненного цикла.

Несколько молекулярных слоев адсорбированного масла или воды между стыками металлического уплотнения могут привести к тому, что несовершенное уплотнение будет казаться герметичным. Это известно под названием «жидкое уплотнение», и последствия этого являются особенно досадными, когда это явление встречается в прецизионных клапанах утечки, где оно вызывает резкий скачок проводимости при открытии клапана. Поскольку это распространенный эффект, и пара атмосферной воды бывает достаточно для того, чтобы его вызвать, металлическое уплотнение должно считаться герметичным, только когда оно было подвергнуто термической обработке и испытано в свободной от влажности среде.

4.6.3.5. Металлы уплотнения

Для вакуумных уплотнений используются многие металлы. В порядке возрастания требований к уплотнительной нагрузке наиболее часто применяются индий, свинец, золото, алюминий, серебро, медь и никель. Индий обладает очень низким давлением паров; он даже успешно уплотняет керамику и стекло. Но максимальная рабочая температура ограничивается приблизительно 70 °C, и индий подвержен холодному потоку. Если необходимо, чтобы уплотнение было долговечным, индий должен удерживаться в указанных параметрах. Свинец всегда использовался в качестве проволоки или гальванических покрытий. Алюминий используется для нескольких типов уплотнений, но идеально эффективным не является. Возможно, пленка окисла предотвращает последовательный контакт металла к металлу. О том, что алюминиевые уплотнения не показали такую же надежность, как медь, упоминал ван Херден [50].

Серебро является отличным металлом уплотнения, но уплотнения, в которых он используется, имеют высокую стоимость, а золото стоит еще больше. Медные прокладки широко используются с фланцами CF. Когда медные прокладки подвергаются термической обработке при 400 °C, окисление меди ограничивает число термических обработок 20—30. Викберг [53] провел испытания прокладок с серебряным покрытием в CERN и пришел к выводу, что они выдерживали по крайней мере десять циклов термической обработки при 300 °C длительностью 8 ч без помутнения или отслоения серебра. Медь является неприемлемой в некоторых химических средах, которые присутствуют в производстве полупроводниковых устройств. В этих случаях иногда на замену ставят никелевые прокладки. Даже когда никель подвергается полному отжигу, требующаяся сила уплотнения настолько велика, что трудно избежать поломки болтов фланца CF. Полезную роль в этом смысле играет сухое пленочное покрытие из дисульфида молибдена, используемое на болтах, применяемых с фланцами CF в целях получения максимального зажатия при минимальном крутящем моменте.

4.6.3.6. Анализ металлических уплотнений

Металлические уплотнения требуются в следующих случаях: при высоких или низких температурах, значительных газовыделении и проницаемости, что недопустимо для полимерных уплотнений, или в присутствии достаточного ядерного излучения для повреждения полимеров. Фланцы типа CF, используемые с медными прокладками, удовлетворительны для применения с круглыми фланцами диаметром до 12 дюймов. Для больших размеров и некруглых форм, пожалуй, единственным выбором являются уплотнения Helocoflex®. Однако они дорогие и могут иметь долгие сроки поставки, если изготавливаются под заказ; кроме того, следует

оценивать их по мере использования для того, чтобы приобрести опыт до принятия окончательного решения об использовании в рамках крупного проекта.

Разработка металлических уплотнений, вероятно, будет продолжаться под влиянием тенденции использования еще более низких значений давления для производства полупроводниковых устройств, а также в результате строительства больших ускорителей-накопителей, где большое значение имеют как крайне низкие значения давления, так и высокая надежность.

Литература

1. Viton® is a registered trademark of DuPont Co., Wilmington, DE 19898.
2. Flourel® is a registered trademark of 3M Co., St. Paul, MN 55144.
3. VITON Fluid Resistance Guide VT-500.1 (R2) 191281E (DuPont, Wilmington, DE, December 1994).
4. The General Chemical Resistance of Various Elastomers (Los Angeles Rubber Group, Inc., Los Angeles, 1970).
5. Standard Test Methods for Rubber Property—Compression Set, ASTM D395—89 (American Society for Testing and Materials, Philadelphia 1989).
6. CHEMRAZ DATA SHEET HC 789 (Greene, Tweed & Co., Inc., Kuipsville, PA 1989).
7. M. H. Van de Voorde and C. Resiat, Selection Guide to Organic Materials for Nuclear Engineering, CERN Report 72—7 (CERN, Geneva 17 May 1972).
8. B. B. Dayton, 1959 Sixth Nat. Symp. Vac. Technol. Trans. (Pergamon Press, New York, 1960); pp. 101—119.
9. P. W. Hait, *Vacuum*, 17 (1967) 547.
10. G. Thieme, *Vacuum*, 13 (1963) 137.
11. L. de Csernatony, *Vacuum*, 16 (1966) 129.
12. B. B. Dayton, *J. Vac. Sci. Technol.*, A13 (1995) 451.
13. J. R. Young, *J. Vac. Sci. Technol.*, 6 (1969) 398.
14. E. DeLaurenlis, S. Wu, J. Salfelder, and Y. Uritsky, *Microcontamination*, 3 (1994) 45.
15. A. W. Chesterton Co., Stoneham, MA 02180.
16. T. J. Edwards, J. R. Budge, and W. Hauptli, *J. Vac. Sci. Technol.*, 14 (1977) 740.
17. B. W. L. M. Sessink and N. F. Verster, *Vacuum*, 23 (1973) 319.
18. Parker O-Ring Handbook (Parker Seal Group, Lexington, KY, 1992), Sec. A2, p. 15.
19. Parker O-Ring Handbook (Parker Seal Group, Lexington, KY, 1992), Sec. A4, pp. 8—9.
20. O-Ring Handbook (Precision Rubber Products Corp., Lebanon, TN, January 1984), Sec. 2, p. 6.
21. L. Laursen, *Vacuum*, 27 (1976) 431.
22. Fomblin is a registered trademark of Montedison USA, New York.
23. L. de Csernatony, *Vacuum*, 16 (1966) 13.
24. D. Aipert, *Rev. Sci. Instrum.*, 22 (1951) 536.
25. D. G. Bills and F. G. Allen, *Rev. Sci. Instrum.*, 26 (1955) 654.
26. Granville-Phillips Co., Boulder, CO 80301.
27. F. O. Rathbun, Jr., ed. Sealing Action at the Seal Interface, NASA Report N 63—18.159 (1963);
28. L. G. Gitzendanner and F. O. Rathbun, Jr. Design Criteria for Zero Leakage Connectors for Launch Vehicles, NASA Report N65—30841 (1965).
29. X. A. Bain and J. P. Laniewski, Zero Leakage Design for Ducts and Tube Connections for Deep Space Travel, NASA Report 68—20974 (1967).

30. D. J. Grove. 1958 Fifth Nat. Symp. Vac. Technol. Trans. (Pergamon Press, New York, 1959), p. 9.
31. R. Souchet, *Le Vide*, No. 123 (1966) 235.
32. W. J. Lange and D. Alpert. *Rev. Sci. Instrum.*, 28 (1957) 726.
33. W. R. Wheeler and M. Carlson. 1961 Trans. Eighth Nat. Vac. Symp. (Pergamon Press, New York, 1962), p. 1309.
34. W. R. Wheeler. 1963 Trans. Tenth Nat. Vac. Symp. (Macmillan, New York, 1963), p. 159.
35. Conflat® is a registered trademark of Varian Vacuum Products, Lexington, MA 02173.
36. M. A. Carlson and W. R. Wheeler, U.S. Patent 3,208,758 issued September 28, 1965.
37. T. Wikberg and E. Dodelin. *Vacuum*, 41 (1990) 2082.
38. K. Kitamura, K. Itoh, T. Uchida, M. Kondoh, K. Obara, K. Nakamura, and Y. Murakami. *J. Vac. Sci. Technol.*, A12 (1994) 3217.
39. Helicoflex® is a registered trademark of CEFTLAC S.A., St. Etienne, France.
40. C. Abbes, S. Bianchi, R. Chevallereau, M. Moreau, J. Rogement, R. Roques, C. Rouaud, and H. Royer. U.S. patent 3,820,799, issued June 28, 1974.
41. R. de Villepoix, J. Fages, R. Forges, C. Abbes, and C. Rouaud. U.S. Patent 4,561,662, issued 31 Dec. 1985.
42. R. B. Fleming, R. W. Brocker, D. H. Mullaney, and C. A. Knapp. *J. Vac. Sci. Technol.*, 17 (1980) 337.
43. K. M. Welch, G. T. McIntyre, J. E. Tuozzolo, R. Skelton, D. J. Pate, and S. M. Gill. *Vacuum*, 41 (1990) 1924.
44. W. Unterlerchner. *Vacuum*, 41 (1990) 1920.
45. H. Fend. *Vacuum*, 47 (1996) 527.
46. VAT VAKUUMVENTILE AG, Haag/SG, Switzerland.
47. A. Roth. *J. Vac. Sci. Technol.*, 9 (1972) 14.
48. A. Roth. *J. Vac. Sci. Technol.*, A1 (1983) 211.
49. G. Armand, J. Lapujoulade, and J. Paigne. *Vacuum*, 14 (1964) 53.
50. P. J. van Heerden. *Rev. Sci. Instrum.*, 26 (1955) 1130.
51. A. Inbar. *Vacuum*, 22 (1972) 187.
52. L. Verheyden and K. Klein. *Vacuum*, 21 (1971) 401.
53. T. Wikberg. *J. Vac. Sci. Technol.*, 5 (1968) 205

4.7. Газовыделение материалов

Бенджамин Б. Дейтон

4.7.1. Зависимости между давлением системы, быстротой откачки и газовыделением

4.7.1.1. Параметры газовыделения

Общая быстрота откачки вакуумной камеры

Типичная вакуумная установка или система состоит из главной вакуумной камеры известного объема V и открытой стенки площадью A из известного материала с известным состоянием поверхности, из которой должен осуществляться процесс газовыделения при измеренном низком давлении p , поддерживаемом вакуумным насосом с номинальной быстротой дей-

ствия S_p . Если используется масляный диффузионный насос, он может быть снабжен подходящей перегородкой или холодной ловушкой известной проводимости C_p , расположенной между насосом и камерой, предотвращающей диффузию пара обратно в камеру из насоса, который также обычно имеет внутренние средства уменьшения обратной миграции масляного пара. Если насос представляет собой турбомолекулярный насос или крионасос, никакой ловушки не требуется, но турбонасос может иметь защитный экран на впуске. В систему может быть включен клапан высокого давления известной проводимости C_v , предназначенный для того чтобы изолировать насос от камеры во время вентилирования в атмосферу. Кроме того, иногда необходимо принимать во внимание дополнительное полное сопротивление $1/C_p$ потоку газа, создаваемому короткими участками трубы между камерой и корпусом клапана, особенно когда это трубное соединение включает прямоугольное колено. Общая быстрота откачки S_n , имеющаяся на соединении с камерой, тогда выражается следующим образом:

$$1/S_n = 1/C_p + 1/C_v + 1/C_p + 1/S_p, \quad (1)$$

где проводимости C_p , C_v , C_p принимаются измеренными или рассчитанными без входных или выходных коррекций, поскольку диаметр трубных соединений, а также клапана и корпуса перегородок обычно приблизительно такой же, как и диаметр впускного отверстия в насос. Если быстрота действия насоса S_p была измерена с помощью вакуумного колпака в соответствии со стандартной рекомендуемой практикой Американского вакуумного общества или ISO (Международной организации стандартов), она будет включать единственную входную коррекцию, которую требуется выполнить, поскольку расположение вакуумметра выбирается так, чтобы измеренная скорость имитировала скорость газа, текущего от большой входной камеры по впускному отверстию насоса [1]. Конечно, если никакой перегородки или клапана не используется, соответствующие выражения полного сопротивления из уравнения (1) исключаются. Быстроту действия насоса обычно выражают в литрах в секунду, а проводимость — в мм рт. ст.-литрах на секунду на перепад давления в мм рт. ст.

4.7.1.2. Собственная, или свободная, скорость газовыделения

Собственную, или «свободную скорость газовыделения» (скорость газовыделения при давлениях настолько низких, что реадсорбция является незначительной и ею можно пренебречь) K_n стенок камеры и других поверхностей, открытых внутри камеры при комнатной температуре, можно ориентировочно рассчитать из [2, 3, 4]

$$K_n = K_{f1}/t_h^\alpha, \quad (2)$$

где t_h — время откачки до предельного момента времени t_{hm} (обычно несколько часов), при котором это простое уравнение не может использоваться; α — постоянная, приблизительно равная 1 для металлических поверхностей, имеющая смысл до времени t_{hm} , которая зависит от толщины слоя оксида на металле и приблизительно равняется 0,5 для эластомеров и пластмасс вплоть до времени t_{hm} , которая зависит от толщины материала; K_{f1} — это свободная скорость газовыделения (в мм рт. ст. · л · с⁻¹ · см⁻²) после 1 ч откачки, которая не зависит от соотношения общей быстроты откачки S_n и открытой площади газовыделения A_n .

Для того, чтобы перевести скорость газовыделения в мм рт. ст. · л · с⁻¹ · см⁻² в Па · м · с⁻¹, результат нужно умножить на 1333,22. Для перевода из мм рт. ст. · л · с⁻¹ · см⁻² при 25 °С в количество молекул · с⁻¹ · см⁻², результат нужно умножить на $3,24 \cdot 10^{19}$.

Свойства материалов в условиях вакуума

Материалом стенки камеры обычно является коррозионностойкая сталь или алюминий, но может быть и мягкая сталь или медь, а для этих металлов значение K_d главным образом зависит от толщины и состояния тонкой оксидной пленки, которая всегда существует на поверхности от парциального давления P_c водяного пара в воздухе, вследствие которого поверхность подвергалась в течение данного времени t_c до откачки. Значения K_d , рассчитанные на основе измерений скорости газовыделения коррозионностойкой стали и алюминия для различных условий воздействия водяного пара, приводятся в табл. 1.

Если стенка камеры подвергается термической обработке при температурах от 150 до 200 °C в течение достаточного времени во время откачки, большая часть воды, адсорбированной в слое оксида, может быть удалена, и скорость газовыделения стенки камеры затем зависит от содержания водорода, кислорода и других газов, которые растворены в находящемся в следующем слое металле и которые диффундируют в открытую поверхность, а также от десорбции остаточных молекул воды, хемосорбированных в слое оксида. При этих условиях экспонента α обычно несколько меньше 1. Для того чтобы получить значения давления сверхвысокого вакуума, необходимо тщательно очистить поверхность и удалить большую часть растворенного водорода путем термической обработки в условиях вакуума при 300—500 °C в течение нескольких часов [5, 6].

Кроме газовыделения от стенок камеры, корпуса, перегородки и вакуумного клапана, будет иметь место газовыделение от любых прокладок из эластомера, которые используются для герметизации фланцевых соединений и пластины клапана. Для определения газовыделения необходимо знать тип эластомера и площадь открытой поверхности. Для эластомеров и пластмасс экспонента α обычно составляет приблизительно 0,5, кроме силиконового эластомера, у которого α равняется приблизительно 1. В табл. 2, значения K_d для эластомеров и пластмасс выражены в виде K_m .

Может также происходить некоторое проникновение газов из атмосферы через уплотнения из эластомера между фланцами, а также проникновение водорода через некоторые металлы в силу реакции внешней поверхности с водой, в особенности у металлов, которые не образуют защитного оксидного покрытия (железо) [7].

Скорость проницаемости, $\text{мм рт. ст.} \cdot \text{л} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{см}^2$, газа в вакуум через открытую стеклянную или металлическую стенку толщиной w_m , мм, или прокладку из эластомера при парциальном давлении P_n и абсолютной температуре T выражается следующим образом:

$$K_u = (760/273) \cdot 10^{-3} T (U_{nm}/w_m) P_n^{1/2}, \quad (3)$$

где U_{nm} — коэффициент проницаемости, который изменяется в зависимости от абсолютной температуры T_m материала m согласно следующему выражению:

$$U_{nm} = a_{nm} \exp(-10^3 E_{nm}/(jRT_m)), \quad (4)$$

где a_{nm} — постоянная проницаемости материала, величина, остающаяся практически постоянной в широком диапазоне температур, которая выражается в единицах проницаемости и зависит от температуры, давления и толщины материала, $\text{см}^3/(\text{см}^2 \cdot \text{мм. рт. ст.}^{-1} \cdot \text{мм}^{-1})$; E_{nm} — энергия активации для проницаемости материала, ккал/моль; j — число диссоциации ($j=1$ для большинства газов, диффундирующих через пластмассы и эластомеры, $j=2$ для двухатомных молекул, диффундирующих через металлы), R — это газовая постоянная ($R=1,987$).

Таблица 1. Измеренные постоянные скорости газовыделения для коррозионнотойстойкой стали и сплава алюминия и расчетная свободная скорость газовыделения

Материал и обработка поверхности	A_m/S_w	p_e	t_e	$10^9 K_{ml}$	α_1	$10^9 K_d$	Номер в списке источников
А. Коррозионнотойкая сталь							
1. 305 термообработка 24 ч, 150 °С	2410	18	0,33	0,7	1,3	623	[1]
2. 304 термообработка 48 ч, 150 °С							
а. электрополировка	717	15	1,0	8,3	1,11	1410	[2]
б. электрополировка + тлеющий разряд He	717	15	1,0	4,1	0,92	694	[2]
в. вакуумный переплав/моющее вещество	717	15	1,0	4,6	1,17	779	[2]
г. обработка поверхности после прокатки/моющее вещество	717	15	1,0	4,9	1,14	830	[2]
3. 304 первая откатка							
а. после полировки на ленточно-полировочном станке	790	10?	>24	1,6	0,9	153	[3]
б. после полировки кожаным кругом	790	10?	>24	1,0	1,0	96	[3]
4. 305, термообработка 24 ч, 150 °С, погружение в воду	1198	23	24	0,8	1,2	88	[4]
5. SS Kh18N9T							
а. Без обработки	134	10?	>24	28	1,4	486	[5]
б. Обработка щеткой	134	10?	0,5	7,0	1,2	372	[5]
в. Ультразвуковая обр.	134	10?	0,5	3,1	1,1	165	[5]
г. Механическая полировка	134	10?	0,5	2,1	1,0	117	[5]
д. Химическая полировка	134	10?	0,5	1,8	1,0	96	[5]
6. 304, высокая степень полировки, откатка до $8 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст., при 12 °С							
а. Первое воздействие при 12 °С	14	10	0,25	8,0	1,1	103	[6]
б. Второе воздействие при 12 °С	14	1	0,25	4,3	1,2	119	[6]
в. Третье воздействие при 12 °С	14	0,1	0,25	1,9	1,3	114	[6]
г. Четвертое воздействие при 12 °С	14	0,01	0,25	0,8	1,35	103	[6]
7. 304 Без термической обработки, откатка до $<10^{-7}$ мм рт. ст.							
а. Первое воздействие	2,36	18	$1/60$	40	1,33	873	[7]
б. Второе воздействие	2,36	18	$1/12$	80	1,2	783	[7]
в. Третье воздействие	2,36	18	$1/2$	160	1,1	655	[7]
г. Четвертое воздействие	2,36	18	3	400	1,0	761	[7]
д. Пятое воздействие	2,36	18	19	600	0,8	805	[7]
е. Шестое воздействие	2,36	18	48	600	0,8	799	[7]
8. 304, термообработка при 180 °С, откатка до предельного остаточного давления							
а. Первое воздействие	19	$4 \cdot 10^{-5}$	0,5	0,80	0,8	558	[8]
б. Второе воздействие	19	$4 \cdot 10^{-5}$	0,17	0,34	0,8	399	[8]
Б. Алюминиевый сплав							
1. А6063-ЕХ, термообработка 24 ч, 150 °С	2410	18	0,33	10	1,1	8890	[1]
2. 6061, термообработка 48 ч, 150 °С							
а. Инертный материал после экструзии (ЕХ) TIG	717	15	1,0	7,5	1,12	1270	[2]
б. Зеркальная финишная отделка	717	15	1,0	6,4	1,12	1080	[2]
в. Обработка поверхности после прокатки/моющее вещество	717	15	1,0	7,8	1,19	1320	[2]

Окончание таблицы 1

Материал и обработка поверхности	A_m/S_w	p_e	t_e	$10^9 K_{ml}$	α_1	$10^9 K_{fl}$	Номер в списке источников
3. А6063-ЕХ с погружением в H_2O	2256	23	24	13	1,2	2670	[4]
4. А6063-ЕХ, аргон, тлеющий разряд, химическое травление							
а. Первое воздействие	$2 \cdot 10^4$	9	0,25	0,47	1,1	4980	[9]
б. Второе воздействие	$2 \cdot 10^4$	0,01	0,25	0,08	1,2	8180	[9]

Примечание:

A_m — площадь открытой поверхности материала, с которой происходит газовыделение, $см^2$;

S_w — быстрота откачки водяного пара при $25^\circ C$, л/с;

K_{ml} — скорость газовыделения, измеряемая в течение 1 ч откачки ($мм\ рт.\ ст.\ л/с^{-1}\ см^{-2}$);

α_1 — абсолютное значение угла наклона графика логарифмической зависимости скорости газовыделения от времени после 1 ч откачки;

p_e — парциальное давление (в $мм\ рт.\ ст.$) водяного пара во время воздействия доведенной до кондиции вакуумной системы в течение времени t_e , ч, до откачки при комнатной температуре;

K_{fl} — расчетная свободная скорость газовыделения в течение 1 ч откачки ($мм\ рт.\ ст.\ л/сек^{-1}\ см^{-2}$).

Источники

1. J. Chen, et al. J. Vac. Technol., A5 (1987) 3422.
2. H. F. Dylla, D. M. Manos, and P. H. La Marche. J. Vac. Sci. Technol., A11 (1993) 2623.
3. N. Yoshimura and H. Hirano. J. Vac. Sci. Technol., A7 (1987) 3351.
4. J. Chen and Y. Liu. J. Vac. Sci. Technol., A5 (1987) 262.
5. V. Zhilnin, L. Zhilnina, and A. Kuzmin. Proc. 4th Internat. Vac. Congress, Manchester 1968, Часть 2 (Ins. Physics and Physical Soc., London, 1968), p. 801—808.
6. H. J. Schuetze and K. E. Hennings — See B. Dayton. J. Vac. Sci. Technol., A13 (1995) 451.
7. H. Galron, Vacuum, 23 (1973) 177.
8. R. Strehlow and D. Richardson. Proc. 4th Internat. Vac. Congress, Manchester 1968, Часть 2 (Ins. Physics and Physical Soc., London, 1968), p. 175—178.
9. J. Chen, et al. J. Vac. Technol., A12 (1994) 1750.

При отсутствии течей в сварочных швах и остаточного пара насосной жидкости в системе предельное остаточное давление определяется проницаемостью через прокладки и стенки согласно следующему выражению:

$$p_u = K_u A_u / S, \quad (5)$$

где A_u — эффективная площадь, через которую происходит просачивание газов; S — это общая быстрота откачки просачивающихся газов.

В табл. 3 приводятся постоянные для проницаемости и диффузии некоторых газов через неметаллические материалы. В табл. 4 приводятся значения коэффициента проницаемости U_{nt} для газов через неметаллические материалы при комнатной температуре. Дополнительная информация может быть найдена в приведенных ссылках на литературу.

4.7.1.3. Зависимости между давлением в системе, быстротой откачки, скоростью газовыделения и размерами камеры

Общее уравнение для определения давления в камере

Принимая допущение, что существует n различных летучих составляющих, которые могут выделяться из m различных материалов, находящихся под воздействием вакуума в вакуум-

Таблица 2. Эмпирические постоянные для определения скорости газовыделения эластомеров и пластмасс

Материал	A_m	S_a	$10^{-7} K_{ml}$	α_1	Номер в списке источников
Араллит В	30	0,7	18	0,4	[1]
Араллит D	30	0,7	19	0,3	[1]
Араллит F	30	0,7	15	0,5	[1]
Конвасил	65	3,7	14	0,5	[7]
Эпикот	82	0,7	25	0,5	[2]
Эппон, Шелл Оил Ко.	41	0,4	40	1,2	[5]
Эпоксидная смола (СІВА)	39	1	27	0,4	[14]
Гипалон	25	(0,1)	18	0,5	[8]
Кел-F	65	1,5	0,4	0,7	[5]
Метилметакрилат	174	0,7	42	0,9	[2]
Натуральный каучук	25	(0,1)	63	0,5	[8]
Неоприн	65	3,7	330	0,5	[7]
Неоприн	25	(0,1)	31	0,5	[8]
Неоприн	—	1	70	0,3	[3]
Нейлон	—	1	120	0,5	[3]
Пербунан	65	3,7	35	0,5	[7]
Пербунан	25	(0,1)	28	0,5	[8]
Петинакс	22,7	0,6	60	0,31	[6]
Пермафил (G.E.)	57	0,4	400	1,8	[5]
Плексиглас M222 (Röhm and Haas)	12	0,10	19	0,43	[3]
Плексиглас (Alsthom)	30	0,7	31	0,4	[1]
Плексиглас	8	0,6	7	0,43	[6]
Полнакрилат	25	(0,1)	132	0,5	[8]
Полнамид (Bayer)	12	0,12	46	0,5	[4]
Полиэтилен (BASF)	12	0,10	2,4	0,5	[4]
Полиэтилен (Dynamit-AG)	12	0,23	2,6	0,5	[4]
Полистирол (Dynamit-AG)	12	0,14	15	0,5	[4]
Полистирол (BASF)	12	0,14	6	0,5	[4]
Полистирол	110	0,6	6	0,59	[6]
Полнуретан (Bayer)	12	0,85	5	0,5	[4]
Полвинилкарбазол (BASF)	12	0,23	16	0,5	[4]
ПТФЭ	—	1	3	0,45	[3]
Силастик	—	1	30	1,3	[3]
Силикон (74)	25	(0,1)	66	1,00	[8]
Силикон (54)	25	(0,1)	93	0,63	[8]
Силикон (R 60, толщина 1,7 мм)	14	0,18	20	0,75	[10]
Силикон (R 30, толщина 1,4 мм)	14	0,18	40	1,0	[10]
Силикон (R 30, толщина 4 мм)	14	0,18	80	1,0	[10]
Teflon, DuPont	12	0,23	4	0,7	[4]
Teflon, DuPont	65	1,5	5	0,68	[5]
Teflon	32	0,6	0,7	0,48	[6]

Окончание таблицы 2

Материал	A_m	S_a	$10^{-3} K_{ml}$	α_1	Номер в списке источников
Teflon	25	(0.1)	3.3	0.68	[8]
Ультрамид (BASF)	12	0.1	17	0.5	[4]
Viton	25	(0.1)	0.13	0.51	[8]
Viton A	10^4	300	0.19	0.5	[9]

Примечание:

A_m — площадь открытой поверхности с которой происходит газовыделение, см²

S_a — быстрота откачки для воздуха при 25 °С, л/с

K_{ml} — измеренная скорость газовыделения после откачки в течение 1 ч, мм рт. ст. л/с⁻¹ см⁻²

α_1 — абсолютное значение угла наклона графика логарифмической зависимости измеренной скорости газовыделения от времени после 1 ч откачки.

Источники

1. R. Geller. Le Vide, 13 (74) (1958) 71.
2. J. C. Boulassier. Le Vide, 14 (80) (1959) 39.
3. B. D. Power and D. J. Crawley. Trans. 1st Internat. Vac Congress, Namur, Vol. 1 (Pergamon Press, New York, 1960), p. 206—211.
4. R. Jaeckel and F. J. Schittko. Forschungsberichte des Wirtschafts- und Verkehrsministerium Nordrhein-Westfalen Nr. 369, Westdeutscher Verlag, Cologne, 1957.
5. B. B. Dayton. Trans. 6th Nat Vac. Symp. (Pergamon Press, New York, 1960), p. 101—119.
6. G. Tieme. Vacuum, 13 (1963) 137.
7. J. Blears, E. Greer, and J. Nightingale. Trans. 1st Internat. Vac Congress, Namur, Vol. 2 (Pergamon Press, New York., 1960), p. 473—479.
8. D. Beckman. Vacuum, 13 (1963) 349.
9. B. B. Dayton. J. Vac. Sci. Technol., A13 (1995) 451
10. H. Von Munchausen and F. Schittko. Vacuum, 13 (1963) 549.
11. A. Schramm. Le Vide, 18 (103), (1963) стр. 55.
12. F. J. Schittko. Vacuum, 13 (1963) 525.
13. R. Jaekel. Trans. 8th Nat. Vac. Symp. And 2nd Internat. Vac. Congress, Vol 1 (Pergamon Press, New York, 1962), p. 17—26.
14. B. H. Colwell. Vacuum, 20 (1970) 481.

ной камере, принцип равновесия масс в результате позволяет вывести следующее уравнение:

$$p_n S_n + p_n \sum f_n e_{nm} A_m = \sum K_{nm} A_m - V(dp_n/dt), \quad (6)$$

где p_n — парциальное давление n -ого газа, мм рт. ст.; S_n — общая быстрота откачки этого газа, л/с; A_m — это открытая площадь m -ого материала, см²; K_{nm} — «свободная» или собственная скорость газовыделения, мм рт. ст. · л · с⁻¹ · см⁻², для n -ого газа, определяемая как скорость газовыделения, когда реадсорбция является незначительной и ею можно пренебречь; t — время, с; V — это объем камеры, л; e_{nm} — коэффициент прилипания или коэффициент сорбции для n -ого газа m -ым материалом;

$$f_n = (R_0 T / 2\pi M_n)^{1/2} \cdot 10^{-3} \quad (7)$$

коэффициент «закона эффузии» при абсолютной температуре T для n -ого газа с молекулярной массой M_n , л · с⁻¹ · см⁻²; R_0 — газовая постоянная ($R_0 = 8,31 \cdot 10^7$ эрг · градус⁻¹ · К · моль⁻¹).

Таблица 3. Постоянные проницаемости и диффузии газов через неметаллические материалы

Материал	Газ	E_{nm}	a_{nm}	H_{nm}	d_{nm}	Номер в списке источников
Каучук (натуральный)	H ₂	6,9	$6,0 \cdot 10^{-4}$	5,9	0,23	[1]
Каучук (натуральный)	O ₂	6,6	$1,1 \cdot 10^{-3}$	7,5	0,57	[1]
Каучук (натуральный)	N ₂	9,3	$6,2 \cdot 10^{-3}$	8,7	2,9	[1]
Каучук (натуральный)	He	6,5	$1,8 \cdot 10^{-4}$	—	—	[1]
Неоприн G	H ₂	8,1	$1,2 \cdot 10^{-3}$	6,6	0,28	[1]
Неоприн G	O ₂	9,9	$7,1 \cdot 10^{-3}$	9,4	3,1	[1]
Неоприн G	N ₂	10,6	$7,4 \cdot 10^{-3}$	10,3	9,3	[1]
Пербунап	N ₂	11,0	$1,4 \cdot 10^{-2}$	10,2	7,2	[1]
Пербунап	He	7,0	$1,6 \cdot 10^{-4}$	—	—	[1]
Пирекс	He	6,2	$2,6 \cdot 10^{-8}$	6,5	$4,8 \cdot 10^{-4}$	[1]

Примечание:

E_{nm} — энергия активации для проницаемости, ккал/моль.

H_{nm} — энергия активации для диффузии, ккал/моль.

a_{nm} — постоянная проницаемости, см³/(см² · мм. рт. ст.⁻¹ · мм⁻¹).

d_{nm} — коэффициент диффузии, см²/с.

Диапазон температур: 10—100 °C.

Источники

1. G. J. Van Amerongen, J. Appl. Phys., 17 (1946) 972.
2. W. A. Rogers, R.S. Buritz and D. Alpert, J. Appl. Phys., 25 (1954) 868.

Таблица 4. Коэффициент проницаемости U_{nm} для газов через неметаллические материалы

Материал	Газ	Температура, °C	U_{nm}	Номер в списке источников
Буна-S	N ₂	20—30	$6,35 \cdot 10^{-10}$	[1]
Буна-S	O ₂	20—39	$1,72 \cdot 10^{-9}$	[1]
Буна-S	H ₂ O	20—30	$2,4 \cdot 10^{-7}$	[1]
Бутилкаучук	N ₂	20—30	$3,2 \cdot 10^{-11}$	[1]
Бутилкаучук	O ₂	20—30	$1,3 \cdot 10^{-10}$	[1]
Бутилкаучук	H ₂ O	20—30	$4 \cdot 10^{-9} - 2 \cdot 10^{-8}$	[1]
Хайкар	N ₂	20—30	$2,4 \cdot 10^{-11} - 2,5 \cdot 10^{-10}$	[1]
Хайкар	O ₂	20—30	$9,6 \cdot 10^{-11} - 8,2 \cdot 10^{-10}$	[1]
Хайкар	H ₂ O	20—30	$1 \cdot 10^{-7}$	[1]
Кел-F	N ₂	20—30	$9 \cdot 10^{-13} - 1,3 \cdot 10^{-11}$	[1]
Кел-F	O ₂	20—30	$2,5 \cdot 10^{-12} - 5,4 \cdot 10^{-11}$	[1]
Кел-F	H ₂ O	20—30	$3 \cdot 10^{-11} - 3,6 \cdot 10^{-9}$	[1]
Майлар	H ₂ O	20—30	$1,3 \cdot 10^{-8} - 2,3 \cdot 10^{-8}$	[1]
Неопрен	N ₂	20—30	$1,18 \cdot 10^{-10}$	[1]
Неопрен	N ₂	27,1	$1,27 \cdot 10^{-10}$	[2]
Неопрен	N ₂	20—30	$4,0 \cdot 10^{-10}$	[1]
Неопрен	H ₂ O	20—30	$1,8 \cdot 10^{-7}$	[1]
Неопрен	H ₂	18,2	$9,0 \cdot 10^{-10}$	[2]

Окончание таблицы 4

Материал	Газ	Температура, °C	U_{nm}	Номер в списке источников
Пирекс	He	20	$5,6 \cdot 10^{-13}$	[2]
Каучук	воздух	25	$4,2 \cdot 10^{-10}$	[2]
Каучук	H ₂ O	25	$2,5 \cdot 10^{-7}$	[2]
Тефлон FER	N ₂	20—30	$2,2 \cdot 10^{-10}$	[1]
Тефлон FER	O ₂	20—30	$5,9 \cdot 10^{-10}$	[1]
Тефлон FER	H ₂ O	20—30	$5,0 \cdot 10^{-9}$	[1]
Витон-А	N ₂	20—30	$4,4 \cdot 10^{-11}$	[1]
Витон-А	O ₂	20—30	$1,5 \cdot 10^{-10}$	[1]
Витон-А	H ₂ O	20—30	$5,2 \cdot 10^{-9}$	[1]

Примечание: Единицы измерения коэффициента диффузии U_{nm} — $\text{см}^3 \text{с}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$.

Источники

1. A. Lebovitz, Modern Physics, 43 (Март 1966) 139.
2. R. M. Barrer, Diffusion in and Through Solids (Cambridge University Press, London, 1941).

Общее давление p в вакуумной камере при времени откачки t в секундах выражается следующим образом [2]:

$$p = \sum_n p_n = \sum_n \frac{\sum_m K_{nm} A_m - V(dp_n/dt)}{\sum_m f_n e_{nm} A_m + S_n}, \quad (8)$$

где принимается допущение о том, что парциальное давление p_n каждого газа известно в результате измерения с помощью масс-спектрометра или анализатора остаточного газа. Поскольку измерения скорости газовыделения на индивидуальных материалах часто выполняются с помощью вакуумметров общего давления, в частности таких, как ионизационный вакуумметр с использованием коэффициента калибровки воздуха или азота, на практике предыдущее уравнение можно упростить до следующего вида:

$$p = \frac{\sum_m K_{nm} A_m - V(dp/dt)}{\sum_m f_a e_m A_m + S}, \quad (9)$$

где p — это общее давление, измеренное с коэффициентом калибровки воздуха; K_m — это воздушный (азотный) эквивалент свободной скорости газовыделения при времени t ; e_m — это воздушный эквивалент коэффициента сорбции; f_a — это значение f_n , когда молекулярная масса M_n принимается равной 29 (или 28); S — общая быстрота откачки для воздуха.

Когда камера пустая и свободная от материала, подлежащего обработке, и газовыделением от прокладок из эластомера можно пренебречь, данное уравнение далее упрощается до следующего вида:

$$p = \frac{K_m A}{f_a \sigma A A + S} - \frac{V}{f_a \sigma A + S} \frac{dp}{dt}, \quad (10)$$

где σ — коэффициент, эквивалентный коэффициенту сорбции воздуха для материала стенки (с площадью поверхности A), который может быть несколько больше обычного коэффициен-

та прилипания из-за пористости слоя оксидов и будет зависеть от доли зон адсорбции, занятых в течение времени t ; A — это площадь стенки камеры:

$$K_{\text{н}} = K_{\text{д}}/(t/3600)^{\alpha}, \quad (11)$$

где $K_{\text{н}}$ — это свободная скорость газовыделения материала стенки после 1 ч откачки; t — это время, с.

Данное уравнение содержит скрытый коэффициент $(1 \text{ ч})^{\alpha} = 1$, который допускает значения α отличные от 1.

Зависимости между требуемой быстротой откачки и размерами камеры

Объем V , л, цилиндрической вакуумной камеры длиной L , см, и радиусом R , см, с выпуклыми днищами может быть получен из следующего выражения:

$$V = 10^{-3} \pi R^2 (L + 0.4R), \quad (12)$$

где L обычно равняется $3R$ и соответствует $V = R^3/100$. Площадь (в см²) стенок такой камеры можно рассчитать из следующего выражения:

$$A = 2 \pi R (L + 1.1R) \quad (13)$$

и для $L = 3R$ площадь

$$A = 26R^2. \quad (14)$$

Для типичных промышленных систем, заполненных материалом, подлежащим обработке (таким, как вакуумное покрытие), общая быстрота откачки воздуха S_d , л/с, высоковакуумным насосом (диффузионным или турбомолекулярным) должна быть в 2.5 раза больше объема V пустой камеры или

$$S_d = 2.5V = R^3/40 \quad (15)$$

и скорость форвакуумного насоса или откачивающего насоса, S_1 , обычно составляет приблизительно $S_d/100$

$$S_1 = V/40 = R^3/4000. \quad (16)$$

Для типичных промышленных вакуумных систем с камерами, заполненными материалом, подлежащим обработке

$$S_d/A = R/1000, \quad (17)$$

где A — это площадь стенки пустой камеры.

4.7.2. Предварительное разрежение от атмосферного давления

Во время предварительного разрежения от атмосферного давления пустой камеры с помощью механического насоса (насоса предварительного разрежения) с общей быстротой действия S_1 выражениями газовыделения и сорбции можно пренебречь до тех пор, пока давление, создаваемое одним насосом предварительного разрежения, находится ниже значения, получаемого по полуэмпирической формуле:

$$p_1 = 300 K_1 A/V, \quad (18)$$

где K_1 — это чистая скорость газовыделения (включая реадсорбцию) после 1 ч откачки, а числовой коэффициент имеет размерность времени.

Давление p_λ , как правило, находится в пределах от 10^{-1} до 10^{-2} мм рт. ст., когда предельное остаточное давление насоса предварительного разрежения меньше 10^{-3} мм рт. ст. В области от атмосферного давления p_0 (приблизительно 750 мм рт. ст.) до p_λ интегрирование уравнения (10) (выражениями газовой выделенности и сорбции можно пренебречь) по максимальной скорости действия S_i насоса предварительного разрежения и предельному давлению $p_{\text{ли}}$ дает:

$$p = p_{\text{ли}} + p_0 \exp(-S_i t / V), \quad (19)$$

а время, с, для достижения давления p будет составлять:

$$t_\lambda = 2.3(V/S_i) \log_{10}[(p_0 - p_{\text{ли}})/(p - p_{\text{ли}})], \quad (20)$$

Время достижения давления p_λ будет приблизительно равняться

$$t_\lambda = 12V/S_i. \quad (21)$$

Для $L = 3R$ соотношение A/V в уравнении (18) равняется $2600/R$, так что

$$p_\lambda = 7.8 \cdot 10^{-5} K_1 / R. \quad (22)$$

Поскольку K_1 часто имеет порядок 10^{-7} мм рт. ст. · д · с⁻¹ · см⁻², для R , равного приблизительно 30 см (1 фут) · д, составляет приблизительно $3 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. Поскольку масляные диффузионные насосы могут работать, когда давление предварительного разрежения меньше нескольких десятых 1 мм рт. ст., нет необходимости ждать, пока давление упадет до p_λ , для того чтобы включить в работу высоковакуумный насос, открыв высоковакуумный клапан. Из уравнений (20) и (16) время достижения давления предварительного разрежения или давления переключения p_λ для систем, откачиваемых диффузионным насосом, равного приблизительно 0,2 мм рт. ст., как правило, будет составлять:

$$t_\lambda = 8V/S_i = 320 \text{ с} = 5,3 \text{ мин.} \quad (23)$$

Для систем с крионасосами безопасное давление переключения зависит от объема камеры, поэтому следует соблюдать рекомендации производителя.

4.7.3. Зависимость давления от времени при газовыделении

4.7.3.1. Откачка с газовыделением

После включения системы в работу с помощью высоковакуумного насоса с постоянной скоростью $S_d = 100S_i$ время для уменьшения давления от p_λ до $p_d = 10^{-2} p_\lambda$ (газовыделением пренебрегаем) будет составлять:

$$t_{\lambda d} = 4,6V/S_d \quad (24)$$

или, поскольку эти системы, как правило, имеют временную постоянную $\tau = V/S_d = 0,4$ с, давление будет падать от $p_\lambda = 0,2$ мм рт. ст. до $p_d = 2 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. за приблизительно 2 с. Когда давление достигает p_λ , $S_i/S_d = 3 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст., затем оно снижается более медленно по мере того, как газовыделение и натекание становятся лимитирующими процессами. Выражением — $|V/(f_d \sigma A + S)| (dp/dt)$ обычно можно пренебречь, когда давление уменьшается на другой коэффициент равный 3 или, как правило, давление при работающем высоковакуумном насосе меньше 10^{-5} мм рт. ст. Давление тогда выражается следующим уравнением

$$p = K_{\text{ли}} A / (f_d \sigma A + S_d) + p_{\text{ли}} = (K_{\text{ли}} / t_{\text{ли}}) / (f_d \sigma + S_d / A) + p_{\text{ли}}. \quad (25)$$

где p_u — это «предельное давление» (нижний предел давления) в силу натекания и течей из атмосферы; t_h — это время откачки в часах, а σ — вероятность прилипания к площади поверхности A . При комнатной температуре (298 К) значение f_a (для воздуха) равно $11,7 \text{ л} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$. Для пустых камер с металлическими стенками, которые не были подвергнуты термической обработке водяной пар при значениях давления ниже 10^{-5} мм рт. ст. составляет 90% остаточных газов. Коэффициент закона эффузии f_w для водяного пара при 298 К равняется $14,8 \text{ л} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$.

Для коррозионностойкой стали, как показано ниже, можно сделать допущение о том, что σ равняется приблизительно $6 \cdot 10^{-3}$ после 1 ч откачки, так что для камер с $S_d/A < 1$ (или $R < 1000$ см) выражением реадсорбции $f_w \sigma = 0,089$ для водяного пара пренебрегать нельзя по сравнению с S_d/A .

Предыдущие зависимости представлены на рис. 1, где показана кривая откачки типичной вакуумной системы при $V = 2000 \text{ л}$, $S_r = 50 \text{ л/с}$, $A = 80\,000 \text{ см}^2$, $S_d = 5000 \text{ л/с}$, $K_{th} = 10^{-7} \text{ мм рт. ст.} \cdot \text{л} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$, $p_0 = 750 \text{ мм рт. ст.}$, $p_v = 0,2 \text{ мм рт. ст.}$, $p_i = 10^{-3} \text{ мм рт. ст.}$, и предельном остаточном давлении $p_u = 10^{-7} \text{ мм рт. ст.}$ с использованием диффузионного насоса, характеристика которого показана линией с точками.

4.7.3.2. Скорость повышения давления в закрытой камере

Если высоковакуумный клапан закрывается после истечения времени t_0 , с, тогда $S = 0$ и, с помощью уравнения (11), дифференциальное уравнение (10) относительно давления приобретает вид

$$dp/dt + cp = b/(t + t_0)^\alpha, \quad (26)$$

где

$$c = f_a \sigma A / V \quad (27)$$

$$b = (3600)^\alpha K_{th} A / V. \quad (28)$$

t — время после закрытия клапана, с.

Принимая, что σ не зависит от давления и времени, это уравнение можно проинтегрировать и получить

$$p = p_0 e^{-ct} + b e^{-ct} \int_0^t \frac{e^{ct'}}{(t' + t_0)^\alpha} dt', \quad (29)$$

где интеграл должен быть проанализирован с точки зрения числового значения и

$$p_0 = (K_{th}/t_{h0}^\alpha)/(S + f_a \sigma A), \quad (30)$$

в котором t_{h0} — это полное время откачки в часах, после которого был закрыт клапан. Когда время повышения давления в секундах $t \ll t_0$,

$$p = p_0 e^{-ct} + (b/ct_0^\alpha)(1 - e^{-ct}), \quad (31)$$

где

$$b/c = (3600) K_{th} / f_a \sigma. \quad (32)$$

Из уравнения (31) можно получить уравнение скорости повышения давления

$$dp/dt = [(b/t_0^\alpha) - cp_0]e^{-ct} \quad (33)$$

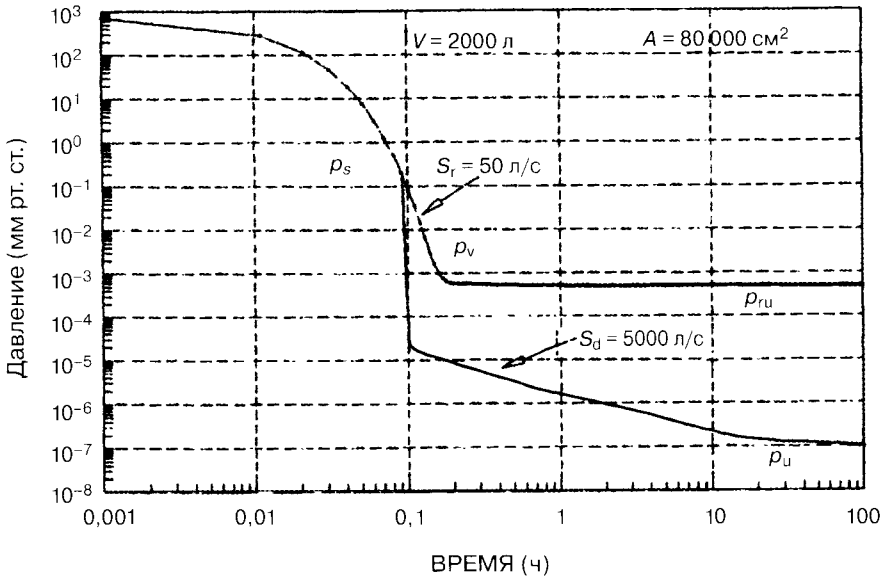


Рис. 1. Кривые зависимости давления от времени в период откачки в присутствии газовыделения

и первоначальная скорость повышения давления ($t = 0$), умноженная на объем камеры V , разделенная на площадь стенок камеры A , равняется

$$(V/A)dp/dt = (K_{h_0}/t_{h_0}^\alpha)/(1 + f_a \sigma A/S), \quad (34)$$

что соответствует именно чистой (замеренной) скорости газовыделения (включая реадсорбцию) при времени откачки (в часах) t_{h_0} , когда клапан был закрыт. Когда $S/A \gg f_a \sigma$, свободная скорость газовыделения получается при t_{h_0} . Это один из способов измерения скорости газовыделения. Уравнения основываются на допущении о том, что экспонента времени α является постоянной в течение периодов времени, имеющих место в измерениях, что обычно в целом справедливо для типичных значений α и периодов времени до t_{hm} , как это определено в подразделах 4.7.1.2 и 4.7.4.1. Конечно, когда система содержит слои масла или твердых веществ с летучими пластификаторами, газовыделение паров из этих источников не будет соответствовать уравнению (31).

4.7.4. Скорость газовыделения эластомеров и пластмасс

4.7.4.1. Газовыделение в результате диффузии поглощенного газа к открытой поверхности

Экспериментально установлено [2], что скорость газовыделения эластомеров и пластмасс после удаления летучего органического вещества (пластификатора) определяется главным образом диффузией поглощенных молекул газа и воды из внутренних слоев материала к открытой поверхности, где молекулы могут выделяться непосредственно из открытых пор или перемещаться посредством поверхностной диффузии в участки адсорбции на открытой поверхности, с которой они вскоре испаряются. Молекулы азота и кислорода, первоначально поглощенные на непосредственно открытой поверхности, десорбируются в течение менее чем 1 с при комнатной температуре, так как энергия адсорбции на эластомерах и пластмассах составляет менее 10 ккал/моль. Аналогичным образом, молекулы воды на открытой поверхности десорби-

руются быстро из большинства эластомеров и пластмасс (но не из силиконовых эластомеров). Однако молекулы воздуха и воды, растворившиеся в объемном материале посредством диффузии через капиллярные поры до испарения, удаляются весьма медленно при комнатной температуре из-за малого диаметра капилляров и «процесса случайного блуждания», который представляет собой природу диффузии вдоль капиллярной поры.

Диффузия газа в твердом веществе подчиняется закону Фика [8]

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(D_1 \frac{\partial C}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(D_2 \frac{\partial C}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(D_3 \frac{\partial C}{\partial z} \right) = \frac{\partial C}{\partial t}, \quad (35)$$

где C — концентрация (количество молекул в кубическом сантиметре) газа в твердом веществе в точке (x, y, z) ; D_1 , D_2 и D_3 — это коэффициенты диффузии, $\text{см}^2 \cdot \text{с}^{-1}$, значения которых могут колебаться в зависимости от точки нахождения (x, y, z) и направления градиента концентрации; t — это время, с.

Материал в форме листа толщиной w_m можно считать полубесконечной твердой поверхностью с равномерной концентрацией C_0 при времени нуль и постоянном коэффициенте диффузии D_{nm} для n -ого газа. Когда открывая поверхность внезапно подвергается очень низкому давлению посредством быстрой откачки вакуумной камеры, содержащей материал, распределение концентрации вдоль оси x , перпендикулярной поверхности, в момент времени t , можно выразить следующим образом:

$$C(x, t) = C_0 \operatorname{erfc}[x/2(D_{nm}t)^{1/2}], \quad (36)$$

где erfc является погрешностью, которая приводится в таблицах в различных математических справочниках [9].

Для молекул газа, которые адсорбируются на стенках капиллярных пор в твердом веществе со сроком адсорбции τ_a и диффундируют по капилляру посредством десорбции, после чего следует столкновение со стенкой и реадсорбция, коэффициент диффузии приблизительно выражается [2]:

$$D_{nm} = (\lambda^2/4)/[(\lambda/u_{nm}) + \tau_a], \quad (37)$$

где λ — среднее расстояние в направлении x , преодолеваемое молекулой между столкновениями со стенкой капилляра, см; u_{nm} — средняя молекулярная скорость при температуре T_m твердого вещества.

Свободная скорость газовыделения (молекулы $\cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$) тогда выражается следующим образом:

$$V(t) = D_{nm} \{ \partial C(x, t) / \partial x \}_{x=0}, \quad (38)$$

где градиент концентрации оценивается как $x=0$, что соответствует площади открытой поверхности и $t > \pi \lambda^2 / 16 D_{nm}$. Подстановка уравнения (36) в уравнении (38) дает:

$$V(t) = C_0 (D_{nm} / \pi t)^{1/2} \quad (39)$$

и тогда свободная скорость газовыделения ($\text{мм рт. ст.} \cdot \text{л} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$) равняется

$$k_m = (R_1 T / 60 N_A) C_0 (D_{nm} / \pi t)^{1/2}, \quad (40)$$

где $R_1 = 62,36 \text{ мм рт. ст.} \cdot \text{л} \cdot \text{К}^{-1}$ — молярная газовая постоянная в вакуумных технических единицах; T — абсолютная температура газа в вакуумной камере, $N_A = 6,02 \cdot 10^{23}$ — число Авогад-

ро (число молекул в одном моле газа); t_h — время, которое не может быть меньше $(\pi \lambda^2 / 16 D_{nm}) / 3600$, ч.

Таким образом, эластомеры и пластмассы, скорость газовыделения которых контролируется диффузией одного типа молекул с сроком адсорбции τ_a , величина α в уравнении (2) составляет приблизительно $1/2$, а свободная скорость газовыделения в течение 1 ч зависит от первоначальной молекулярной концентрации C_0 в соответствии с выражением

$$K_m = (R_s T / 60 N_a) C_0 (D_{nm} / \pi t_h)^{1/2} C_{\infty} \quad (41)$$

где коэффициент диффузии колеблется в зависимости от абсолютной температуры, T_m , твердого вещества в соответствии со следующим

$$D_{nm} = d_{nm} \exp(-H_{nm} / jRT_m) \quad (42)$$

Значения коэффициента диффузии D_{nm} для газов, диффундирующих через неметаллические материалы, приводятся в табл. 5, а значения постоянных d_{nm} и H_{nm} — в табл. 3. Коэффициент растворимости ($\text{см}^3 / (\text{см}^3 \cdot \text{мм рт. ст.})$) для n -ого газа в m -ом материале при температуре T_m выражается следующим уравнением:

$$s_{nm} = 0,1 (a_{nm} / d_{nm}) \exp[-(E_{nm} - H_{nm}) / jRT_m] \quad (43)$$

так как можно доказать, что

$$U_{nm} = 10 s_{nm} D_{nm} \quad (44)$$

Первоначальная молекулярная концентрация газа C_0 (молекул/см³) в уравнении (41) будет представлять собой сумму концентраций газов в силу их растворения в материале во время воздействия атмосферы. Если время воздействия продолжительное, так что равновесие достигается при преобладающей температуре, концентрация n -ого газа будет составлять:

$$C_{n0} = (760/273) \cdot 10^{-3} (V_s / R_s) s_{nm} P_m^{-1} \quad (45)$$

где s_{nm} — это величина коэффициента растворимости s_{nm} для n -ого газа при первоначальном давлении p_{n0} и температуре $T_m = T_0$.

Таблица 5. Коэффициенты диффузии газов в неметаллических материалах

Материал	Газ	Температура, °C	D_{nm} , см ² /с	Номер в списке литературы
Неоприн	H ₂	27	$1,8 \cdot 10^{-6}$	[1]
Неоприн	N ₂	27	$1,9 \cdot 10^{-7}$	[1]
Пербунал	H ₂	25	$4,1 \cdot 10^{-6}$	[2]
Пербунал	N ₂	25	$2,5 \cdot 10^{-7}$	[2]
Пирекс	He	20	$4,5 \cdot 10^{-11}$	[1]
Каучук (вулканизированный)	H ₂	25	$8,5 \cdot 10^{-6}$	[1]
Каучук (вулканизированный)	N ₂	25	$1,5 \cdot 10^{-6}$	[1]
Каучук (вулканизированный)	O ₂	25	$2,1 \cdot 10^{-6}$	[1]
Каучук (вулканизированный)	CO ₂	25	$1,1 \cdot 10^{-6}$	[1]

Цитируемая литература

1. R. M. Barrer. Diffusion in and Through (Cambridge University Press, London, 1941).
2. G. J. Amerongen. J. Appl. Phys., 17 (1946) 972.

Таблица 6. Коэффициенты растворимости наиболее распространенных газов в типичных материалах вакуумных камер

Материалы	Газ	Температура, °C	$S_{\text{пл}}$ (см ³ /(см ³ ·мм рт. ст. ⁻¹))	Номер в списке литературы
Железо (α)	H ₂	300	$2,9 \cdot 10^{-4}$	[3]
Неоприн G	H ₂	25	$3,8 \cdot 10^{-5}$	[2]
Неоприн G	N ₂	25	$4,7 \cdot 10^{-5}$	[2]
Неоприн G	O ₂	25	$9,9 \cdot 10^{-5}$	[2]
Неоприн	A	36	$2,0 \cdot 10^{-4}$	[1]
Пербунан	H ₂	25	$3,7 \cdot 10^{-5}$	[2]
Пербунан	N ₂	25	$4,6 \cdot 10^{-5}$	[2]
Пербунан	O ₂	25	$1,0 \cdot 10^{-4}$	[2]
Пирекс	He	500	$1,1 \cdot 10^{-5}$	[1]
Каучук (натуральный)	N ₂	25	$6,8 \cdot 10^{-5}$	[2]
Каучук (натуральный)	O ₂	25	$1,3 \cdot 10^{-4}$	[2]

Цитируемая литература

1. R. M. Barrer. Diffusion in and Through (Cambridge University Press, London, 1941).
2. G. J. Amerongen. J. Appl. Phys., 17 (1946) 972.
3. C. J. Smithells (ed.) Metals Reference Book, 5th ed. (Butterworths, London, 1976).

Конечно, кроме атмосферных газов, растворенных в твердом эластомере или пластмассе, обычно будет присутствовать некоторое количество остаточного пластификатора, но давление паров пластификатора может быть таким низким, что скорость газовыделения определяется главным образом содержанием растворенных газов. В табл. 6 приводятся значения коэффициентов растворимости распространенных газов в типичных твердых веществах.

Поскольку эксперименты показали [2], что вероятность сорбции $e_{\text{пл}}$ для распространенных газов, сталкивающихся с открытой поверхностью эластомера и диффундирующих на некоторое расстояние через вход в открытую капиллярную пору, составляет менее 10^{-7} , так что $f_{\text{пл}} e_{\text{пл}} A_m$ представляет собой незначительную величину, которой можно пренебречь по сравнению с $S_{\text{пл}}$, когда $S_{\text{пл}}/A_m > 10^{-4}$, тогда $K_{\text{пл}}$ приблизительно равняется чистой скорости газовыделения из эластомеров в большинстве систем.

Уравнение (39) должно быть справедливым до тех пор, пока $t_h > t_{hm}$:

$$t_{hm} = \{\pi(w_m/20)^2/16D_{nm}\}/7200, \quad (46)$$

где w_m — это толщина листа эластомера, находящегося под воздействием вакуума с обеих сторон, см [2].

Когда $t_h > t_{hm}$, скорость газовыделения должна спадать относительно экспоненциально в зависимости от времени откачки по мере того, как содержание газа в эластомере уменьшается более чем наполовину.

4.7.4.2. Экспериментальные данные по газовыделению эластомеров и пластмасс

Измеренные значения скорости газовыделения $K_{\text{пл}}$ и показателя степени α_1 для широко распространенных эластомеров и пластмасс приводятся в табл. 2. Там же даны значения площади A_m материала, из которого происходит газовыделение, и общая быстрота откачки S_0 для воздуха при 25 °C в камере, содержащей материал. Хотя в некоторых экспериментах соотношение

S_a/A_m было меньше 0,01, значения K_{ml} можно считать скоростью свободного газовыделения, поскольку коэффициент сорбции для газа, растворенного в объеме, является достаточно низким.

Имеются также данные по составу образующихся различных газов, полученные посредством измерения масс-спектрометром [10, 11], но, как правило, главным компонентом является водяной пар вместе с некоторым количеством азота, кислорода и диоксида углерода, когда материал в течение некоторого времени подвергался воздействию атмосферы и не проходил термическую обработку в условиях вакуума. Моноксид углерода иногда проявляется в спектре, но это может быть из-за взаимодействия H_2O с горячими загрязненными углеродом нитями в датчиках [12].

4.7.5. Скорость газовыделения металлов и керамики

4.7.5.1. Экспериментальные данные по газовыделению металлов и керамики

Измеренные значения скорости газовыделения K_{ml} и показателя степени α_1 для широко распространенных металлов и керамики приводятся в табл. 7. Также дана площадь A_m материала и общая быстрота откачки S_a для воздуха при 25 °C в испытательной камере, содержащей материал, из которого происходит газовыделение (камера обычно ограничивается отверстием). Поскольку газовыделение не подвергнутых термической обработке металлов главным образом вызвано образованием водяного пара из слоя поверхностного оксида и вероятность сорбции для водяного пара этим слоем колеблется приблизительно от 10^{-4} до 10^{-2} в зависимости от доли поверхности, занимаемой центрами адсорбции, и однородности поверхности, приведенные значения K_{ml} не могут считаться постоянными для свободной скорости газовыделения. Эти значения зависят от соотношения A_m/S_a , где S_a — это общая быстрота откачки водяного пара при 25 °C, а также от парциального давления p_c водяного пара в атмосфере и времени воздействия t_c атмосферы до откачки.

В табл. 1 приведены скорости газовыделения K_{ml} , измеренные в течение 1 ч, для алюминиевого сплава и коррозионностойкой стали при различных значениях A_m/S_a , p_c и t_c , а также

Таблица 7. Эмпирические постоянные для определения скорости газовыделения металлов и керамики

Материал	A_m	S_a	$10^9 K_{ml}$	α_1	Номер в списке источников
Алунд (оксид алюминия) (901 Нортон)	39	1	400	1	[14]
Алюминий (мягкая сталь с покрытием, нанесенным распылением)	65	0,4	60	0,75	[5]
Медь	12	0,08	20	1	[4]
Дегусит (Al_2O_3)	12	0,1	75	1,1	[13]
Графитовая шерсть (Морганит)	39	1	1000	1	[14]
Железо	12	0,07	5	1	[4]
Мягкая сталь (с небольшой коррозией)	—	1	600	3,1	[3]
Молибден	12	0,12	14	1	[4]
Мулит (800, Юнайтед Файерклей)	39	1	800	1	[14]
Мулит (Морганит)	39	1	620	1	[14]
Никель	12	0,08	10	1	[4]

Окончание таблицы 7

Материал	A_m	S_a	$10^9 K_{mf}$	α_1	Помер в списке источников
Фарфор, глазурованный	30	0,7	6,5	0,5	[1]
Пирекс	10^3	1	7,2	1,1	[11]
Пирофиллит	12	0,1	20	1,2	[13]
Пирофиллит (обожженный)	39	1	1500	0,8	[14]
Силлиманит (шпреновый)	39	1	500	0,6	[14]
Серебро	12	0,07	50	1	[4]
Коррозионностойкая сталь (зачищенная ICN)	10^3	1	8,3	1,2	[11]
Коррозионностойкая сталь (свежая ICN)	10^3	1	13,5	0,9	[11]
Коррозионностойкая сталь (NS22S)	10^3	1	14,4	1,3	[11]
Коррозионностойкая сталь (NS22S электрополировка)	10^3	1	4,3	1,0	[11]
Стеатит (табак) (Al_2O_3)	30	0,7	90	1	[1]
Сталь (хромированная, свежая)	10^3	1	7,1	1	[11]
Сталь (с никелевым покрытием)	10^3	1	2,8	1,1	[11]
Сталь (с никелевым покрытием, свежая)	10^3	1	4,2	0,9	[11]
Сталь (хромированная, полированная)	10^3	1	9,1	1	[11]
Тантал	12	0,07	9	1	[4]
Вольфрам	12	0,07	7	1	[4]
Двуокись циркония (Цирконал-Лтд.)	39	1	1200	1	[14]
Цирконии	12	0,15	8	1	[4]

Примечание:

A_m — площадь открытой поверхности, с которой происходит газовыделение, cm^2

S_a — быстрота откачки для воздуха при $25^\circ C$, л/с

K_{mf} — измеренная скорость газовыделения после откачки в течение 1 ч, мм рт. ст./ $e^{-1} cm^2$

α_1 — абсолютное значение угла наклона графика логарифмической зависимости измеренной скорости газовыделения от времени после 1 ч откачки.

Источники

1. R. Geller. Le Vide, **13** (74) (1958) 71.
2. J. C. Boulassier. Le Vide, **14** (80) (1959) 39.
3. B. D. Power and D. J. Crawley. Trans. 1st Internat. Vac Congress. Namur. Vol. 1 (Pergamon Press, New York, 1960), p. 206—211.
4. R. Jaekel and F. J. Schittko. Forschungsberichte des Wirtschafts- und Verkehrsministerium Nordrhein-Westfalen Nr. 369, Westdeutscher Verlag, Cologne, 1957.
5. B. B. Dayton. Trans. 6th Nat. Vac. Symp. (Pergamon Press, New York, 1960), p. 101—119.
6. G. Fieme. Vacuum, **13** (1963) 137.
7. J. Blears, E. Greer, and J. Nightingale. Trans. 1st Internat. Vac Congress. Namur. Vol. 2 (Pergamon Press, New York, 1960), p. 473—479.
8. D. Beckman. Vacuum, **13** (1963) 349.
9. B. B. Dayton. J. Vac. Sci. Technol., **A13** (1995) 451.
10. H. Von Munchausen and F. Schittko. Vacuum, **13** (1963) 549.
11. A. Schramm. Le Vide, **18** (103), (1963) стр. 55.
12. F. J. Schittko. Vacuum, **13** (1963) 525.
13. R. Jaekel. Trans. 8th Nat. Vac. Symp. And 2nd Internat. Vac. Congress. Vol. 1 (Pergamon Press, New York, 1962), p. 17—26.
14. B. H. Colwell. Vacuum, **20** (1970) 481.

свободной скорости газовыделения (где реадсорбция будет нулевой), которые были рассчитаны из полуэмпирических уравнений

$$K_n = K_m[1 + (A_m/S_a)f_a\sigma]/(2\theta_{op}f_c), \quad (47)$$

где $f_a = 14,8 \text{ л} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$ для водяного пара при 25°C , вероятность прилипания σ произвольно устанавливается равной $6 \cdot 10^{-3}$ в качестве постоянной средней величины [13], и при 25°C

$$\theta_{op} = (5,21 \cdot 10^{-3} p_c)^{0,32}, \quad (48)$$

это доля имеющихся центров для физической адсорбции H_2O в исходном состоянии, которые были бы заняты молекулами H_2O в равновесном состоянии в соответствии с изотермой Фрейндлиха при парциальном давлении p_c при 25°C ($\theta_{op} = 0,5$ при давлении насыщения, равном 23 мм рт. ст.), до диссоциации и хемосорбции, поэтому при 25°C

$$f_c = [1 - \exp(-t_c/4,46)]^{0,5} \quad (49)$$

дает долю поверхности θ_{op} , полностью насыщенной молекулами, что достигается после воздействия парциального давления p_c в течение t_c часов в соответствии с полуэмпирическим уравнением на основе данных Галрона [14]. Числовые постоянные в уравнениях (48) и (49) будут разными при температурах, отличных от 25°C .

Когда $(A_m/S_a)f_a\sigma \gg 1$, скорость реадсорбции настолько высока, что процесс газовыделения приближается к состоянию равновесия, соответствующего изотерме адсорбции—десорбции. Поскольку можно доказать, что энергия активации для десорбции H_2O из слоя оксида изменяется в зависимости от доли охвата θ таким же образом, как и изотерма Темкина, несколько авторов [15, 16, 17] моделировали процесс газовыделения с точки зрения подхода квазиравновесия к изотерме Темкина, т. е. использовали либо простую изотерму для одинаковой поверхности, либо более сложное уравнение изотермы для неодинаковых поверхностей [18]. Эти модели прогнозируют различную зависимость скорости газовыделения от температуры, но для определения правильной модели существуют только ограниченные экспериментальные данные [19].

Измеренную величину K_m для металлов, находящихся под воздействием влажной атмосферы до откачки, желательно сопровождать данными об общей быстрой откачке S_a для водяного пара, но в большинстве случаев указываемая величина, по всей видимости, соответствует быстрой откачке воздуха S_a . Если давление измеряется с помощью ионизационного вакуумметра, калиброванного на измерение давления воздуха, ионизируемое давление $p_{\text{ион}}$ будет ниже истинного давления p_a , поскольку чувствительность ионизационного вакуумметра для H_2O приблизительно в 0,75 раза больше чувствительности для воздуха (или N_2), и давление паров H_2O обычно представляет собой приблизительно 90% общего давления из-за газовыделения из термически необработанного образца. Поскольку $S_a/S_a = 0,79$, произведение $p_{\text{ион}}S_a \approx 0,6p_aS_a$. Измеренная скорость газовыделения $K_{\text{ион}} = p_{\text{ион}}S_{\text{ион}}/A_m$, а указываемая скорость с учетом калибровки по воздуху, таким образом, будет несколько меньше истинной скорости газовыделения. Однако поведение вакуумной системы, в которой давление измеряется с помощью ионизационного вакуумметра с учетом коэффициента калибровки по воздуху, может все-таки прогнозироваться с помощью таблиц скорости газовыделения.

Из табл. 1 видно, что свободная скорость газовыделения для алюминиевого сплава на порядок больше свободной скорости газовыделения для коррозионностойкой стали, что пред-

положительно вызвано большей толщиной слоя оксида на алюминиевом сплаве [20]. Хотя, как правило, скорость газовой выделения для водяного пара растет с увеличением толщины слоя оксида, различные попытки уменьшить скорость газовой выделения в системах, которые не могут подвергаться термической обработке, путем уменьшения шероховатости поверхности и толщины слоя оксида (полировка и очистка моющим веществом), были не совсем успешными. При этом местная очистка тлеющим разрядом с помощью He на порядок сокращает скорость газообразования [21, 22].

4.7.6. Скорость газовой выделения предварительно подготовленной вакуумной системы после кратковременного воздействия атмосферы

4.7.6.1. Формула для определения скорости газовой выделения в течение второй откачки

Если скорость газовой выделения изменяется в зависимости от времени t_1 :

$$K_1 = K_1/t_1^\alpha \quad (50)$$

во время первой откачки, где α является почти постоянной величиной до периода времени $t_m > 1$ ч, тогда мы можем обозначить скорость газовой выделения во время второй откачки ранее вакуумированной системы как K_1 , а последующие откачки — с помощью соответствующих римских цифр, при этом индекс 1 всегда обозначает состояние переменной после 1 ч откачки в течение первой откачки. Размерность K_1 может приниматься равной мм рт. ст. · с⁻¹ · см⁻² при условии, что предыдущее уравнение — это упрощение формулы

$$K_1 = K_1 t_1^\alpha / t_1^\alpha, \quad (51)$$

где $t_1 = 1$ ч, так что в уравнении (5) K_1 фактически умножается на коэффициент 1, имеющий размерность (час) ^{α} .

Для многих материалов, которые не были подвергнуты предварительной дегазации, значение α находится в пределах от 0,3 до 1,0, когда $t_1 < t_m$. Для большинства пластмасс и эластомеров (за исключением силиконового каучука) значение α равняется приблизительно 0,5, соответствуя обычному закону десорбции, ограниченной скоростью диффузии газа (обычно в основном водяного пара), через твердое вещество. Для силиконового каучука, неполированных металлов, стекла и керамики первоначальное газовое выделение (в силу главным образом водяного пара) соответствует показателю степени α , что обычно составляет приблизительно 1,0.

Когда твердый сорбент не изменяется излишним нагреванием или спеканием, и содержание газа не является слишком высоким, процесс физической адсорбции и абсорбции часто представляет собой просто процесс обратным десорбции. При отсутствии внешне генерируемых силовых полей коэффициент диффузии для газа через твердое вещество не изменяется, когда направление градиента концентрации реверсируется. Поэтому можно ожидать, что скорость поглощения водяного пара, азота и кислорода частично дегазированным эластомером при воздействии атмосферы с фиксированной относительной влажностью будет изменяться со временем аналогично изменению скорости дегазации этих газов в зависимости от времени.

Когда скорости адсорбции и десорбции главным образом зависят от диффузии водяного пара и в вышеуказанном смысле являются обратимыми, тогда можно доказать посредством применения теоремы Дюамеля [23], что скорость газовой выделения K_1 , во время второй откачки

для материалов, свойства которых описываются уравнением (50) при первой откачке, выражается посредством уравнения

$$K_{II} = \frac{K_I}{(t_{II} + t_c + t_e)^\alpha} + \frac{K_{I2}}{(t_{II})^\alpha} - \frac{K_{I2}}{(t_{II} + t_e)^\alpha}, \quad (52)$$

где t_{II} — это время, прошедшее от начала второй откачки, ч; t_c — это время кондиционирования (общее время в часах первой откачки); t_e — это время, в течение которого поверхность находится под действием атмосферы, имеющей постоянное парциальное давление, P_I , водяного пара после первой откачки, ч.

В качестве первого приближения принимается, что

$$K_{I2} = (P_I/P_0)^n K_I, \quad (53)$$

где n — это постоянная, которая зависит от изотермы адсорбции, P_0 — это парциальное давление водяного пара во время воздействия перед первой откачкой, а сорбцией и десорбцией азота и кислорода можно пренебречь. Уравнения (52) и (53) являются справедливыми для газовой выделения из пластмасс и эластомеров, где $\alpha = 1/2$, а $n = 1$ (закон Генри), но экспериментальные данные по газовой выделению молекул воды из слоя оксида на металлах (для которых α приблизительно равен 1, а n — меньше 1, что соответствует изотерме Фрейндлиха) показывают, что уравнение (52) не соблюдается. Ожидаемая скорость газовой выделения и давления системы при второй откачке для металлических камер, предварительно кондиционированных посредством продолжительной откачки (с применением или без термической обработки), а затем подвергнутых действию атмосферы в течение времени t_e , могут быть рассчитаны на основании следующего уравнения:

$$K_{mI} = K_H(2\theta_{op}f_c)/[1 + (A_m/S_w)f_w\sigma] \quad (54)$$

с помощью уравнений (48) и (49) вместе с соответствующими значениями K_H и α_I , взятыми из табл. 1.

Уравнение (52) является действительным только тогда, когда время вентилирования и форвакуумирования вакуумной камеры является малым по сравнению с t_c и t_e , когда материал поддерживается при постоянной температуре, и время t_{II} находится в пределах, указанных $0,01 < t_{II} < t_I < t_m$, где

$$t_I = t_{II} + t_c + t_e. \quad (55)$$

Когда время кондиционирования t_c является продолжительным по сравнению с t_{II} и время воздействия является коротким, так что $100 t_e < t_{II} < 10^{-3} t_c$, уравнение (52) приводится к следующему виду:

$$K_{II} = K_{I2}\alpha_c/(t_{II})^{\alpha+1}, \quad (56)$$

которое может только применяться к эластомерам и пластмассам с α равным приблизительно 0,5. Для эластомеров с $\alpha = 1/2$ уравнение (55) дает тангенс угла наклона графика $-3/2$, как было доказано Роджерсом [24]. Когда $t_{II} + t_c > t_m$, угол может увеличиваться до значений тангенса менее — 2. Графики логарифмической зависимости, аналогичной уравнению (52) с $\alpha = 1/2$, приводятся в статье Роджерса.

Общий метод расчета скорости газовой выделения для эластомеров и пластмасс после нескольких циклов откачки и воздействия приведен в источнике [23].

4.7.7. Методы снижения скорости газовыделения

4.7.7.1. Выбор материала уплотнения

Если необходимо использовать уплотнение из эластомера, предпочтительными материалами являются фторированные углеводороды, в частности такие, как Kalrez и Viton-A, которые, если требуется, можно подвергать термической обработке при 150 °С. Подвергающуюся воздействию поверхность материала уплотнения можно свести до минимума благодаря соответствующей конструкции канавок во фланцах, но эффективная подвергающаяся воздействию площадь зависит от того, насколько хорошо уплотнение входит в канавки, и, как правило, эта площадь больше внутреннего зазора между поверхностями фланца. В системах сверхвысокого вакуума должны использоваться металлические уплотнения и соответствующим образом сконструированные фланцы как для более низкой скорости газовыделения металлов, так и для производства термической обработки без повреждения прокладок.

4.7.7.2. Рекомендуемые температуры и продолжительность термической обработки

Системы с металлическими стенками и уплотнениями, не содержащими такие вещества, как пластмасса, латунь и металл с кадмиевым покрытием, которые плохо выдерживают температуры выше 200 °С, могут подвергаться термической обработке в вакууме при 200—250 °С в течение 24 часов для удаления большей части водяного пара, адсорбированного в слое оксида на металлических стенках [25]. Остаточное газовыделение в таком случае обычно вызывается водородом, растворенным в металле. Для значительного снижения скорости газовыделения водорода необходимо выполнять термическую обработку при 450—500 °С в течение 12—24 часов [5]. Изготовление металлической камеры из дегазированной в вакууме стали также сокращает скорость газовыделения в 2 раза. Стенки из стекла также можно обрабатывать термически при температуре до 450 °С.

4.7.7.3. Методы очистки и обработки поверхности внутренних стенок вакуумной камеры

Толщину слоя оксида на металлических стенках можно уменьшить посредством бомбардировки стеклянной дробью [26] (что может приводить к внедрению нежелательных примесей) или механической полировки. Органические примеси и водяной пар могут частично удаляться с помощью парового обезжиривания, использования тлеющих разрядов или бомбардировки электронами под вакуумом, а также посредством промывки сухим азотом [27]. Шероховатость поверхности может быть несколько уменьшена посредством электрополировки и химического травления. При необходимости следует пользоваться нитридовыми или полиэтиленовыми перчатками при обращении с деталями, обрабатываемыми в вакуумной камере, а также желательно применять кондиционер для снижения атмосферной влажности. Вентилирование вакуумной системы сухим азотом и использование положительного давления сухого азота внутри покрытия из пластикового листа с входными заслонками при удалении и погрузке обрабатываемых деталей сократит адсорбцию водяного пара на стенках камеры. Обрабатываемые детали должны храниться в герметизированных контейнерах с влагопоглотителями.

4.7.8. Измерения скорости газовыделения материалов

Различные методы измерения скорости газовыделения обобщенно были описаны Элси [28]. Рекомендуемая практика измерения и регистрации скорости газовыделения опубликована Американским вакуумным обществом [29]. Часто указываемые в литературе скорости газо-

выделения были значительно ниже «свободной» скорости газовыделения из-за использования небольшого соотношения между скоростью откачки и площадью образца, что в результате приводит к значительной реадсорбции газа. Регистрируемые скорости поэтому представляют малую ценность, если неизвестны S/A и коэффициент прилипания σ . Метод измерения прямого молекулярного луча [30] позволяет избежать эту проблему, но может давать неверно высокие значения из-за распределения молекул не по закону косинуса в перехваченном луче.

Литература

1. B. B. Dayton, *Vacuum*, 15 (1965) 53.
2. B. B. Dayton, *Trans. 6th Nat. Vac. Symp.* (Pergamon Press, New York, 1960), pp. 101–119.
3. B. B. Dayton, *Trans. 8th Nat. Vac. Symp.* (Pergamon Press, New York, 1962), pp. 42–57.
4. T. Kraus, *Trans. 5th Nat. Vac. Symp.* (Pergamon Press, New York, 1959), pp. 38–40; *Trans. 6th Nat. Vac. Symp.* (Pergamon Press, New York, 1960), pp. 204–205.
5. R. Calder and G. Lewin, *Brit. J. Appl. Phys.*, 18 (1967) 1459–1472.
6. R. Barton and R. Govier, *Vacuum*, 20 (1970) 1–6.
7. F. J. Norton, *J. Appl. Phys.*, 11 (1940) 262; *J. Appl. Phys.*, 28 (1957) 34.
8. R. M. Barrer, *Diffusion in and Through Solids* (Cambridge University Press, London, 1941).
9. M. Abramowitz and I. A. Stegun (eds.), *Handbook of Mathematical Functions* (Dover, New York, 1972).
10. R. Jaeckel and F. J. Schittko, *Forschungsberichte des Wirtschafts-und Verkehrsministerium Nordrhein-Westfalen* Nr. 369, Westdeutscher Verlag, Cologne, 1957.
11. G. Thieme, *Vacuum*, 13 (1963) 137.
12. J. R. Young, *J. Appl. Phys.*, 30 (1959) 1671.
13. B. B. Dayton, unpublished paper.
14. H. Galron, *Vacuum*, 23 (1973) 177.
15. P. A. Redhead, *J. Vac. Sci. Technol.*, A13 (1995) 467.
16. G. Horikoshi, *J. Vac. Sci. Technol.*, A5 (1987) 2501.
17. K. Kanazawa, *J. Vac. Sci. Technol.*, A7 (1989) 3361.
18. D. Hayward and B. Trapnell, *Chemisorption*, 2nd ed. (Butterworths, Washington, 1964).
19. A. Glassford, R. Osiecki, and C. Liu, *J. Vac. Sci. Technol.*, A2 (1984) 1370.
20. N. Yoshimura, H. Hirano, T. Sato, I. Ando, and S. Adachi, *J. Vac. Sci. Technol.*, A9 (1991) 2326.
21. H. Dylla, D. Manos, and P. LaMarche, *J. Vac. Sci. Technol.*, A11 (1993) 2623.
22. M. Li and H. F. Dylla, *J. Vac. Sci. Technol.*, A13 (1995) 71.
23. B. Dayton, *J. Vac. Sci. Technol.*, A13 (1995) 451.
24. K. W. Rogers, *Trans. 10th Nat. Vac. Symp.* (Macmillan, New York, 1963), pp. 84–87.
25. Y. E. Strausser, *Proc. 4th Internatl. Vac. Congress.* (1968) (Inst. Physics and Physical Soc, London, 1969), p. 469.
26. J. Amoignon and J. P. Couillaud, *Le Vide*, No. 141 (May-June 1969), pp. 181–189.
27. A. Berman, *Vacuum*, 47 (1996) 327.
28. R. J. Elsey, *Vacuum*, 25 (1975) 347.
29. AVS Standards Committee, *J. Vac. Sci. Technol.*, 2 (1964) 314.
30. S. Komiyama and Y. Sugiyama, *J. Vac. Sci. Technol.*, 16 (1979) 689.

4.8. Конструкции вакуумных систем на основе алюминия

Джеймс Л. Гарнер
SMC Corporation

Многочисленные преимущества алюминия для применения в вакуумной технике стали движущей силой, позволившей промышленности преодолеть большинство его технических недостатков, превратив этот металл в практическую альтернативу коррозионностойкой стали в конструкциях вакуумных систем. Поскольку свойства и методы производства коррозионностойкой стали изучены достаточно хорошо, воспользуемся ими в качестве отправной точки для сравнения и сопоставления со свойствами и методами получения алюминия.

По физико-механическим свойствам алюминий отличается от коррозионностойкой стали во многих отношениях. Некоторые свойства этого металла делают его незаменимым для вакуумных систем. В данном подразделе приводится достаточная информация, для принятия важных конструкторских решений.

За исключением случаев, где указывается иное, переменные уравнений в настоящем подразделе могут выражаться в любой системе единиц. Значения образцов приводятся в принятых единицах измерения, но в некоторых случаях при расчетах требуют преобразования.

4.8.1. Газовыделение алюминия

Соответствующим образом очищенные алюминиевые поверхности характеризуются газовыделением со скоростями, сравнимыми или меньшими скоростей газовыделения коррозионностойкой стали. Газовыделение в режимах без термической обработки и с термической обработкой следует рассматривать отдельно, поскольку их механизмы отличаются друг от друга.

4.8.1.1. Газовыделение системы, не подвергнутой термической обработке

В системах, не подвергнутых термической обработке, десорбирующая влага преобладает в газовой нагрузке и выделяется из чистого алюминия приблизительно с той же скоростью, что и из коррозионностойкой стали [1]. Сравнение этого параметра приводится в табл. 1. Скорости газовыделения уменьшаются обратно пропорционально времени откачки и после истечения 100 мин. остаются в пределах диапазона 3:1 как для алюминия, так и для коррозионностойкой стали при всех испытанных различных видах чистоты обработки поверхности. Сравнение опубликованных данных позволяет сделать вывод о том, что влага сорбируется и десорбируется практически из всех непористых поверхностей с одинаковой скоростью [2]. В то время как газовыделение является пропорциональным эффективной площади поверхности, эта площадь не зависит от шероховатости поверхности в соответствии с определением обычных конструкторских герминов, в частности таких, как R_a [3]. Толстый и пористый слой оксида на алюминии может создавать большие эффективные площади и высокие скорости газовыделения. Однако такие поверхности сравнительно легко доводятся до кондиции, как это описывается в подразделе 4.8.3.

4.8.1.2. Газовыделение системы, прошедшей термическую обработку

Влагу можно быстро удалить посредством термической обработки камеры. Спектр термической легазации на рис. 1 показывает, что значительная дегазация начинается приблизительно при 80 °C и является очень высокой при 150 °C [4]. Считается, что скорость десорбции влаги из алюминия в этом диапазоне температуры выше скорости десорбции влаги из коррозионно-

Таблица 1. Скорости газовыделения коррозионностойкой стали и алюминия при различных видах чистовой обработки поверхности после воздействия воздуха в течение 1 ч.

Материал/обработка	Q_0	n	$Q(t=100)$ мм рт. ст. л/см ² сек
Коррозионностойкая сталь:			
<i>Среднее значение по данным источников</i>	$1.8 \cdot 10^{-7}$	1.0	$1.8 \cdot 10^{-9}$
<i>После электрополировки (Summa Method® с использованием фосфорной кислоты, широко применяемый в вакуумных компонентах)</i>	$7.82 \cdot 10^{-7}$	1.11	$4.72 \cdot 10^{-9}$
<i>После электрополировки с использованием компаунда (шероховатость поверхности менее 0,02 микрон с использованием механической и электрической полировки — д-р Охми, Университет Тохоку)</i>	$5.49 \cdot 10^{-7}$	1.17	$2.55 \cdot 10^{-9}$
<i>Комбинированный процесс электрополировки/высокотемпературной термической обработки (Запатентовано — Квантум Механикс Корп., Сонома, штат Калифорния)</i>	$7.88 \cdot 10^{-7}$	1.27	$2.29 \cdot 10^{-9}$
<i>Качество обработки после прокатки (шероховатость 3 микрона в том состоянии, в котором сталь получают) с очисткой моющим составом Alconox®</i>	$5.27 \cdot 10^{-7}$	1.14	$2.75 \cdot 10^{-9}$
Алюминий:			
<i>Обработка ЭКС-процессом 6063 (шероховатость 0,02 микрон с помощью охлаждаемого этанолом режущего инструмента с алмазным наконечником)</i>	$6.38 \cdot 10^{-7}$	1.12	$3.62 \cdot 10^{-9}$
<i>Обработки зеркальным процессом 6063 (шероховатость 0,02 микрон с помощью охлаждаемого этанолом режущего инструмента с алмазным наконечником)</i>	$6.38 \cdot 10^{-7}$	1.12	$3.62 \cdot 10^{-9}$
<i>Чистовая обработка на стане (шероховатость 3 микрона в том состоянии, в котором алюминий получают) с очисткой моющим составом Alconox®</i>	$1.02 \cdot 10^{-6}$	1.19	$4.25 \cdot 10^{-9}$

Источник: Взято из H. F. Dylla et al. Correlation of outgassing of stainless steel and aluminum with various surface treatment, J. Vac. Sci. Technol., A11(5) (1993) 2629.

Примечание: скорость газовыделения: $Q = Q_0 t^{-n}$ мм рт. ст. л/(см²·с), где t — время, мин.

стойкой стали даже при более высоких температурах и является адекватной для практических систем. Следует избегать температуры термической обработки выше 150 °С, поскольку прочность алюминиевого сплава падает и его закалочные свойства начинают уменьшаться при температуре выше 170 °С. Конечно, более низкую прочность и отожженные свойства можно учесть в конструкции, если необходима эксплуатация при высокой температуре.

В прошедших полную термическую обработку системах адсорбированная влага полностью исключается, оставляя водород в качестве преобладающей газовой нагрузки. Основным механизмом выделения водорода считается проницаемость через пустоты внутри толщи металла и внешней поверхности. При комнатной температуре скорость проницаемости водорода через алюминий на приблизительно семь порядков ниже, чем у коррозионностойкой стали [5]. Поэтому алюминий обычно имеет значительно более низкую скорость газовыделения в сверхвысоком вакууме, чем сталь, т. е. как правило, порядка 10^{-13} — 10^{-14} мм рт. ст. л/(с·см²) [6—12]. Эти значения скорости, как свидетельствуется в литературе, приближаются к коррозионно-

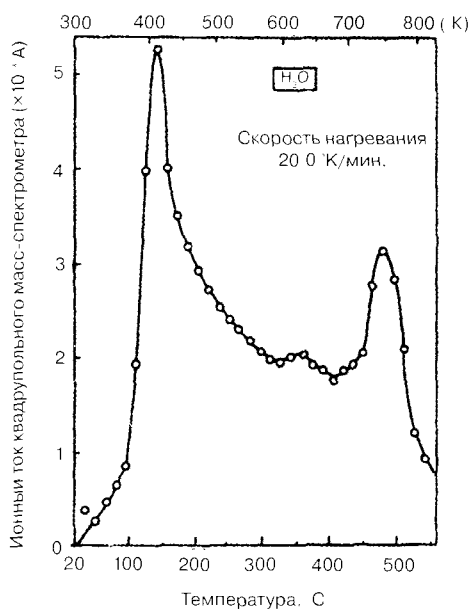


Рис. 1. Спектры термической десорбции влаги в алюминии 6063, обработанном посредством ЭКС-процесса (источник: M. Mohri et al., Surface study of Type 6063 aluminum alloys, *Vacuum*, **34** (6) (1984) 644)

с углеродом и оксидами на поверхности, образуя вторичные фоновые газы, в частности СО и углеводороды. В алюминиевых камерах эти газы преобладают гораздо меньше (рис. 2) [17], вероятно, потому что в распространенных сплавах алюминия имеется гораздо меньше углерода, чем даже в низкоуглеродистой коррозионностойкой стали 316L.

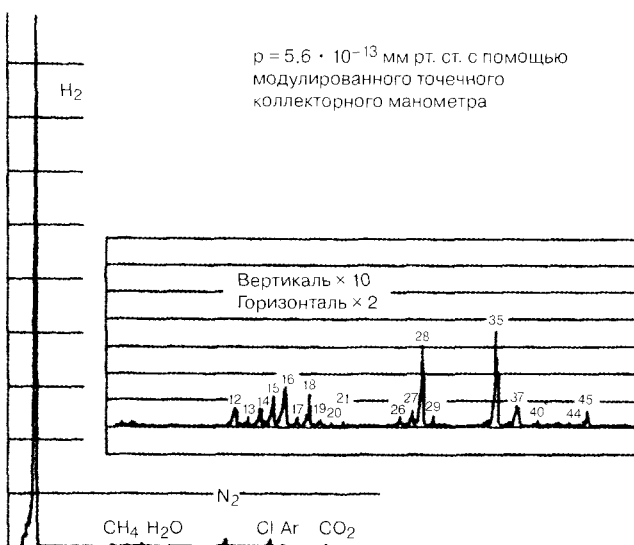


Рис. 2. Спектр остаточного газа алюминиевой камеры сверхвысокого вакуума (источник: H. Ishimaru, "Developments and Applications for All Aluminum Alloy Vacuum Systems", *MRS Bulletin*, **15**(7) (July 1990))

стойкой стали только при помощи сложных процессов вакуумной плавки и высокотемпературной термической обработки. Одинаковость скоростей газовой выделенности водорода, зарегистрированная в литературе для различных видов обработки поверхности алюминия [13], свидетельствует о том, что она определяется базовыми характеристиками алюминия, а не каким-то определенным образованием или морфологией поверхностного оксида. Как указывается в литературе, чистый алюминий характеризуется несколько более низкой скоростью газовой выделенности по сравнению с его сплавами [14, 15]; однако для обеспечения конструкционной прочности он должен иметь покрытие из высокопрочного сплава. В прошлом пустоты и перемычки, образовавшиеся во время процесса производства, иногда создавали проблемы с газовой выделенностью. Однако современные сплавы редко характеризуются подобными проблемами.

Водород диффундирует по металлам в своей элементарной форме [16], в которой является химически активным и, как считают, реагирует

4.8.2. Демонтируемые уплотнения

Приемы уплотнения алюминиевых камер с помощью эластомеров аналогичны приемам уплотнения коррозионностойкой стали; они используются широко и хорошо изучены. Реализовать металлические уплотнения оказалось труднее в силу относительной мягкости алюминия и его высокой скорости теплового расширения. Однако сегодня ряд коммерчески доступных изделий практически разрешили эти проблемы. Безусловно, металлические уплотнения являются весьма предпочтительными, поскольку газовыделение из уплотнительных колец, как правило, преобладает в газовой нагрузке в камере. Например, газовыделение одного уплотнительного кольца $100 \times 5,3$ мм из Витона® приблизительно равно газовыделению поверхности металлической камеры площадью 3 квадратных фута после 1 ч откачки и площадью 7 квадратных футов после 10 ч. Получение значений давления ниже 10^{-7} мм рт. ст. с использованием уплотнений из эластомера требует больших затрат с точки зрения необходимой быстроты откачки, если не принимаются специальные меры, в частности такие, как дифференциальная откачка или термическая обработка уплотнительных колец [18].

4.8.2.1. Теоретическая модель эффективности уплотнения

Базовый уплотнительный механизм для металлического уплотнения заключается в принудительном прессовании мягкого материала прокладки в микроскопические канавки на твердой уплотнительной поверхности, через которые может натекать газ (рис. 3). Уплотнительное давление увеличивается, материал прокладки впрессовывается глубже в канавки, сокращая поперечное сечение (отсюда проводимость) путей натекания. Давление, необходимое для достижения желаемой скорости натекания, можно оценить следующим образом [19]:

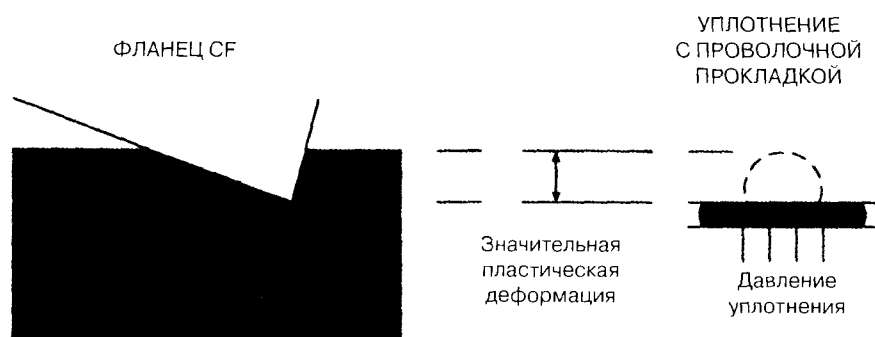
$$P = \frac{R}{3} \ln \left[\frac{0.34 \Delta p L r^2}{Q_w} \right], \quad (1)$$

где p — механическое давление между прокладкой и уплотняющей поверхностью; R — коэффициент герметизации металла прокладки: 3 кгс/мм² для мягкого алюминия, 5 кгс/мм² для



Скорость натекания – это чистая проводимость микроскопических канавок, оставшихся незаполненными материалом прокладки

Рис. 3. Уплотняющий механизм демонтируемых уплотнений



Давление является относительно постоянным, так как пластическая деформация имеет значительную величину

Рис. 4. Давление уплотнения зависит от твердости подвергнутого деформационному упрочнению материала прокладки

мягкой меди: Δp — давление газа на уплотнение (как правило, атмосферное); L — длина уплотнения; r — расстояние между пиками шероховатости на твердой поверхности уплотнения; Q — допустимая скорость течи; w — ширина уплотнения

С помощью расчетов по этой формуле была достигнута скорость натекания 10^{-13} мм рт. ст. · л/с в уплотнении диаметра 100 мм и шириной 1 мм, а также шероховатостью поверхности 1 микрон (0,001 мм) с применением мягкой алюминиевой прокладки под давлением уплотнения $27,4 \text{ кгс/мм}^2$. Это представляет собой удобный ориентир, поскольку колебание с коэффициентом, равным 10, любого из этих параметров приводит к изменению необходимого давления уплотнения всего на $2,3 \text{ кгс/мм}^2$. Это давление гораздо выше предельной прочности большинства мягких алюминиевых сплавов, но находится в пределах их твердости по Бринеллю (в частности 26 кгс/мм^2 для 1060-H14) [20]. Поэтому деформационное упрочнение, вызываемое значительной пластической деформацией алюминиевой прокладки, обеспечит необходимое давление уплотнения (рис. 4).

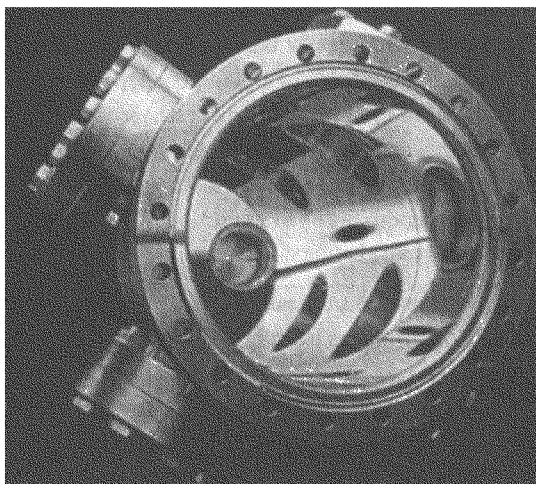
4.8.2.2. Фланцы CF

Алюминиевые фланцы CF (рис. 5) создают данную пластическую деформацию посредством запрессовки острой кромки глубоко в мягкую алюминиевую прокладку. Пластическая деформация начинает возникать после проникновения всего лишь на 3 мкм и создает достаточное деформационное упрочнение для достижения сверхвысокого вакуумного уплотнения задолго до того, как поверхности фланца фактически придут в соприкосновение. Более глубокое проникновение просто расширяет площадь уплотнения, но значительным образом не увеличивает эффективное давление уплотнения. Ограничение прокладки внутри ее фланца хорошо сохраняет 5 мкм (6 мкм для меди) упругой деформации, которая может компенсировать небольшие изменения геометрии уплотнения из-за тепловых градиентов или механически индуцированную деформацию.

4.8.2.3. Уплотнения с проволоочной прокладкой

В уплотнениях с проволоочной прокладкой, о которых сообщается в литературе, достигается то же самое давление уплотнения посредством значительного расплющивания проволоки [21, 22]. Для них требуется меньшее усилие для затяжки болтов, чем для уплотнений CF, поскольку давление уплотнения сконцентрировано на значительно меньшей ширине.

Рис. 5. Алюминиевые фланцы CF и вакуумная камера (источник: SMC Corporation)



4.8.2.4. Металлические пружинные кольца и уплотнения ромбовидной формы

Металлические пружинные кольца имеют относительно большую ширину уплотнения. Хотя среднее давление на площади соприкосновения составляет приблизительно одну треть давления, требующегося выше, рядом с центром, все-таки создающим это давление, вероятно, имеет место концентрация напряжений. Практиковалось также использование складывающейся острой кромки на пружинном кольце, изготовленном из мягкого материала, для создания высокого давления уплотнения посредством концентрации уплотняющего усилия [23]. Когда практические соображения ограничивают величину давления уплотнения, поддерживаемого пружинным кольцом, поверхность уплотнения можно либо отполировать для уменьшения члена r в уравнении (1), либо сделать более шероховатой для создания борозд, образующих зоны локального высокого давления уплотнения. Экспериментальные данные показывают, что надежное уплотнение имеет место при шероховатости поверхности ниже 1 мкм и выше 10 мкм, но не в пределах этого диапазона [24].

4.8.2.5. Соображения, касающиеся материалов

Для обеспечения продолжительного срока службы предел текучести уплотняющей поверхности должен быть значительно выше твердости материала прокладки. Алюминиевые фланцы CF имеют предел текучести равный 40 кгс/мм², что значительно выше твердости прокладки, равной 26 кгс/мм². Однако сплав 6061, широко используемый в качестве материала камеры, имеет предел текучести, который составляет только 28 кгс/мм² и который может быть недостаточным для продолжительного срока службы [25]. Инертное твердое покрытие (TiC) на поверхности фланца может быть полезным для предотвращения холодной сварки с прокладкой. Без этого может потребоваться подцеплять фланцы для их разъединения при открытии. Покрытия также предотвращают образование пористых оксидов, вызывающих диффузионное натекание по уплотнению.

4.8.2.6. Вероятность нарушения уплотнения во время термической обработки

В диапазоне температур от 20 до 150 °C из-за различия в температурных коэффициентах линейного расширения алюминиевых и стальных фланцев возможно колебание размеров до 0,1%, что вызывает радиальное смещение уплотнения, равное 1 микрону на миллиметр радиуса. Также

из-за различий в длине болтов и толщине фланцев зажимное усилие уменьшается на 15% при использовании алюминиевых болтов или повышается более чем на 30% при использовании болтов из коррозионностойкой стали (для первоначального натяжения при половине значения прочности на растяжение). Эти эффекты далее усиливаются температурными градиентами, которые могут легко возникать, если нагревание или охлаждение происходит слишком быстро из-за большой разницы в теплопроводности двух материалов. Для устранения этих проблем могут использоваться переходные детали от алюминия к коррозионностойкой стали, изготовленные сваркой взрывом или специальной пайкой, которые, однако, являются дорогостоящими.

4.8.2.7. Прижимные фланцы

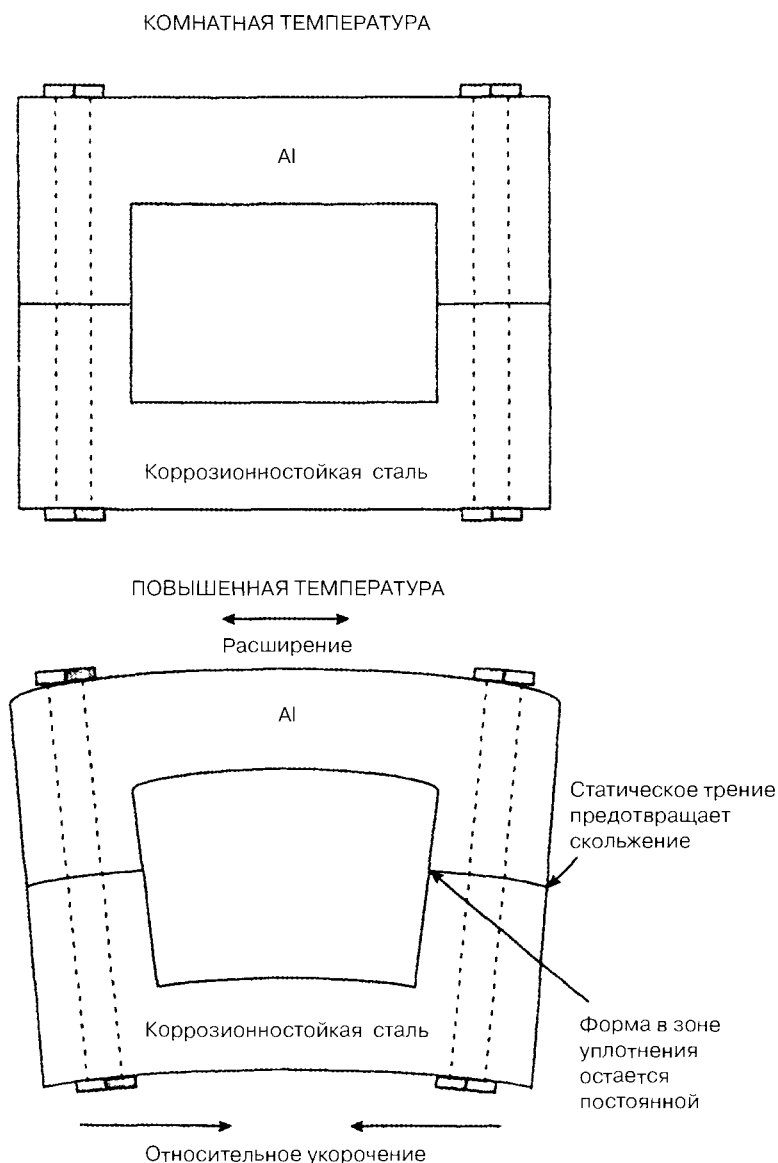
В целях минимизации воздействий теплового расширения на целостность уплотнения демонтируемые фланцы из разных металлов обычно ограничиваются для предотвращения движения рядом с уплотнением. Это осуществляется посредством плотного прижатия их поверхностей друг к другу с тем, чтобы статическое трение между окружностями болтов предотвращало скольжение. Дифференциальное расширение создает радиальное растягивающее усилие во фланце из коррозионностойкой стали и сжатие в алюминиевом фланце, приводящие к небольшим упругим напряжениям, которые, однако, не нарушают геометрию уплотнения рядом с отверстием для стягивающего болта (рис. 6). Высокий крутящий момент затяжки болтов, примерно 300 дюймов-фунт для болтов $\frac{5}{16}$ дюйма, используется для фланцев CF. Целостность уплотнения была продемонстрирована во время термической обработки при 150 °C для стандартных размеров CF до 12 дюймов [26]. Аналогичные ограничители используются в других системах демонтируемых фланцев, в частности таких, как системы, используемые в ускорителе частиц LEP CERN (Европейского совета ядерных исследований [27] и в металлическом уплотнении пружинного кольца, предложенном КЕК [28].

4.8.2.8. Свободные фланцы

Иногда необходимо оставлять поверхности фланцев свободными. Например, фланцы CF могут собираться с небольшим зазором между поверхностями, позволяющим иметь дополнительную затяжку в случае будущих течей. В этом случае дифференциальное расширение вызывает качение прокладки, так что внутренняя кромка немного наклоняется в направлении алюминиевого фланца. Экспериментальные данные показали, что надежные уплотнения CF могут обеспечиваться приблизительно при качении не более 2,1 градуса [29]. Таким образом, стандартные размеры CF до 6 дюймов можно подвергать термической обработке при температуре до 150 °C без значительных течей. Поскольку алюминиевые уплотнения размягчаются при повышенных температурах, болты должны быть изготовлены из алюминия так, чтобы тепловое расширение уменьшало усилие сжатия на аналогичную величину, не давая острым кромкам врезаться глубже в прокладку. Уплотнения с проволоочной прокладкой в неограниченных фланцах, по всей видимости, допускают смещение поверхности уплотнения по крайней мере до половины первоначальной толщины проволоки [30]. Металлические пружинные кольца также допускают значительное смещение.

4.8.3. Очистка и чистовая обработка поверхности

Газовыделение с внутренних поверхностей камеры можно свести до минимума путем создания тонкого, плотного, стабильного пассивирующего слоя. Благодаря этому одновременно уменьшается количество газа, которое может быть адсорбировано поверхностью, и обеспечи-



Упругие деформации, возникающие в результате дифференциального теплового расширения, имеют небольшую величину в зоне уплотнения рядом с болтами

Рис. 6. Прижимные фланцы

вается барьер против диффузии газа из объема. Al_2O_3 , образуемому естественным образом на алюминии, можно придать отличные вакуумные характеристики, в результате чего он находит широкое применение. Этот оксид должен быть насколько возможно чистым, поскольку гидроксиды и примеси, в частности такие, как оксид магния, стремятся нарушить структуру кристаллической решетки, приводя к снижению плотности и повышению пористости. Подходящая чистовая обработка достигается полным удалением оксидной пленки и выращивани-

ем нового слоя при контролируемых условиях. Оксидную пленку можно удалять либо посредством механического резания (например выдавливанием или механической обработкой), либо посредством химического травления. Высокоэффективные оксидные пленки могут выращиваться на всех стандартных сплавах, широко используемых в вакуумных камерах. Однако чистый алюминий (1000 серии), как правило, дает несколько лучшие результаты, вероятно, потому что не содержит легирующих элементов, нарушающих структуру оксида.

4.8.3.1. Механическая чистовая обработка поверхности

Методы механической чистовой обработки поверхности получили обозначение EX и EL [31]. Первый из них предусматривает экструзию (выдавливание) или механическую обработку поверхности без смазочно-охлаждающих жидкостей (СОЖ) в атмосфере кислорода и аргона при стандартном давлении, которая незамедлительно окисляет вновь обнажившийся металл (рис. 7 и 8). Аргон составляет приблизительно 90% смеси с кислородом и предотвращает взрывоопасное «горение» стружки и частиц механической обработки. Содержание влаги должно быть не более нескольких частей на миллион для минимизации образования гидроксидов. Процесс EL включает механическую обработку в обычной воздушной атмосфере, но с использованием спирта (обычно этанола) в качестве СОЖ [32]. В результате этого получается тонкий и плотный оксидный слой; однако реальный химический механизм, в результате которого он образуется, остается неясным. В литературе сообщается о том, что царапины можно восстанавливать посредством ручного шабрения с помощью Scotch-Brite®, смоченного в этаноле.

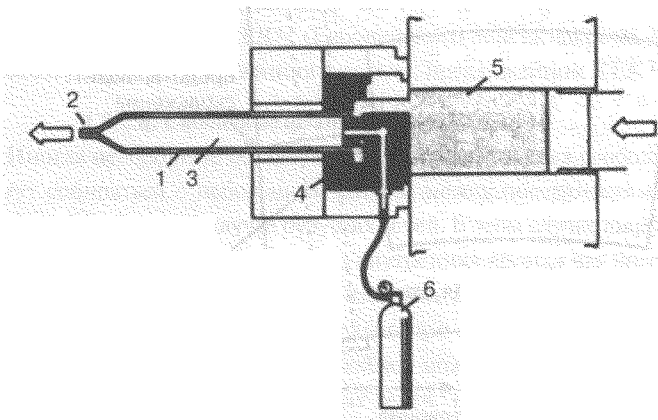


Рис. 7. Схема процесса специальной экструзии EX: 1 — алюминиевая труба; 2 — герметичный вакуумный торец; 3 — смесь аргона и кислорода; 4 — камерная матрица и 5 — газовый бак. (С разрешения Х.Ишимару, «Разработки и виды применения вакуумных систем полностью из алюминиевых сплавов», *Бюллетень MRS*, том XV, № 7, июль 1990 года, стр. 24)

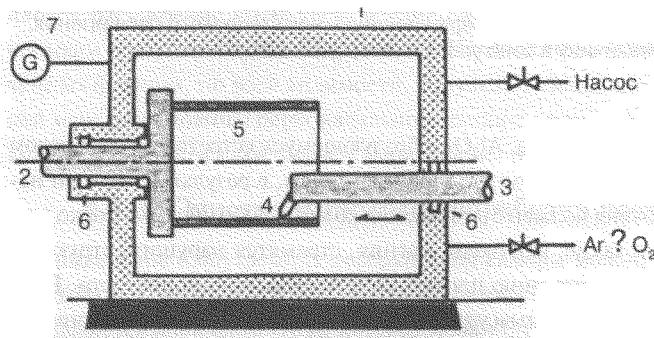


Рис. 8. Схема процесса механической обработки EX: 1 — вакуумная камера; 2 — ось токарного станка; 3 — ось инструмента; 4 — инструмент; 5 — обрабатываемая деталь; 6 — вакуумное уплотнение; 7 — вакуумметр (источник: Н. Ishimaru, "Development and Application for All-Aluminum Alloys Vacuum System" *MRS Bulletin*, Vol. XV, No 7, 1990)

4.8.3.2. Химическая обработка

Методы химической обработки значительно легче механической очистки и обеспечивают эффективность вакуума, которая зачастую является сравнимой с механической очисткой. Хотя было продемонстрировано множество успешных процедур, процедура очистки, разработанная для Усовершенствованного источника фотонов в Национальной лаборатории «Аргон», относится к самым простым, а также наиболее тщательно изученным и документированным [33, 34]. Она разработана для сплавов 6063 и 2219 и может быть в обобщенном виде изложена следующим образом [35]:

1. Использовать жидкости для резания на водной основе и избегать использования масла во время предварительного производства.
2. Произвести предварительную очистку с помощью спрея под высоким давлением 2% Альмеко 18® (Моющий состав «Хенкель/Паркер Амчел РЗ»).
3. Очищать в ультразвуковой ванне 2% Альмеко 18 при 65 °C в течение 10 минут. Когда присутствует сплав 2219, температура должна быть уменьшена до 50 °C для предотвращения излишнего осаждения меди на поверхности. Медь, образовавшаяся случайно, может быть удалена с помощью 2% Цитринокс®. Последний также используется вместо Альмеко 18, когда в структуре присутствуют медные компоненты.
4. Промывать деионизированной водой при комнатной температуре в течение 10 минут. (Повышенные температуры, как было установлено, вызывают значительное утолщение оксидного слоя.)
5. Высушить обдувом горячим сухим азотом.

Оксидный слой, образующийся вновь в присутствии воздуха и влаги, является неоднородной смесью гидроксидов и оксидов (γ -Al(OH)₃, γ -AlOOH и γ -Al₂O₃). При нагревании до 150 °C они преобразуются в γ -Al₂O₃ [36], создавая однородный пассивирующий слой. По этой причине за каждой процедурой химической чистовой обработки сразу же должна следовать по крайней мере одна термическая обработка.

Поверхности, сильно загрязненные маслом, должны подвергаться предварительной очистке органическими растворителями. Другие очищающие реагенты, в частности Алконокс®, успешно использовались и используются [37, 38]. Ультразвуковая очистка должна быть интенсивной (приблизительно 8 мВт/см³), но не настолько интенсивной, чтобы вызывать пitting-коррозию из-за кавитации. Оксиды легирующих элементов, в частности таких, как магний, на которые не воздействует моющее вещество, иногда образуют сажу, которую можно удалить с помощью таких реактивов, как Уяндотт Алютон® [40]. (Этой проблемы не существовало в случае 6063, очищаемом Альмеко 18.) Дополнительная очистка может выполняться с помощью сильных кислот или оснований, в частности таких, как Амклин® (главным образом КОН) [41] или травильного средства Амхим № 33 [42], однако преимущества этого представляются незначительными [43]. Часто используется несколько циклов полоскания. Экспериментально доказана эффективность первичного полоскания водопроводной водой с последующим полосканием деионизированной водой.

4.8.4. Физико-механические свойства алюминия и его сплавов

Алюминий производят в виде самых разнообразных сплавов с самыми различными характеристиками. Большинство сплавов, подходящих для вакуумных систем, имеют предел текучести, сравнимый с коррозионностойкой сталью 304. С точки зрения затрат важное преимуще-

ство алюминия по сравнению с коррозионностойкой сталью заключается в относительной простоте изготовления камер сложной формы путем механической обработки из цельного блока или путем экструзии. Выбор сплавов обычно зависит от его физико-механических свойств, в частности таких, как свариваемость, механическая обрабатываемость, пластичность, наличие и затраты. Иногда следует также учитывать коррозионную стойкость и химическую совместимость с процессом.

4.8.4.1. Типы алюминиевых сплавов и их обозначения

Как правило, только алюминиевые сплавы, обработанные давлением, подходят для высоковакуумных камер, так как литые сплавы являются слишком пористыми. Обработанные давлением сплавы обозначают четырехзначными числами, за которыми следует суффикс с дефисом, обозначающий марку листа. Первая цифра указывает преобладающий (легирующий) элемент: 1 — чистый алюминий (содержание алюминия менее 99%); 2 — медь; 3 — марганец; 4 — кремний; 5 — магний; 6 — магний и кремний; 7 — цинк. Остальные три цифры никакой определенной схеме не следуют¹.

Данные, касающиеся обрабатываемости, прочности, температурных эффектов и химического состава некоторых сплавов, приводятся в табл. 2, 3, 4 и 5 соответственно [45]. Все серии сплавов успешно использовались в высоковакуумных системах, за исключением серии 7000, которая не подходит из-за высокого давления паров своего главного легирующего элемента, т. е. цинка. Изделия из сплавов серии 2000 могут требовать специального экранирования, если в технологическом процессе возможно взаимодействие с медью. Обычно главный корпус камеры изготавливается из сплавов серии 5000 или 6000, в частности 5083, 6061 или 6063. Комплектующие, требующие высокой прочности, могут изготавливаться из серии 2000, в особенности 2219, которая является наиболее свариваемым сплавом из этой серии.

Главная проблема, связанная с механической обработкой алюминия, — это его склонность образовывать длинную стружку, которая отрывается, а не срезается при отделении от поверхности. Более мягкие сплавы имеют тенденцию прилипать к режущему инструменту, если он не свободен от царапин и не смазан тщательным образом, что не допускает прилипания [46]. Для особенно чисто обрабатываемых поверхностей могут использоваться алмазные инструменты. В некоторых случаях механическая обработка может выполняться без СОЖ для минимизации остаточного загрязнения. Однако было доказано, что использование СОЖ на водной основе обеспечивает сопоставимую вакуумную эффективность [47]. Следует избегать минерального масла. В табл. 2 алюминиевые сплавы расположены в порядке возрастания их обрабатываемости (длины стружки и качества чистовой обработки).

4.8.4.2. Требования к толщине стенки камеры

Для определения толщины стенки, способной выдержать перепад давления между внутренним вакуумом и внешней атмосферой, вакуумные камеры могут рассматриваться в качестве конструкции, состоящей из плоских плит и цилиндров.

¹ Российская система маркировки алюминиевых сплавов отличается от международной, см. ГОСТ 4784 «Алюминий и сплавы алюминиевые деформируемые. Марки». — *Прим. ред.*

Таблица 2. Сравнительная характеристика и виды применения некоторых алюминиевых сплавов

Марка сплава и профиля	Устойчивость к коррозии		Технологич. (холод.) (5)	Обрабатыв. (5)	Плазменная (6)	Свариваемость (6)			Некоторые виды применения сплавов
	Общ. (1)	Коррозионная стойкость под нагрузкой (2)				Газ	Дуга	Соплот. точки и шва	
1060-0 H12 H14 H16 H18	A	A	A	E	A	A	A	B	Химическое оборудование, ж/д цистерны
	A	A	A	E	A	A	A	A	
	A	A	A	D	A	A	A	A	
	A	A	B	D	A	A	A	A	
	A	A	B	D	A	A	A	A	
1100-0 H12 H14 H16 H18	A	A	A	E	A	A	A	B	Обработка листового металла, литье изделий, получаемые центробежным литьем
	A	A	A	E	A	A	A	A	
	A	A	A	D	A	A	A	A	
	A	A	B	D	A	A	A	A	
	A	A	C	D	A	A	A	A	
1350-0 H12, H111 H14, H24 H16, H26 H18	A	A	A	E	A	A	A	B	Электрические проводники
	A	A	A	E	A	A	A	A	
	A	A	A	D	A	A	A	A	
	A	A	B	D	A	A	A	A	
	A	A	B	D	A	A	A	A	
2011-T3 T4, T451 T8	D(3)	D	C	A	D	D	D	D	Изделия, изготовленные на токарно-винторезных станках
	D(3)	D	B	A	D	D	D	D	
	D	B	D	A	D	D	D	D	
2014-0 T4, T4, T451 T6, T6510, T6511	D	D	D	D	B	Рамы грузового автомобиля, конструкции самолета
	D(3)	C	C	B	D	D	B	B	
	D	C	D	B	D	D	B	B	
2017-T4, T451	D(3)	C	C	B	D	D	B	B	Изделия, изготовленные на токарно-винторезных станках, фитинги
2018-T61	B	D	D	C	B	Цилиндры авиационного двигателя, головки цилиндра и поршни
2024-0 T4, T3, T351, T3510, T3511 T361	D	D	D	D	D	Диск грузового автомобиля, изделия
	D(3)	C	C	B	D	C	B	B	Изготовленные на токарно-винторезных станках, конструкции самолета
	D(3)	C	D	B	D	D	C	B	

Продолжение таблицы 2

Марка сплава и профиля	Устойчивость к коррозии		Техноло- гин. (холод) (5)	Обраба- тив. (5)	Плаве- мость (6)	Свариваемость (6)			Некоторые виды применения сплавов
	Общ. (1)	Коррозионная стойкость под нагрузкой (2)				Газ	Дуга	Сопро- точки и шва	
2024-0 T6 T861, T81, T851, T8510, T8511 T72	D	B	C	B	D	D	C	B	Диски грузового автомобиля, и изделия, изготовленные на токарно-винторезных станках, конструкции самолета
	D	B	D	B	D	D	C	B	
	B	D	D	C	B	
	D	C	..	B	D	D	B	B	
2025-T6	C	..	B	C	D	C	B	B	Поковки, винты самолетов
2036-T4	C	A	B	C	D	D	B	B	Лист панели автомобильного кузова
2117-T4	D	B	D	B	D	D	C	B	Заклепки
2124-T851	D	C	D	D	C	B	Конструкция самолета
2218-T61 T72	D	C	D	D	C	B	Крыльчатка и колына двигателя реак- тивного самолета
2219-0	D	D	A	B	Применение в конструкциях при вы- сокой температуре (до 500 °C) Высокопрочные сварные конструк- ции
T31, T351, T3510, T3511	D(3)	C	C	B	D	A	A	A	
T37	D(3)	C	D	B	D	A	A	A	
T81, T851, T8510, T8511 T87	D	B	D	B	D	A	A	A	
2618-T61	D	C	..	B	D	D	C	B	Авиационные двигатели
3003-0	A	A	A	E	A	A	A	B	Кухонные принадлежности, химиче- ское оборудование, сосуды под давле- нием, металлический лист, строитель- ная арматура, баки для хранения жид- костей
H-12	A	A	A	E	A	A	A	A	
H-14	A	A	B	D	A	A	A	A	
H-16	A	A	C	D	A	A	A	A	
H-18	A	A	C	D	A	A	A	A	
H-25	A	A	B	D	A	A	A	A	
3004-0	A	A	A	D	B	A	A	B	Металлический лист, баки для хране- ния жидкостей
H-32	A	A	B	D	B	A	A	A	
H-34	A	A	B	C	B	A	A	A	
H-36	A	A	C	C	B	A	A	A	
H-38	A	A	C	C	B	A	A	A	

Продолжение таблицы 2

Марка сплава и профиля	Устойчивость к коррозии		Технологич. (холод) (5)	Обраба- тив. (5)	Плаве- мость (6)	Свариваемость (6)			Некоторые виды применения сплавов
	Общ. (1)	Коррозионная стойкость под нагрузкой (2)				Газ	Дуга	Сопот. точки и шва	
3105-0 H-12 H-14 H-16 H-18 H-25	A	A	A	E	A	A	A	B	Облицовка жилых помещений, пере- движные дома, приспособления для дождевой воды, металлический лист
	A	A	B	E	A	A	A	A	
	A	A	B	D	A	A	A	A	
	A	A	C	D	A	A	A	A	
	A	A	C	D	A	A	A	A	
	A	A	B	D	A	A	A	A	
4032-T6	C	B	.	B	D	D	B	C	Поршни
5005-0 H-12 H-14 H-16 H-18	A	A	A	E	B	A	A	B	Электроприборы, кухонная утварь, архитектурная арматура, электриче- ский проводник
	A	A	A	E	B	A	A	A	
	A	A	B	D	B	A	A	A	
	A	A	C	D	B	A	A	A	
	A	A	C	D	B	A	A	A	
	A	A	C	D	B	A	A	A	
5005-0 H32 H34 H36 H38	A	A	A	E	B	A	A	A	
	A	A	B	D	B	A	A	A	
	A	A	C	D	B	A	A	A	
	A	A	C	D	B	A	A	A	
	A	A	C	D	B	A	A	A	
	A	A	C	D	B	A	A	A	
5050-0 H32 H34 H36 H38	A	A	A	E	B	A	A	B	Строительная арматура, отделка холо- дильника, смеси
	A	A	A	D	B	A	A	A	
	A	A	B	D	B	A	A	A	
	A	A	C	C	B	A	A	A	
	A	A	C	C	B	A	A	A	
	A	A	C	C	B	A	A	A	
5052-0 H32 H34 H36 H38	A	A	A	D	C	A	A	B	Металлический лист, гидравлические трубы, электроприборы
	A	A	B	D	C	A	A	A	
	A	A	B	C	C	A	A	A	
	A	A	C	C	C	A	A	A	
	A	A	C	C	C	A	A	A	
	A	A	C	C	C	A	A	A	

Продолжение таблицы 2

Марка сплава и профиля	Устойчивость к коррозии		Техноло- гич. (холод)	Обраба- тыв. (5)	Плав- ность (6)	Свариваемость (6)			Некоторые виды применения сплавов
	Общ. (1)	Коррозионная стойкость под нагрузкой (2)				Газ	Дуга	Соедот. тонки и шва	
5056-0 H111 H12, H32 H14, H34 H18, H38 H192 H392	A(4)	B(4)	A	D	D	C	A	B	Отделка кабеля, заклёпки для матриц, экранированный провод, замочки молнии
	A(4)	B(4)	A	D	D	C	A	A	
	A(4)	B(4)	B	D	D	C	A	A	
	A(4)	B(4)	B	C	D	C	A	A	
	A(4)	C(4)	C	C	D	C	A	A	
	A(4)	D(4)	D	B	D	C	A	A	
5083-0 H321, H116 H111	A(4)	A(4)	B	D	D	C	A	B	Несотожжённые, сварные сосуды под давлением, морская, автомобильная, авиационная, криогенная техника, термостатические баки, буровые установки, транспортное оборудование, комплектующие ракет
	A(4)	A(4)	C	D	D	C	A	A	
	A(4)	B(4)	A	D	D	C	A	B	
	A(4)	B(4)	B	D	D	C	A	A	
	A(4)	B(4)	C	C	D	C	A	A	
	A(4)	B(4)	C	C	D	C	A	A	
5154-0 H32 H34 H36 H38 H111	A(4)	A(4)	B	D	D	C	A	A	Сварные конструкции, баки для хранения жидкостей, сосуды под давлением, установки опреснения воды
	A(4)	A(4)	A	D	D	C	A	B	
	A(4)	A(4)	B	D	D	C	A	A	
	A(4)	A(4)	C	C	D	C	A	A	
	A(4)	A(4)	C	C	D	C	A	A	
	A(4)	A(4)	C	C	D	C	A	A	
5252-H24 H25 H28	A	A	B	D	C	A	A	A	Отделка автомобилей и электроприборов
	A	A	B	C	C	A	A	A	
	A	A	C	C	C	A	A	A	
5254-0 H32 H34 H36 H38	A(4)	A(4)	A	D	D	C	A	B	Сосуды для хранения перекиси водорода и химических продуктов
	A(4)	A(4)	B	D	D	C	A	A	
	A(4)	A(4)	B	C	D	C	A	A	
	A(4)	A(4)	C	C	D	C	A	A	
	A(4)	A(4)	C	C	D	C	A	A	

Продолжение таблицы 2

Марка сплава и профиля	Устойчивость к коррозии		Технологич. (холод) (5)	Обраба- тыв. (5)	Паяе- мость (6)	Свариваемость (6)			Некоторые виды применения сплавов
	Общ. (1)	Коррозионная стойкость под нагрузкой (2)				Газ	Дуга	Сопрот. точки и шва	
5454-0 H32 H34 H111	A	A	A	D	D	C	A	B	Сварные конструкции, сосуды под давлением, морское оборудование
	A	A	B	D	D	C	A	A	
	A	A	B	C	D	C	A	A	
	A	A	B	D	D	C	A	A	
5456-0 H321, H116	A(4)	B(4)	B	D	D	C	A	B	Высокопрочные сварные конструк- ции, сосуды под давлением, морские виды применения, баки для хранения жидкостей
	A(4)	B(4)	C	D	D	C	A	A	
5457-0	A	A	A	E	B	A	A	B	
5652-0 H32 H34 H36 H38	A	A	A	D	C	A	A	B	Сосуды для хранения перекиси водо- рода и химических продуктов
	A	A	B	D	C	A	A	A	
	A	A	B	C	C	A	A	A	
	A	A	C	C	C	A	A	A	
	A	A	C	C	C	A	A	A	
5657-H241 H25 H26 H28	A	A	A	D	B	A	A	A	Анодированные детали автомобилей и электроприборов
	A	A	B	D	B	A	A	A	
	A	A	B	D	B	A	A	A	
	A	A	C	D	B	A	A	A	
6005-T1, T5	A	A	A	A	
6053-0 T6, T61	E	B	A	A	B	Проволока и стержни для заклёпок
	A	A	..	C	B	A	A	A	
6061-0 T4, T451, T4510, T4511 T6, T651, T652, T6510, T6511	B	A	A	D	A	A	A	B	Конструкции, работающие в тяжёлых режимах, требующие хорошей корро- зионной стойкости, грузовые автомо- били, морские суда, железнодорож- ные вагоны, мебель, трубопроводы
	B	B	B	C	A	A	A	A	
	B	A	C	C	A	A	A	A	
6063-T1 T4 T5, T52	A	A	B	D	A	A	A	A	Трубные поручни, мебель, архитек- турные детали, получаемые выдавли- ванием
	A	A	B	D	A	A	A	A	
	A	A	B	C	A	A	A	A	

Продолжение таблицы 2

Марка сплава и профиля	Устойчивость к коррозии		Техноло- гич. (холод) (5)	Обраба- тив. (5)	Паяе- мость (6)	Свариваемость (6)			Некоторые виды применения сплавов
	Общ. (1)	Коррозионная стойкость под нагрузкой (2)				Газ	Дуга	Сопрот. точки и шва	
6063-T1 T6 T83, T831, T832	A A	A A	C C	C C	A A	A A	A A	A A	Трубные поручни, мебель, архитек- турные детали, получаемые выдавли- ванием
6066-0 T4, T4510, T4511 T6, T6510, T6511	C C C	A B B	B C C	D C B	D D D	D D D	B B B	B B B	Поковки и выдавливание для сварных конструкций
6070-T4, T4511 T6	B B	B B	B C	C C	D D	A A	A A	A A	Конструкции, работающие в тяжелых режимах, трубопроводы
6101-T6, T63 T61, T64	A A	A A	C B	C D	A A	A A	A A	A A	Высокопрочные проводники-шины
6151-T6, T652	B	Ажурные поковки умеренной прочно- сти для деталей станков и автомобилей
6201-T81	A	A	..	C	A	A	A	A	Электропровод-проводник высокой прочности
6262-T6, T651, T6510 T9	B B	A A	C D	B B	B B	B B	B B	A A	Изделия, изготовленные на токарно- винторезных станках
6351-T1 T4 T5 T6	.. A A A	C C C C	C C C C	C C C C	B B B B	A A A A	B B A A	Выдавленные формы, конструкции, трубы и трубки
6463-T1 T5 T6	A A A	A A A	B B C	D C C	A A A	A A A	A A A	A A A	Архитектурные и отделочные секции, получаемые выдавливанием
6951-T42, T62	A	A	A	A	
7005-T53	B	C	A	A	
7049-T73, T7352	C	B	D	B	D	D	D	B	Авиационные поковки

Окончание таблицы 2

Марка сплава и профиля	Устойчивость к коррозии		Техноло- гич. (холод) (5)	Обраба- тыв. (5)	Плаве- мость (6)	Свариваемость (6)			Некоторые виды применения сплавов
	Общ. (1)	Коррозионная стойкость под нагрузкой (2)				Газ	Дуга	Сопрот. точки и шва	
7050-T73510, T73511 T74(7), T7451(7), T4510(7), T74511(7), T7452(7), T7651, T6510, T76511	C	B	D	B	D	D	D	B	Авиационные и другие конструкции
7075-0 T6, T651, T652, T6510, T6511, T73, T7351	.. C(3) C	.. C B	.. D D	D B B	D D D	D D D	D D D	B B B	Авиационные и другие конструкции
7175-T74, T7452, T7454	C	B	D	B	D	D	C	B	
7178-0 T6, T651, T6510, T6511	.. C(3)	.. C	.. D	.. B	D D	D D	D D	B B	Авиационные и другие конструкции
7475-0 7475-T61, -T651 7475-T761, T7351	.. C C	.. C B	.. D D	.. B B	D D D	D D D	D B D	B B B	Картеры, авиационные и другие конструкции
8017-H12, H22, H221	A	A	A	D	A	A	A	A	Электрические проводники
8030-H12, H221	A	A	A	E	A	A	A	A	Электрические проводники
8176-H14, H24	A	A	A	D	A	A	A	A	Электрические проводники
8177-H13, H23, H221	A	A	A	E	A	A	A	A	Электрические проводники

Источник: *Aluminum Association, Aluminum Standard and Data*, Tenth Edition, 900 19th St, N. W. Washington, D. C., 1990).

Таблица 3. Физико-механические свойства алюминиевых сплавов

Марка сплава и профиля	Предел прочности на растяжение тыс. фунтов на кв. дюйм		Удлинение, % на 2 дюйма		Предел прочности на сдвиг	Предел усталости (3) тыс. фунтов на кв. дюйм	Модуль упругости тыс. фунтов на кв. дюйм × 10 ³
	Образец толщиной 1/16 дюйма	Образец диаметром 1/2 дюйма	Число по Бринеллю Нагрузка 500 кг Шарик 10 мм				
1060-0	10	4	43	..	7	3	10.0
1060-H12	12	11	16	..	8	4	10.0
1060-H14	14	13	12	..	9	5	10.0
1060-H16	16	15	8	..	10	6.5	10.0
1060-H18	19	18	6	..	11	6.5	10.0
1100-0	13	5	35	45	9	5	10.0
1100-H12	16	15	12	25	10	6	10.0
1100-H14	18	17	9	20	11	7	10.0
1100-H16	21	20	6	17	12	9	10.0
1100-H18	24	22	5	15	13	9	10.0
2014-0	27	14	..	18	18	13	10.6
2014-T2, T451	62	42	..	20	38	20	10.6
2014-T6 T651	70	60	..	13	42	18	10.6
2024-0	27	11	20	22	18	13	10.6
2024-T3, T451	70	50	18	..	41	20	10.6
2024-T4 T351	68	47	20	19	41	20	10.6
2024-T361(7)	72	57	13	..	42	18	10.6
2219-0	25	11	18	10.6
2219-T42	52	27	20	10.6
2219-T31, T351	52	36	17	10.6
2219-T37	57	46	11	10.6
2219-T62	60	42	10	15	10.6
2219-T81, T851	66	51	10	15	10.6
2219-T87	69	57	10	15	10.6
3003-0	16	6	30	40	11	7	10.0
3003-H12	19	18	10	20	12	8	10.0
3003-H14	22	21	8	16	14	9	10.0
3003-H16	26	25	5	14	15	10	10.0
3003-H18	29	27	4	10	16	10	10.0

Окончание таблицы 3

Марка сплава и профиля	Предел прочности на растяжение тыс. фунтов на кв. дюйм		Удлинение, % на 2 дюйма		Твердость	Предел прочности на сдвиг	Предел усталости (3) тыс. фунтов на кв. дюйм	Модуль упругости тыс. фунтов на кв. дюйм × 10 ³
	Предел прочности	Предел текучести	Образец толщиной 1/16 дюйма	Образец диаметром 1/2 дюйма	по Бринеллю по Натулка 500 кг Шарик 10 мм			
5083-0	42	21	..	22	..	25	..	10.3
5083-H321, H116	46	33	..	16	23	10.3
5086-0	38	17	22	23	..	10.3
5086-H32, H116	42	30	12	10.3
5086-H34	47	37	10	27	..	10.3
5086-H112	39	19	14	10.3
5154-0	35	17	27	..	58	22	17	10.2
5154-H32	39	30	15	..	67	22	18	10.2
5154-H34	42	33	13	..	73	24	19	10.2
5154-H36	45	36	12	..	78	26	20	10.2
5154-H381	48	39	10	..	80	28	21	10.2
5154-H112	35	17	25	..	63	..	17	10.2
5456-0	45	23	..	24	10.3
5456-H112	45	24	..	22	10.3
5456-H321, H116	51	37	..	16	90	30	..	10.3
6061-0	18	8	25	30	30	12	9	10.0
6061-T4, T451	35	21	22	25	65	24	14	10.0
6061-T6, T651	45	40	12	17	95	30	14	10.0
6063-0	13	7	25	10	8	10.0
6063-T1	22	13	20	..	42	14	9	10.0
6063-T4	25	13	22	10.0
6063-T5	27	21	12	..	60	17	10	10.0
6063-T6	35	31	12	..	73	22	10	10.0
6063-T83	37	36	9	..	82	22	..	10.0
6063-T831	30	27	10	..	70	18	..	10.0
6063-T832	42	39	12	..	95	27	..	10.0

Источник: *Aluminum Association, Aluminum Standard and Data*, Tenth Edition, 900 19th St., N. W. Washington, D. C., 1990).

Примечание: вышеуказанные значения приводятся только с целью сравнения. Фактические характеристики отличаются. Для преобразования табличных значений, указанных в 1000 фунтов на кв. дюйм, в кгс/мм², нужно их умножить на 0,7045.

Таблица 4. Прочностные характеристики алюминиевых сплавов при различных температурах¹

Марка сплава и профиля	Температура, °Ф	Прочность при растяжении 1000 фунтов на кв. дюйм		Удлинение на 2 дюйма, %
		Предел прочности при растяжении	Предел текучести	
1100-0	-320	25	6	50
	-112	15	5,5	43
	-18	14	5	40
	75	13	5	40
	212	10	4,6	45
	300	8	4,2	55
	400	6	3,5	65
	500	4	2,6	75
	600	2,9		80
	700	2,1	,6	85
1100-H14	-320	30	20	45
	-112	20	18	24
	-18	19	17	20
	75	18	17	20
	212	18	15	20
	300	14	12	23
	400	10	7,5	28
	500	4	2,8	75
	600	2,9	2	80
	700	2,1	1,6	85
1100-H18	-320	34	26	30
	-112	26	23	16
	-18	25	23	15
	75	24	22	15
	212	21	19	15
	300	18	14	20
	400	6	3,5	65
	500	4	2,6	75
	600	2,9	2	80
	700	2,1	1,6	85
2011-T3	75	55	43	15
	212	47	34	16
	300	28	19	25
	400	16	11	35
	500	6,5	3,8	45
	600	3,1	1,8	90
	700	2,3	1,4	125
2014-T6, T651	-320	84	72	14
	-112	74	65	13
	18	72	62	13
	75	70	60	13
	212	63	57	15
	300	40	35	20
	400	16	13	38

Продолжение таблицы 4

Марка сплава и профиля	Температура, °Ф	Прочность при растяжении 1000 фунтов на кв. дюйм		Удлинение на 2 дюйма, %
		Предел прочности при растяжении	Предел текучести	
2014-T6, T651	500	9,5	7,5	52
	600	6,5	5	65
	700	4,3	3,5	72
2017-T4, T451	-320	80	53	28
	-112	65	42	24
	-18	64	41	23
	75	62	40	22
	300	40	30	15
	400	16	13	35
	500	9	7,5	45
	600	6	5	65
	700	4,3	3,5	70
2024-T3 (лист)	-320	85	62	18
	-112	73	52	17
	-18	72	51	17
	75	70	50	17
	212	66	48	16
	300	55	45	11
	500	11	9	55
	600	7,5	6	75
	700	5	4	100
2024-T4-T351 (плита)	-320	84	61	19
	-112	71	49	19
	18	69	47	19
	75	68	47	19
	212	63	45	19
	300	45	36	17
	500	11	9	55
	600	7,5	6	75
	700	5	4	100
2024-T6, T651	-320	84	68	11
	-112	72	59	10
	-18	70	58	10
	75	69	57	10
	212	65	54	10
	300	45	36	17
	400	26	19	27
	500	11	9	55
	600	7,5	6	75
	700	5	4	100
2024-T81, T851	-320	86	78	8
	-112	74	69	7
	-18	73	68	7
	75	70	65	7
	212	86	62	8

Продолжение таблицы 4

Марка сплава и профиля	Температура, °Ф	Прочность при растяжении 1000 фунтов на кв. дюйм		Удлинение на 2 дюйма, %
		Предел прочности при растяжении	Предел текучности	
2024-T81.T851	300	55	49	11
	400	27	20	23
	500	11	9	55
	600	7,5	6	75
	700	5	4	100
2024-T861	-320	92	85	5
	-112	81	77	5
	-18	78	74	5
	212	70	67	6
	300	54	48	11
	400	21	17	28
	500	11	9	55
	700	5	4	100
2117-T4	-320	56	33	30
	-112	45	25	29
	-18	44	24	28
	75	43	24	27
	212	36	21	16
	300	30	17	20
	400	16	12	35
	500	7,5	5,5	55
	600	4,7	3,3	80
	700	2,9	2	110
2124-T851	-452	102	90	10
	-320	86	79	9
	-112	76	71	8
	-18	73	68	8
	75	70	64	9
	212	66	61	9
	300	54	49	13
	400	27	20	28
	500	11	8	60
	600	7,5	6	75
	700	5,5	4,1	100
2218-T61	-320	72	52	15
	-112	61	42	14
	-18	59	44	13
	75	59	44	13
	212	56	42	15
	300	41	35	17
	400	22	16	30
	500	10	6	70
	600	5,5	3	85
	700	4	2,5	100

Продолжение таблицы 4

Марка сплава и профиля	Температура, °Ф	Прочность при растяжении 1000 фунтов на кв. дюйм		Удлинение на 2 дюйма, %
		Предел прочности при растяжении	Предел текучести	
2219-T62	-320	73	49	16
	-112	63	44	13
	-18	60	42	12
	75	58	40	12
	212	54	37	14
	300	45	33	17
	400	34	25	20
	500	27	20	21
	600	10	8	40
	700	4.4	3.7	75
2219-T81, T8551	-320	83	61	15
	-112	71	54	13
	-18	69	52	12
	75	66	50	12
	212	60	47	15
	300	49	40	17
	400	36	29	20
	500	29	23	21
	600	7	6	55
	700	4.4	3.7	75
2618-T61	-320	78	61	12
	-112	67	55	11
	-18	64	54	10
	75	64	54	10
	212	62	54	10
	300	50	44	14
	400	32	26	24
	500	13	9	50
	600	7.5	4.5	80
	700	5	3.5	120
3003-0	-320	33	8.5	46
	-112	20	7	42
	-18	17	6.5	41
	75	16	6	40
	212	13	5.5	43
	300	11	5	47
	400	8.5	4.3	60
	500	6	3.4	65
	600	4	2.4	70
	700	2.8	1.8	70
3003-H14	-320	35	25	30
	-112	24	22	18
	-18	22	21	16
	75	22	21	16
	212	21	19	16

Продолжение таблицы 4

Марка сплава и профиля	Температура, °Ф	Прочность при растяжении 1000 фунтов на кв. дюйм		Удлинение на 2 дюйма, %
		Предел прочности при растяжении	Предел текучести	
3003-Н14	300	18	16	16
	400	14	9	20
	500	7,5	4	60
	600	4	2,4	70
	700	2,8	1,8	70
3003-Н18	-320	41	33	23
	-112	32	29	11
	-18	30	28	10
	75	29	27	10
	212	26	21	10
	300	23	16	11
	400	14	9	18
	500	7,5	4	60
	600	4	2,4	70
	700	2,8	1,8	70
3004-0	-320	42	13	38
	-112	28	11	30
	-18	26	10	26
	75	26	10	25
	212	26	10	25
	300	22	10	35
	400	14	9,5	55
	500	10	7,5	70
	600	7,5	5	80
	700	5	3	90
3004-Н34	-320	52	34	26
	-112	38	30	16
	-18	36	29	13
	75	35	29	12
	212	34	29	13
	300	28	25	22
	400	21	15	35
	500	14	7,5	55
	600	7,5	5	80
	700	5	3	90
3004-Н38	-320	58	43	20
	-112	44	38	10
	-18	42	36	7
	75	41	36	6
	212	40	36	7
	300	31	27	15
	400	22	15	30
	500	12	7,5	50
	600	7,5	5	80
	700	5	3	90

Продолжение таблицы 4

Марка сплава и профиля	Температура, °Ф	Прочность при растяжении 1000 фунтов на кв. дюйм		Удлинение на 2 дюйма, %
		Предел прочности при растяжении	Предел текучести	
4032-T6	-320	66	48	11
	-112	58	46	10
	-18	56	46	9
	75	55	46	9
	212	50	44	9
	300	37	33	9
	400	13	9	30
	500	8	5,5	50
	600	5	3,2	70
	700	3,4	2	90
5050-0	-320	37	10	..
	-112	22	8,5	..
	-18	21	8	..
	75	21	8	..
	212	21	8	..
	300	19	8	..
	400	14	7,5	..
	500	9	6	..
	600	6	4,2	..
	700	3,9	2,6	..
5050-H34	-320	44	30	..
	-112	30	25	..
	-18	28	24	..
	75	28	24	..
	212	28	24	..
	300	25	22	..
	400	14	7,5	..
	500	9	6	..
	600	6	4,2	..
	700	3,9	2,6	..
5050-H38	-320	46	36	..
	-112	34	30	..
	-18	32	29	..
	75	32	29	..
	212	31	29	..
	300	27	25	..
	400	14	7,5	..
	500	9	6	..
	600	6	4,2	..
	700	3,9	2,6	..
5052-0	-320	44	16	46
	-112	29	13	35
	-18	28	13	32
	75	28	13	30
	212	28	13	36

Продолжение таблицы 4

Марка сплава и профиля	Температура, °Ф	Прочность при растяжении 1000 фунтов на кв. дюйм		Удлинение на 2 дюйма, %
		Предел прочности при растяжении	Предел текучести	
5052-0	300	23	13	50
	400	17	11	60
	500	12	7,5	80
	600	7,5	5,5	110
	700	5	3,1	130
5052-H34	-320	55	36	28
	-112	40	32	21
	-18	38	31	18
	212	38	31	18
	300	30	27	27
	400	24	15	45
	500	12	7,5	80
	600	7,5	5,5	110
	700	5	3,1	130
5052-H38	-320	60	44	25
	-112	44	38	18
	-18	42	37	15
	75	42	37	14
	212	40	36	16
	300	34	28	24
	400	25	15	45
	500	12	7,5	80
	600	7,5	5,5	110
	700	5	3,1	130
5083-0	-320	59	24	36
	-112	43	21	30
	-18	42	21	27
	75	42	21	25
	212	40	21	36
	300	31	19	50
	400	22	17	60
	500	17	11	80
	600	11	7,5	110
	700	6	4,2	130
5086-0	-320	55	19	46
	-112	39	17	35
	-18	38	17	32
	75	38	17	30
	212	38	17	36
	300	29	16	50
	400	22	15	60
	500	17	11	80
	600	11	7,5	110
	700	6	4,2	130

Продолжение таблицы 4

Марка сплава и профиля	Температура, °Ф	Прочность при растяжении 1000 фунтов на кв. дюйм		Удлинение на 2 дюйма, %
		Предел прочности при растяжении	Предел текучести	
5154-0	-320	52	19	46
	-112	36	17	35
	-16	35	17	32
	75	35	17	30
	212	35	17	36
	300	29	16	50
	400	22	15	60
	500	17	11	80
	600	11	7,5	110
	700	6	4,2	130
5254-0	-320	52	19	46
	-112	36	17	35
	-18	35	17	32
	75	35	17	30
	212	35	17	36
	300	29	16	50
	400	22	15	60
	500	17	11	80
	600	11	7,5	110
	700	6	4,2	130
5454-0	-320	54	19	39
	-112	37	17	30
	-18	36	17	27
	75	36	17	25
	212	36	17	31
	300	29	16	50
	400	22	15	60
	500	17	11	80
	600	11	7,5	10
	700	6	4,2	30
5454-H32	-320	59	36	32
	-112	42	31	23
	-18	41	30	20
	75	40	30	18
	212	39	29	20
	300	32	26	37
	400	25	19	45
	500	17	11	80
	600	11	7,5	110
	700	6	4,2	130
5454-H34	-320	63	41	30
	-112	46	36	21
	-18	44	35	18
	75	44	35	16
	212	43	34	18

Продолжение таблицы 4

Марка сплава и профиля	Температура, °Ф	Прочность при растяжении 1000 фунтов на кв. дюйм		Удлинение на 2 дюйма, %
		Предел прочности при растяжении	Предел текучести	
5454-Н34	300	34	28	32
	400	26	19	45
	500	17	11	80
	600	11	7,5	110
	700	6	4,2	130
5456-0	-320	62	26	32
	-112	46	23	25
	-18	45	23	22
	75	45	23	20
	212	42	22	31
	300	31	20	50
	400	22	17	60
	500	17	11	80
	600	11	7,5	110
	700	6	4,2	130
5652-0	-320	44	16	46
	-112	29	13	35
	-18	28	13	32
	75	28	13	30
	212	28	13	30
	300	23	13	50
	400	17	11	60
	500	12	7,5	80
	600	7,5	5,5	110
	700	5	3,1	130
5652-Н34	320	55	36	28
	-112	40	32	21
	-18	38	31	18
	75	38	31	16
	212	38	31	18
	300	30	27	27
	400	24	15	45
	500	12	7,5	80
	600	7,5	5,5	110
	700	5	3,1	130
5652-Н38	-320	60	44	25
	-112	44	38	18
	-18	42	37	15
	75	42	37	14
	212	40	36	16
	300	34	28	24
	400	25	15	45
	500	12	7,5	80
	600	7,5	5,5	110
	700	5	3,1	130

Продолжение таблицы 4

Марка сплава и профиля	Температура, °Ф	Прочность при растяжении 1000 фунтов на кв. дюйм		Удлинение на 2 дюйма, %
		Предел прочности при растяжении	Предел текучести	
6053-T6, T651	75	37	32	13
	212	32	28	13
	300	25	24	13
	400	13	12	25
	500	5,5	4	70
	600	4	2,7	80
	700	2,9	2	90
6061-T6, T651	-320	60	47	22
	-112	49	42	18
	-18	47	41	17
	75	45	40	17
	212	42	38	18
	300	34	31	20
	400	19	15	28
	500	7,5	5	60
	600	4,6	2,7	85
	700	5	1,8	95
6063-T1	-320	34	16	44
	-112	26	15	36
	-18	24	14	34
	75	22	13	33
	212	22	14	18
	300	21	15	20
	400	9	6,5	40
	500	74,5	3,5	75
	600	3,2	2,5	80
	700	2,3	2	105
6063-T5	-320	37	24	28
	-112	29	22	24
	-18	28	22	23
	75	27	21	22
	212	24	20	18
	300	20	18	20
	400	9	6,5	40
	500	4,5	3,5	75
	600	3,2	2,5	80
	700	2,3	2	105
6063-T6	-320	47	36	24
	-112	38	33	20
	-18	36	32	19
	75	35	31	18
	212	31	28	15
	300	21	20	20
	400	9	6,5	40
	500	4,5	3,5	75

Продолжение таблицы 4

Марка сплава и профиля	Температура, °Ф	Прочность при растяжении 1000 фунтов на кв. дюйм		Удлинение на 2 дюйма, %
		Предел прочности при растяжении	Предел текучести	
6063-T6	600	3,3	2,5	80
	700	2,3	2	105
6101-T6	-320	43	33	24
	-112	36	30	20
	-18	34	29	19
	75	32	28	19
	212	28	25	20
	300	21	19	20
	400	10	7	40
	500	4,8	3,3	80
	600	3	2,3	100
	700	2,5	1,8	105
6151-T6	-320	57	50	20
	-112	50	46	17
	-18	49	45	17
	75	48	43	17
	212	43	40	17
	300	28	27	20
	400	14	12	30
	500	6,5	5	50
	600	5	3,9	43
	700	4	3,2	35
6262-T651	-320	60	47	22
	-112	49	42	18
	-18	47	41	17
	75	45	40	17
	212	42	38	18
	300	34	31	20
6262-T9	-320	74	67	14
	-112	62	58	10
	-18	60	56	10
	75	58	55	10
	212	53	52	10
	300	38	37	14
	400	15	13	34
	500	8,5	6	48
	600	4,6	2,7	85
	700	3	1,8	95
7075-T6, T651	-320	102	92	9
	-112	90	79	11
	-18	86	75	11
	75	83	73	11
	212	70	65	14
	300	31	27	30
	400	16	13	55

Продолжение таблицы 4

Марка сплава и профиля	Температура, °Ф	Прочность при растяжении 1000 фунтов на кв. дюйм		Удлинение на 2 дюйма, %
		Предел прочности при растяжении	Предел текучести	
7075-T6, T651	500	11	9	65
	600	8	6,5	70
	700	6	4,6	70
7075-T73, T7351	-320	92	72	14
	-112	79	67	14
	-18	76	65	13
	75	63	58	15
	212	22	14	18
	300	31	27	30
	400	16	13	55
	500	11	9	65
	600	8	6,5	70
	700	6	4,6	70
7175-T74	-320	106	98	13
	-112	90	83	14
	-18	87	80	16
	212	72	69	17
	300	35	31	30
	400	16	13	65
7178-T6, T651	-320	106	94	5
	-112	94	84	8
	-18	91	81	9
	75	88	78	11
	212	73	68	14
	300	31	27	40
	400	15	12	70
	500	11	9	76
	600	8,5	7	80
	700	2,3	2	105
7178-T76, T7651	-320	106	89	10
	-112	91	78	10
	-18	88	76	10
	75	83	73	11
	212	69	64	17
	300	31	27	40
	400	15	12	70
	500	11	9	76
	600	8,5	7	80
	700	6,5	5,5	80
7475-T61 Лист	-320	99	87	10
	-112	88	79	12
	-18	84	75	12
	75	80	72	12
	212	70	65	14
	300	30	26	28

Окончание таблицы 4

Марка сплава и профиля	Температура, °Ф	Прочность при растяжении 1000 фунтов на кв. дюйм		Удлинение на 2 дюйма, %
		Предел прочности при растяжении	Предел текучести	
7475-T61 Лист	400	14	11	55
	500	9,5	7	70
	600	6,5	5,5	80
	700	54	3,8	85
7475-T761 Лист	-320	95	82	11
	-112	84	73	12
	-18	80	70	12
	75	76	67	12
	212	64	61	14
	300	30	26	38
	400	14	11	55
	500	9,5	7	70
	600	6,5	5,5	80
	700	5	3,8	85

Источник: Aluminum Association, Aluminum Standard and Data, Tenth Edition, 900 19th St, N. W. Washington, D. C., 1990).

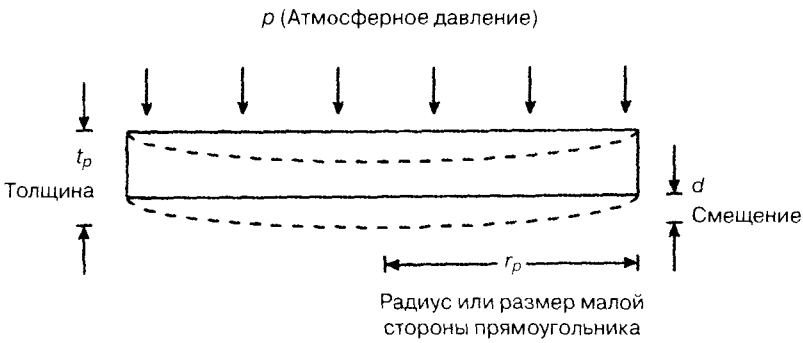
Примечание: вышеуказанные значения приводятся только с целью сравнения. Фактические характеристики отличаются. Для преобразования табличных значений, указанных в 1000 фунтов на кв. дюйм, в кгс/мм², нужно их умножить на 0,7045. Для перевода градусов Фаренгейта в градусы Цельсия воспользуйтесь формулой: °C = (5/9)(°F - 32).

Плоские плиты

Толщина плоских плит обычно определяется максимальным допустимым отклонением (рис. 9) и может аппроксимироваться в следующем виде [48]:

$$t_p = \left[\frac{k p r_p^4}{E d} \right]^{1/3}, \tag{2}$$

где t_p — толщина плиты; $k=0,696$ в растянутом состоянии, $k=0,171$ в сжатом состоянии; p — атмосферное давление; r_p — радиус круглой плиты или размер малой стороны прямоугольной



Должны ограничивать отклонение до приемлемого уровня

Рис. 9. Определение толщины плоской плиты

плиты; E — модуль упругости, для алюминия $E = 7,470 \text{ кгс/мм}^2$, для коррозионностойкой стали $E = 19,700 \text{ кгс/мм}^2$; d — допустимое смещение.

Цилиндры

Стенки цилиндра могут быть значительно тоньше плоских плит. Основным режимом отказа цилиндров, находящихся под внешним давлением, является коробление вследствие неустойчивости больших, не имеющих опору поверхностей. (Толщина стенок цилиндров с внутренним давлением должна выдерживать напряжения ниже предела прочности на растяжение — см. ниже.)

Теоретическая толщина, необходимая для предотвращения коробления в цилиндрах, длина которых больше критической $l_c = 1,11 d_c (d_c/t_c)^{0,5}$ (рис. 10), равняется [49]

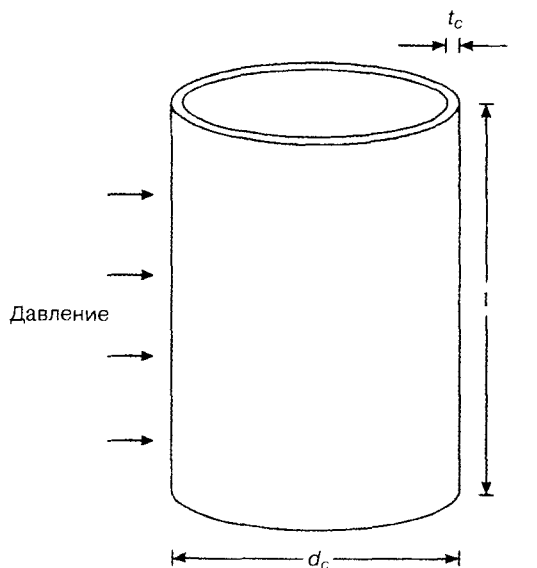
$$t_c = d_c \left[\frac{P(1-m^2)}{2E} \right]^{1/3}, \quad (3)$$

где t_c — толщина стенки цилиндра; d_c — наружный диаметр цилиндра; p — давление (как правило, 4 атм. для безопасности); m — коэффициент Пуассона (приблизительно 0,3 как для Al, так и для коррозионностойкой стали); E — напряжение/деформация при фактической рабочей точке (модуль упругости); l — длина цилиндра или расстояние между опорными ребрами.

Для цилиндров длиной l меньше l_c толщина аппроксимируется с помощью следующей эмпирической формулы, предложенной Браунеллом (в любой последовательной системе единиц) [50]:

$$t_c = 0,697 \left[\frac{P}{E} \right]^{0,402} d_c^{0,585} l^{0,414}. \quad (4)$$

Рис. 10. Определение толщины стенки цилиндра



Должна быть достаточной для устойчивости и отсутствия коробления на больших, не имеющих опору поверхностях (при действии наружного давления)

Таблица 5. Предельное содержание элементов в алюминиевых сплавах, обработанных давлением

Марка	Кремний	Железо	Мель	Марганец	Магний	Хром	Никель	Цинк	Титан	Прочие(22)		Алюминий мин. (4)
										Каждый (20)	Итого (3)	
1050	0,25	0,40	0,05	0,05	0,05	0,05	0,03	0,03 (9)	..	99,50
1060	0,25	0,35	0,05	0,03	0,03	0,05	0,03	0,03 (9)	..	99,60
1100	0,95 Si+Fe	0,05—0,20	0,05	0,05	0,10	..	0,05 (16)	0,15	99,00
1145(8)	0,55 Si+Fe	0,05	0,06	0,06	0,06	0,05	0,03	0,03 (9)	..	99,45
1175(7)	0,15 Si+Fe	0,10	0,02	0,02	0,02	0,04	0,02	0,02 (19)	..	99,75
1200	1,00 Si-Fe	0,05	0,05	0,05	0,10	0,05	0,05	0,15	99,00
1230(7)	0,70 Si+Fe	0,10	0,05	0,05	0,05	0,10	0,03	0,03 (9)	..	99,30
1235	0,65 Si+Fe	0,05	0,05	0,05	0,05	0,10	0,06	0,03 (9)	..	99,35
1345	0,03	0,40	0,10	0,05	0,05	0,05	0,03	0,03 (9)	..	99,45
1350(6)	0,10	0,40	0,05	0,01	..	0,01	..	0,05	..	0,03 (13)	0,10	99,50
2011	0,40	0,7	5,0—6,0	0,30	..	0,05 (10)	0,15	Остальное
2014	0,05—1,2	0,7	3,9—5,0	0,40—1,2	0,20—0,8	0,10	..	0,25	0,15	0,05	0,15	Остальное
2017	0,20—0,8	0,7	3,5—4,5	0,40—1,0	0,40—0,8	0,10	..	0,25	0,15	0,05	0,15	Остальное
2018	0,9	1,0	3,5—4,5	0,20	0,45—0,9	0,10	1,7—2,3	0,25	..	0,05	0,15	Остальное
2024	0,50	0,50	3,8—4,9	0,30—0,9	1,2—1,8	0,10	..	0,25	0,15	0,05	0,15	Остальное
2025	0,50—1,2	1,0	3,9—5,0	0,40—1,2	0,05	0,10	..	0,25	0,15	0,05	0,15	Остальное
2036	0,50	0,50	2,2—3,0	0,10—1,40	0,30—0,6	0,10	..	0,25	0,15	0,05	0,15	Остальное
2117	0,8	0,7	2,2—3,0	0,20	0,20—0,50	0,10	..	0,25	..	0,05	0,15	Остальное
2124	0,20	0,30	3,8—4,9	0,30—0,9	1,2—1,8	0,10	..	0,25	0,15	0,05	0,15	Остальное
2218	0,9	1,0	3,5—4,5	0,20	1,2—1,8	0,10	1,7—2,3	0,25	..	0,05	0,15	Остальное
2219	0,20	0,30	5,8—6,8	0,20—0,40	0,02	0,10	0,02—0,10	0,05 (18)	0,15	Остальное
2219	0,20	0,30	5,8—6,8	0,20—0,40	0,02	0,10	0,10—0,20	0,05 (18)	0,15	Остальное
2618	0,10—0,25	0,9—1,3	1,9—2,7	..	1,3—1,8	..	0,9—1,2	0,10	0,04—0,10	0,05	0,15	Остальное
3003	0,6	0,7	0,05—0,20	1,0—1,5	0,10	..	0,05	0,15	Остальное
3004	0,30	0,7	0,25	1,0—1,5	0,8—1,3	0,25	..	0,05	0,15	Остальное
3005	0,6	0,7	0,30	1,0—1,5	0,20—0,6	0,10	..	0,25	0,10	0,05	0,15	Остальное
3105	0,6	0,7	0,30	0,30—0,8	0,20—0,8	0,20	..	0,40	0,10	0,05	0,15	Остальное

Продолжение таблицы 5

Марка	Кремний	Железо	Мель	Марганец	Магний	Хром	Никель	Цинк	Титан	Прочие(22)		Алюминий мин. (4)
										Каждый (20)	Итого (3)	
4032	11,0—13,5	1,0	0,50—1,3	..	0,8—1,3	0,10	0,50—1,3	0,25	..	0,05	0,15	Остальное
4043	4,5—6,0	0,8	0,30	0,05	0,05	0,10	0,20	0,05(16)	0,15	Остальное
4045(11)	9,0—11,0	0,8	0,30	0,05	0,05	0,10	0,20	0,05	0,15	Остальное
4047(11)	11,0—13,0	0,8	0,30	0,15	0,10	0,20	..	0,05(16)	0,15	Остальное
4145(11)	9,3—10,7	0,8	3,3—4,7	0,15	0,15	0,15	..	0,20	..	0,05(16)	0,15	Остальное
4343(11)	6,8—8,2	0,8	0,25	0,10	0,20	..	0,05	0,15	Остальное
5005	0,30	0,7	0,20	0,20	0,50—1,1	0,10	..	0,25	..	0,05	0,15	Остальное
5050	0,40	0,7	0,20	0,10	1,1—1,8	0,10	..	0,25	..	0,05	0,15	Остальное
5052	0,25	0,40	0,10	0,10	2,2—2,8	0,15—0,35	..	0,10	..	0,05	0,15	Остальное
5056	0,30	0,40	0,10	0,05—0,20	4,5—5,6	0,05—0,20	..	0,10	..	0,05	0,15	Остальное
5083	0,40	0,40	0,10	0,40—1,0	4,0—4,9	0,06—0,25	..	0,25	0,15	0,05	0,15	Остальное
5086	0,40	0,50	0,10	0,20—0,7	3,5—4,5	0,05—0,25	..	0,25	0,15	0,05	0,15	Остальное
5086	0,40	0,50	0,10	0,20—0,7	3,5—4,5	0,05—0,25	..	0,25	0,15	0,05	0,15	Остальное
5154	0,25	0,40	0,10	0,10	3,1—3,9	0,15—0,36	..	0,20	0,20	0,05	0,15	Остальное
5183	0,40	0,40	0,10	0,50—1,0	4,3—5,2	0,05—0,25	..	0,25	0,15	0,05(16)	0,15	Остальное
5252	0,08	0,10	0,10	0,10	2,2—2,8	0,05	..	0,03(9)	0,10	Остальное
5254	0,45 Si+Fe	0,05	0,05	0,01	3,1—3,9	0,15—0,35	..	0,20	0,05	0,05	0,15	Остальное
5356	0,25	0,40	0,10	0,05—0,20	4,5—5,5	0,05—0,20	..	0,10	0,06—0,20	0,05(16)	0,15	Остальное
5454	0,25	0,40	0,10	0,50—1,0	2,4—3,0	0,05—0,20	..	0,25	0,20	0,05	0,15	Остальное
5456	0,25	0,40	0,10	0,50—1,0	4,7—5,5	0,05—0,20	..	0,25	0,20	0,05	0,15	Остальное
5457	0,08	0,10	0,20	0,15—0,45	0,8—1,2	0,05	..	0,03(9)	0,10	Остальное
5554	0,25	0,40	0,10	0,50—1,0	2,4—3,0	0,05—0,20	..	0,25	0,05—0,20	0,05(16)	0,15	Остальное
5556	0,25	0,40	0,10	0,50—1,0	4,7—5,5	0,05—0,20	..	0,25	0,05—0,20	0,05(16)	0,15	Остальное
5652	0,40 Si+Fe	0,04	0,04	0,01	2,2—2,8	0,15—0,35	..	0,10	..	0,05	0,15	Остальное
5654	0,45 Si+Fe	0,05	0,05	0,01	3,1—3,9	0,15—0,35	..	0,20	0,05—0,15	0,05(16)	0,15	Остальное
5667	0,08	0,10	0,10	0,03	0,6—1,0	0,05	..	0,02(19)	0,05	Остальное
6003(7)	0,35—1,0	0,6	0,10	0,8	0,8—1,5	0,35	..	0,20	0,10	0,05	0,15	Остальное
6005	0,6—0,9	0,35	0,10	0,10	0,40—0,6	0,10	..	0,10	0,10	0,05	0,15	Остальное
6053	(15)	0,35	0,10	..	1,1—1,4	0,15—0,35	..	0,10	..	0,05	0,15	Остальное
6061	0,40—0,8	0,7	0,15—0,40	0,15	0,8—1,2	0,04—0,35	..	0,25	0,15	0,05	0,15	Остальное

Окончание таблицы 5

Марка	Кремний	Железо	Медь	Марганец	Магний	Хром	Никель	Цинк	Титан	Прочие(22)		Алюминий мин. (4)
										Каждый (20)	Итого (3)	
6063	0,20–0,6	0,35	0,10	0,10	0,45–0,9	0,10	..	0,10	0,10	0,05	0,15	Остальное
6066	0,90–1,8	0,50	0,7–1,2	0,6–1,1	0,8–1,4	0,40	..	0,25	0,20	0,05	0,15	Остальное
6070	1,0–1,7	0,50	0,15–0,40	0,40–1,0	0,50–1,2	0,10	..	0,25	0,15	0,05	0,15	Остальное
6101 (12)	0,30–0,7	0,50	0,10	0,03	0,35–0,8	0,03	..	0,10	..	0,03(17)	0,10	Остальное
6105	0,6–1,0	0,35	0,10	0,10	0,45–0,8	0,10	..	0,10	0,10	0,05	0,15	Остальное
6151	0,6–1,2	1,0	0,35	0,20	0,45–0,8	0,15–0,35	..	0,25	0,15	0,05	0,15	Остальное
6162	0,40–0,8	0,50	0,20	0,10	0,7–1,1	0,10	..	0,25	0,10	0,05	0,15	Остальное
6201	0,50–0,9	0,50	0,10	0,03	0,6–0,9	0,03	..	0,10	..	0,03(17)	0,10	Остальное
6253(7)	(15)	0,50	0,10	..	1,0–1,5	0,04–0,35	..	1,6–2,4	..	0,05	0,15	Остальное
6262	0,40–0,8	0,7	0,15–0,40	0,15	0,8–1,2	0,04–0,14	..	0,25	0,15	0,05(5)	0,15	Остальное
6351	0,7–1,3	0,50	0,10	0,40–0,8	0,40–0,8	0,20	0,20	0,05	0,15	Остальное
6463	0,20–0,6	0,15	0,20	0,05	0,45–0,9	0,05	..	0,05	0,15	Остальное
6951	0,20–0,50	0,8	0,15–0,40	0,10	0,40–0,8	0,20	..	0,05	0,15	Остальное
7005	0,35	0,40	0,10	0,20–0,7	1,0–1,8	0,06–0,20	..	4,0–5,0	0,01–0,06	0,05(14)	0,15	Остальное
7008	0,10	0,10	0,05	0,05	0,7–1,4	0,12–0,25	..	4,5–5,5	0,05	0,05	0,10	Остальное
7049	0,25	0,35	0,12–1,9	0,20	2,0–2,9	0,10–0,22	..	7,2–8,2	0,10	0,05	0,15	Остальное
7050	0,12	0,15	2,0–2,6	0,10	1,9–2,6	0,04	..	5,7–6,7	0,06	0,05(21)	0,15	Остальное
7072(7)	0,7 Si+Fe		0,10	0,10	0,10	0,8–1,3	..	0,05	0,15	Остальное
7075	0,40	0,50	1,2–2,0	0,30	2,1–2,9	0,18–0,28	..	5,1–6,1	0,20	0,05	0,15	Остальное
7175	0,15	0,20	1,2–2,0	0,10	2,1–2,9	0,18–0,28	..	5,1–6,1	0,10	0,05	0,15	Остальное
7178	0,40	0,50	1,6–2,4	0,30	2,4–3,1	0,18–0,28	..	6,3–7,3	0,20	0,05	0,15	Остальное
7475	0,10	0,12	1,2–1,9	0,06	1,9–2,6	0,18–0,25	..	5,2–6,2	0,06	0,05	0,15	Остальное
8017	0,10	0,55–0,8	0,10–0,20	..	0,10–0,05	0,05	..	0,03(23)	0,10	Остальное
8030	0,10	0,30–0,8	0,15–0,30	..	0,05	0,05	..	0,03(24)	0,10	Остальное
8176	0,03–0,15	0,40–1,0	0,10	..	0,05(25)	0,15	Остальное
8177	0,10	0,25–0,45	0,04	..	0,04–0,12	0,05	..	0,03(25)	0,10	Остальное

Примечание: здесь приведены марки и предельное содержание элементов в алюминиевых сплавах, зарегистрированных в Алюминиевой ассоциации. Данный перечень не включает все сплавы, зарегистрированные в Алюминиевой ассоциации. Полный перечень зарегистрированных марок содержится в «Регистрационной записи международных обозначений сплавов и предельного содержания элементов в обработанных давлением алюминии и алюминиевых сплавах». Эти перечни составлены Техническим комитетом по стандартам продукции Алюминиевой ассоциации.

- (1) Состав в процентах по весовому максимуму, если не указывается в качестве диапазона или минимума.
- (2) За исключением «алюминия» и «прочих», обычно анализируются элементы, для которых указываются конкретные пределы. Для целей определения соответствия этим пределам наблюдаемая или рассчитанная величина, полученная в результате анализа, округляется до ближайшего целого в последнем правом разряде цифр, используемых в выражении заданного предела в соответствии с Рекомендуемой практикой E 29 Американского общества по испытанию материалов.
- (3) Содержание каждого «прочего» металлов составляет 0,010% или более, выраженное с точностью до второго десятичного знака до определения суммы.
- (4) Содержание алюминия в «чистом алюминии» равняется разности между 100% и суммой всех других металлических элементов, присутствующих в количестве 0,010% или более, выраженного с точностью до второго десятичного знака.
- (5) Также содержит 0,4—0,7% свинца и висмута.
- (6) Электрический проводник. Ранее обозначаемый ЕС.
- (7) Сплав покрытия.
- (8) Фольга.
- (9) Ванадий — максимум 0,05%.
- (10) Также содержит 0,20—0,6% свинца и висмута (каждого).
- (11) Сплав для пайки.
- (12) Проводник-шина.
- (13) Ванадий плюс титан 0,02% максимум; бор — максимум 0,05%; галлий — максимум 0,03%.
- (14) Цирконий 0,08—0,20%.
- (15) Кремний 45—65 % фактического содержания магния.
- (16) Бериллий — максимум 0,0008% только для сварочного электрода и прутка.
- (17) Бор — максимум 0,06 %.
- (18) Ванадий 0,05—0,15%; цирконий 0,10—0,25%.
- (19) Галлий — максимум 0,03 %; ванадий — максимум 0,05 %.
- (20) Кроме тех сплавов, в которых делается ссылка на сноску (16), для любого сплава, используемого в качестве сварочного электрода или прутка, применим сплав с максимальным содержанием бериллия 0,0008 %.
- (21) Цирконий 0,08—0,15%.
- (22) Включает перечисленные элементы, по которым не указывается никакого конкретного предела.
- (23) Бор — максимум 0,04%; литий — максимум 0,003%.
- (24) Бор 0,001—0,04%.
- (25) Галлий — максимум 0,03%.
- (26) Бор — максимум 0,04 %.

Источник: *Aluminum Association, Aluminum Standard and Data*, Tenth Edition, 900 19th St, N. W. Washington, D. C., 1990).

Относительная толщина алюминиевых конструкций по сравнению со стальными конструкциями

Рассмотрение этих формул показывает, что минимальная толщина (t_{AS}) алюминиевых конструкций по сравнению с изделиями из коррозионностойкой стали для одного и того же применения связана с их модулями упругости E следующим образом:

$$t_{AS(\text{плита})} = \left[\frac{E_{SS}}{E_{Al}} \right]^{1/3} = \left[\frac{19,400}{7,470} \right]^{1/3} = 1,37, \quad (5)$$

$$t_{AS}(\text{длинный цилиндр}) = \left[\frac{E_{SS}}{E_{Al}} \right]^{1/3} = 1,37, \quad (6)$$

$$t_{AS}(\text{короткий цилиндр}) = \left[\frac{E_{SS}}{E_{Al}} \right]^{0,402} = 1,47. \quad (7)$$

Таким образом, стенки алюминиевых камер должны быть самое большее на 50% толще стенок камер из коррозионностойкой стали. Часто другие факторы, например конструкционные напряжения или технологичность, могут вызвать необходимость в большей толщине, чем необходимо для того, чтобы просто выдержать перепад вакуума/атмосферного давления. В таких случаях алюминий и коррозионностойкая сталь могут иметь сравнимую толщину.

Максимальные напряжения и деформации

Максимальные напряжения должны рассчитываться так, чтобы прочность материала не была превышена. Эти величины можно аппроксимировать следующим образом.

Напряжение плиты (в сжатом состоянии)

$$\sigma_1 = 0,75 \frac{Pr_p^2}{t_p^2}. \quad (8)$$

Напряжение плиты (в несжатом состоянии)

$$\sigma_2 = 1,24 \frac{Pr_p^2}{t_p^2}. \quad (9)$$

Окружное напряжение цилиндра

$$\sigma_3 = \frac{d_c P}{2t_c}. \quad (10)$$

Радиальное напряжение цилиндра

$$\sigma_4 = P. \quad (11)$$

Осевое напряжение цилиндра (усилие торцевых плит) [52]

$$\sigma_5 = \frac{d_c P}{4t_c}. \quad (12)$$

Для получения значений допустимой деформации данные значения напряжений следует разделить на модуль упругости E .

Плотность и тепловое расширение

Алюминий имеет плотность, которая приблизительно составляет одну треть плотности коррозионностойкой стали: 2,70 против 8,30 т/см³ соответственно [53]. Благодаря этому алюминиевые детали значительно легче и проще для закрепления их на опорах, чем детали, изготовленные из коррозионностойкой стали. Однако следует сделать допущение на тепловое расширение алюминия, которое на 48% больше: микродеформация 23,4 [54] против 15,8 [55] на каждый градус Цельсия соответственно.

4.8.5. Тепловые характеристики алюминия

Тепловые характеристики алюминия заметно отличаются от тепловых характеристик коррозионностойкой стали и обеспечивают значительные преимущества в тех случаях, когда точки перегрева представляют собой проблему или когда камера должна быть быстро нагрета или охлаждена.

4.8.5.1. Тепловые градиенты

Теплота часто концентрируется на стенке камеры посредством источников, в частности, таких как проводимость от горячей детали или посредством излучения от ближайшей горячей нити. Избыточное газовыделение и риски, вызванные высокими температурами в этих точках, значительно сокращаются в результате использования алюминия, поскольку он обладает теплопроводностью, в 10 раз превышающей теплопроводность коррозионностойкой стали. Так, повышение температуры, вызванное локализованным источником теплоты на большой плоской плите в силу только теплопроводности (рис. 11), составляет [56]

$$T_{\text{пов}} = q \frac{\ln\left(\frac{d_2}{d_1}\right)}{2\pi k t}, \quad (13)$$

где $T_{\text{пов}}$ — максимальное повышение температуры в стабильном состоянии; q — количество теплоты; d_2 — диаметр плиты при комнатной температуре; d_1 — диаметр источника теплоты (точка перегрева); k — теплопроводность; $k_{\text{Al}} = 206$, $k_{\text{сталь}} = 16,2$ Вт/м · °С; t — толщина плиты.

Для целей сравнения посредством вышеуказанной формулы 10 Вт теплоты от сквозного соединения диаметром 6 мм (0,25 дюйма) на плите диаметром 1 м, толщиной 1 мм будет создавать повышение температуры на 6,6 °С в алюминии и на 83,8 °С в коррозионностойкой стали. Повышение температуры пропорционально мощности и может стать значительным даже при средних тепловых нагрузках.

4.8.5.2. Поглощение теплового излучения

Алюминий интенсивно отражает падающее тепловое излучение. Он обладает коэффициентом лучеиспускания в пределах от 0,04 до 0,07 по сравнению с 0,3—0,7 у коррозионностойкой стали [57]. В замкнутой системе вся отраженная теплота в конечном итоге поглощается, но в алюминиевых камерах она имеет тенденцию равномерно распределяться, а не сосредотачиваться вокруг первоначального источника.

Однако теплота может сосредотачиваться на неалюминиевых поверхностях с высокой излучательной способностью, если они имеют значительные открытые поперечные сечения.

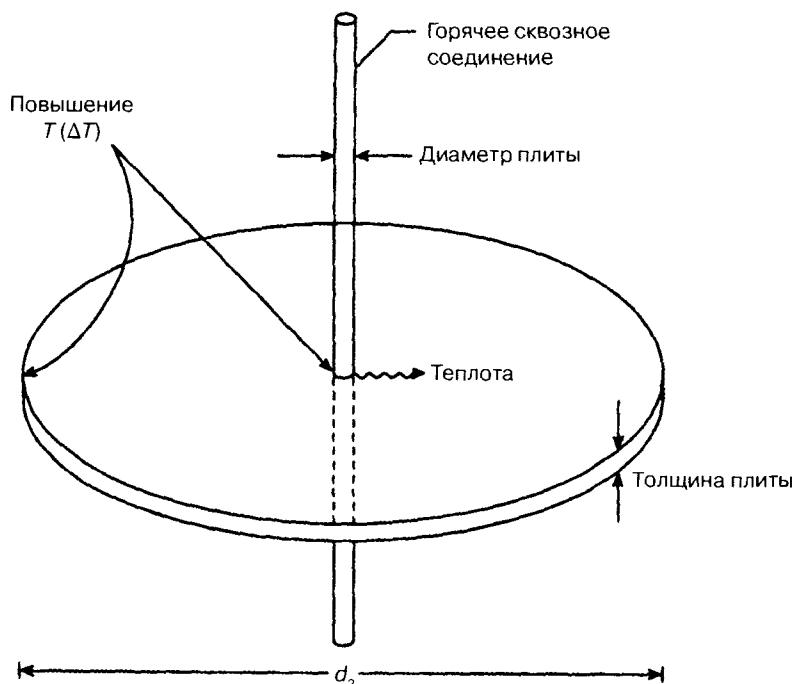


Рис. 11. Повышение температуры, вызванное точечным источником

4.8.5.3. Тепловая постоянная времени

Из-за своей высокой теплопроводности алюминиевая камера может равномерно нагреваться и охлаждаться за гораздо меньшее время, чем требуется камере из коррозионностойкой стали. Тепловая постоянная времени цилиндрической системы, обмотанной трубками, по которым идет нагревательная/охлаждающая жидкость (рис. 12), может быть рассчитана следующим образом:

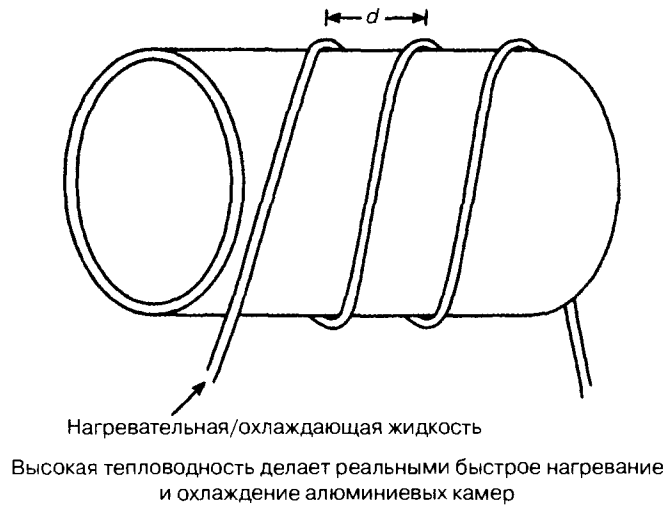
$$TC = \frac{d^2 C_p D}{8k}, \quad (14)$$

где TC — тепловая постоянная времени; d — расстояние между нагревательными/охлаждающими трубками; C_p — удельная теплоемкость: $C_{pAl} = 870$, $C_{pSS} = 460$ Вт·с/кг·°C; D — плотность: $D_{Al} = 2,70$, $D_{SS} = 8,03$ г/см³; k — теплопроводность: $k_{Al} = 206$, $k_{SS} = 16,2$ Вт/м·°C.

Здесь делается допущение о том, что толщина камеры постоянная и приближается к распределенному характеру теплоемкости и проводимости сосредоточенной массы в конце теплового сопротивления, соответствующего половине максимального расстояния от нагревательной жидкости. Это остается предположением и не является точным прогнозом. В целях сравнения если трубки нагрева/охлаждения находятся на расстоянии 20 см (8 дюймов) друг от друга, тепловые постоянные времени алюминия и коррозионностойкой стали составляют 1 мин. и 19 мин. соответственно.

Малая величина тепловой постоянной времени алюминиевых систем позволяет проводить быструю термическую обработку, поскольку (см. рис. 1) из алюминия активно выделяются газы при температурах, соответствующих одной постоянной времени (102 °C).

Рис.12. Тепловая постоянная времени



4.8.6. Коррозионные свойства алюминия

И алюминий, и коррозионностойкая сталь разрушаются в среде реактивных газов и имеют ограниченный срок службы. Зачастую практические различия являются минимальными, так что выбор материала основывается на других соображениях. Например, во время многих процессов производства полупроводников происходит взаимодействие со стенками камеры, в результате которого образуются частицы или пары. В таких случаях алюминий в значительно меньшей степени представляет собой проблему загрязнения по сравнению с тяжелыми металлами в камерах из коррозионностойкой стали.

4.8.6.1. Рекомендуемый подход к прогнозированию действия коррозии

Коррозия металлов происходит посредством различных химических механизмов, при этом процесс настолько сложный и трудный для его характеристики, что точные обобщения являются почти невозможными. Тем не менее конструктор может использовать опубликованные данные по коррозии и базовое понимание ее механизмов для того, чтобы сделать разумный прогноз. Эффективность работы затем должна быть подтверждена путем испытаний в реальных условиях эксплуатации. Опубликованные скорости коррозии алюминия и коррозионностойкой стали в среде наиболее химически активных газов приводятся в табл. 6 [58—79].

4.8.6.2. Принципы экстраполяции опубликованных данных

Воздействия других коррозионных газов, как правило, ниже, чем у галогенов. Главный механизм газовой коррозии предполагает, что слой оксида функционирует в качестве полупроводника. Ионы металла и электроны диффундируют через этот слой к поверхности, где они реагируют с адсорбированным коррозионным газом. Оксидный слой разрастается на внешней поверхности, а не на стыке с базовым металлом. Этот процесс диффузии, по всей видимости, является в большинстве случаев этапом, ограничивающим скорость. Это активированный процесс, увеличивающийся в зависимости от температуры, но уменьшающийся в зависимости от толщины оксидного слоя [80].

Присутствие влаги приводит в действие электрохимические и кислотно-щелочные механизмы, которые обычно увеличивают чистую скорость коррозии. Однако это не всегда так,

Таблица 6. Скорости коррозии алюминия и коррозионностойкой стали

Коррозионный газ	Скорость коррозии алюминия	Скорость коррозии коррозионностойкой стали
Атмосферные газы	Для большинства сплавов: менее 0,1 мм/год с уменьшением до постоянного значения, равного 0,003 мм/год после 6 месяцев — 2 лет в наиболее тяжелых условиях расположения на морском побережье [58]. (Серии сплавов 2000 и 7000 корродируют со скоростью в 2—3 больше этой скорости [59])	Крайне низкая [60]
Хлор	Для сплава 1100 [61]: менее 0,5 мм/год при 120 °С, в сухом виде <0,5 мм/год при 130 °С, при влажности 0,06% менее 0,5 мм/год при 200 °С, при влажности 1,5% менее 0,5 мм/год при 545 °С, при влажности 30% сплавы Al-Mg: скорость ниже [62] Сплавы Al-Si: скорость в 2 раза выше [63]	Для 304: 0,3 мм/год при 100 °С, сухое состояние 0,76 мм/год при 290 °С, сухое состояние 1,5 мм/год при 315 °С, сухое состояние 30,5 мм/год при 40 °С, влажность 0,4% [64] Для 316: температуры несколько выше [65]
Фтор	Для сплава 1100: менее 0,05 мм/год до 215 °С, в сухом состоянии менее 0,5 мм/год до 240 °С, в сухом состоянии [66] Образуется долговечный защитный оксидный слой [67] Влажность в значительной степени ускоряет коррозию [68] 2024 и 5224: 0,01 мм/год при 547 °С (200X выше для серии 1000) [69] Сплавы Al-Si: более низкая скорость [70]	Для 304: менее 0,05 мм/год при 210 °С, в сухом состоянии менее 0,5 мм/год при 249 °С, в сухом состоянии [71] Влажность в значительной степени ускоряет коррозию [72] Для 316: температуры несколько выше [73]
Хлорид водорода	Коррозионный. Однако алюминий все-таки использовался для работы с сухим газом HCl при 288 °С [74]	Менее 0,05 мм/год до 293 °С, в сухом виде (304, 316) [75]
Фторид водорода	менее 0,5 мм/год до 49 °С, в сухом виде [76] менее 4,9 мм/год до 500 °С, в сухом виде менее 14,6 мм/год до 600 °С, в сухом виде [77]	Менее 0,05 мм/год до 49 °С, в сухом виде менее 0,05 мм/год до 204 °С, в сухом виде [78] 13,4 мм/год при 600 °С, в сухом виде [79]

например, влажность значительно сокращает хлорную коррозию алюминия при высоких температурах, как показано в табл. 6. Как правило, характеристики транспортного барьера и высокое электрическое удельное сопротивление алюминиевых оксидов имеют тенденцию тормозить электрохимические воздействия влаги. Однако эти оксидные слои подвергаются атаке, если pH падает за пределы диапазона приблизительно от 4 до 8,5 [81]. Имеются указания в литературе о том, что коррозия начинается, когда смесь НХ/влажность будет приближаться к своей точке росы. Например, НВг при 1 атм. с влажностью 300 частей на миллион имеет точку росы при комнатной температуре и вызывает коррозию; когда парциальное давление влажности падает ниже уровня 100 частей на миллион, коррозия прекращается. Однако предсказать температуру точки росы трудно, поскольку, по всей видимости, она положительно коррелируется с парциальным давлением влажности и общим давлением. Опубликованные данные для выполнения подобных расчетов очень ограничены [82].

4.8.6.3. Эмпирический коэффициент коррозионной устойчивости

Для прогноза защиты от коррозии используется эмпирический коэффициент, расчет которого основан на отношении молекулярных масс и плотностей металла и его оксида (соединения). Для существенной защиты от коррозии его значение должно находиться в пределах от 1 до 2. Это может служить в качестве полезного конструкторского инструмента, несмотря на то, что причины этого полностью непонятны [83].

Таким образом, коррозионная защита обеспечивается при условии:

$$1 < \frac{W_{\text{с,м}} G_{\text{м}}}{n W_{\text{м}} G_{\text{с}}} < 2, \quad (15)$$

где $W_{\text{с,м}}$ — молекулярная масса оксида и металла соответственно; $G_{\text{с,м}}$ — плотность оксида и металла соответственно; n — число атомов металла в молекуле оксида.

Этот коэффициент для оксида алюминия (Al_2O_3) составляет

$$(101.94 \cdot 2.70) / (2 \cdot 26.97 \cdot 4.00) = 1.3,$$

что находится в пределах диапазона, где ожидается защита от коррозии, в то время как тот же самый коэффициент для оксида железа (Fe_2O_3) равняется 2.2 [84], который находится за пределами этого диапазона. Оксиды железа (ржавчина), действительно, обеспечивают меньшую защиту, чем оксиды алюминия. Однако они возникают главным образом на углеродистой стали; оксиды никеля/хрома/железа на коррозионностойкой стали обладают высокими защитными свойствами. В целом, несмотря на то, что алюминий является очень активным химически, он быстро образует оксидный слой, обеспечивающий эффективную пассивацию против дальнейшей коррозии.

Одним заметным исключением из предыдущего правила является хлорид алюминия (AlCl_3), имеющий коэффициент 1.8, но обеспечивающий ограниченную защиту, поскольку его высокое давление паров и температура сублимации, равная 178 °C, вызывают быстрое испарение [85]. В противовес этому AlF_3 образуемый фтором, как известно, обладает высокими защитными свойствами [86]. Он плавится при 1197 °K и имеет давление пара только 0,075 мм рт. ст. при 1145 °C [87].

4.8.6.4. Защитные покрытия

Защитные никелевые покрытия, полученные методом химического восстановления, и твердое анодированное покрытие (толстый слой $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) обеспечивают очень эффективную защиту против коррозионного газа при умеренных температурах, хотя последнее имеет тенденцию увеличивать газовыделение в 40 раз. В активированной плазмой хлорной среде эти покрытия являются несколько менее эффективными (в частности никель). Патентованные покрытия Al_2O_3 с высоким процентным содержанием α -фазы, как свидетельствуют источники, фактически исключают коррозию в качестве режима отказа в турбомолекулярных насосах на системах травления реакционной плазмой [88, 89]. Для создания их требуется специальный процесс, так как $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ обычно образуется при температуре выше 800 °C, которая выше точки плавления алюминия.

4.8.7. Сварка алюминия при изготовлении вакуумных камер

Технологии сварки алюминия хорошо отработаны и документированы [90, 91, 92]. Они несколько отличаются от технологий сварки коррозионностойкой стали, но не являются намного более сложными. Главная цель изготовления вакуумных камер заключается в том, чтобы

получить сварные швы, свободные от пористости и трещин, которые могут вызывать пути на-текания или фактические течи. Соображения для конструктивных видов применения, в частности прочность, цвет и коррозионная стойкость, имеют вторичное значение. Сварку алюминия не следует рассматривать в качестве искусства, поскольку механизмы, влияющие на качество сварки, следуют хорошо понимаемым принципам.

4.8.7.1. Предотвращение пористости и дефектов

Водород является главной причиной пористости в сварных швах. Значительно большее количество его может растворяться в расплавленном металле, чем может оставаться растворенным, когда металл охлаждается и отвердевает. По мере выделения водорода из раствора он образует пустоты, соединяющиеся между собой и образующие пути течи. Коэффициент растворимости водорода в расплавленном/твердом металле для алюминия в 36 раз выше, чем у железа. В результате этого сварные швы алюминия становятся значительно более чувствительными к этому источнику пористости, чем сварочные швы коррозионностойкой стали [93]. Главными источниками водорода являются влага, углеводороды и гидроксиды на поверхности и в окружающей атмосфере. К счастью, относительно простые и практические меры способны сократить эти воздействия в достаточной степени для того, чтобы получить хорошие сварочные швы для сверхвысокого вакуума.

Постоянно следует надевать перчатки, так как кожные выделения вызывают значительное загрязнение. Масла и отпечатки пальцев можно удалять с обрабатываемой детали и присадочного прутка этанолом или ацетоном.

Оксиды захватывают влагу (главный источник водорода) и имеют высокие температуры плавления, вызывающие неполное расплавление. Они быстро разрастаются на открытых поверхностях алюминия и должны быть удалены в течение 4 ч после сварки. Поверхности на расстоянии 1 см от стыка должны шабриться инструментом с твердой кромкой [94]. Проволочные щетки могут вызвать попадание загрязнений в мягкую поверхность, и их применения следует избегать. Поскольку присадочный прутки представляет собой большую часть металла в стыке, он является основным источником потенциального загрязнения и достоин специального ухода при закупке, упаковке, хранении и транспортировке — в особенности, в виде проволоки. Присадочный прутки можно зачищать несколькими проходами Скоч-Брайт® непосредственно до сварки.

Защитный газ должен иметь сверхвысокую чистоту (99,999%) и пропускаться с целью промывки через наконечник в течение 20 секунд до инициации дуги для того, чтобы обеспечить содержание влаги ниже 10 частей на миллион (желательно менее 3 частей на миллион) [95]. Относительная влажность в зоне сварки должна быть меньше 75% и желательно составлять менее 50%, для чего может потребоваться работать в кондиционированном помещении. Быстрая скорость сварки, как было доказано, уменьшает пористость [96]. Необходимо приложить усилия к тому, чтобы обеспечить отсутствие утечек в линиях инертного газа, так как такие течи могут быть непреднамеренным источником скопления влаги.

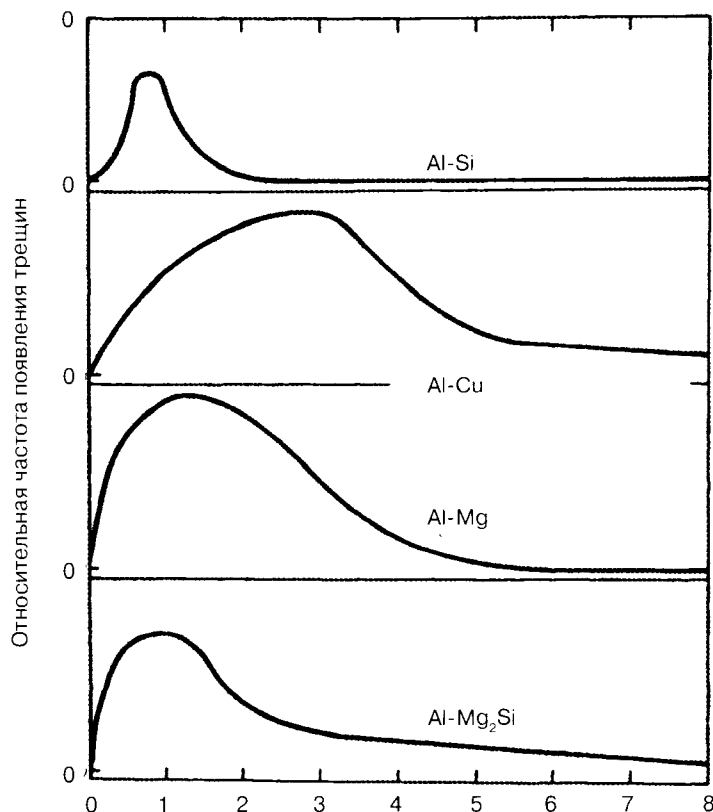
Где только возможно, следует использовать дуговую сварку вольфрамовым электродом переменного тока в аргоне, поскольку в течение положительных полупериодов этой сварки защитный газ ионизируется и ускоряется в направлении обрабатываемой детали, обеспечивая очищающее действие посредством распыления—травления, благодаря которому удаляется остаточное загрязнение.

4.8.7.2. Предотвращение дефектов в виде трещин

Трещины обычно появляются, когда сплав затвердевает в рамках широкого температурного диапазона (диапазон затвердевания). Пока стык охлаждается в этом диапазоне, валик металла имеет кашеобразный вид и легко ломается под действием небольших термических напряжений. Этот процесс частично облегчается тем, что сплавы содержат некоторую степень эвтектики, которая продолжает течь при низкотемпературном пределе диапазона затвердевания и имеет тенденцию заполнять трещины. Они затем затвердевают без трещин на протяжении узкого температурного диапазона [97].

К несчастью, составы сплава, обеспечивающие хорошие структурные свойства, часто также обладают широкими диапазонами затвердевания. Чувствительность трещин сварки при соединении материалов можно значительно уменьшить подбором присадочных сплавов, являющихся менее подверженными растрескиванию (т. е. с более узким диапазоном затвердевания и/или высоким содержанием эвтектики) даже при частичном разбавлении базовым металлическим сплавом. Большинство трещин возникает рядом с центром валика, который охлаждается последним. К счастью, эта зона является наименее разбавленной базовым металлом. На рис. 13 показано воздействие различных составов сплава на чувствительность трещин. Следует отметить, что у сплавов AlMg₂Si (серия 6000) сопротивление образованию трещин усиливается за счет увеличения либо содержания Mg, либо Si. Необходимо избегать присадочных материалов, затвердевающих при значительно более высоких температурах, чем базовый металл, поскольку силы температурного расширения будут вызывать растрескивание

Рис. 13. Зависимость появления трещин алюминия от содержания различных легирующих элементов (источник: J. D. Dudas and F. R/ Collins, Preventing Weld Crack in High-Strength Aluminum Alloys, Welding Journal, 1966)



на расплавленной кромке валика [98]. Рекомендуемые присадочные материалы для различных алюминиевых сплавов приведены в табл. 7. Требуется избегать сочетаний, для которых присадочный материал не указывается.

Ряд других технологий помогает минимизировать трещины. Предпочтение отдается соединениям с угловым швом и соединениям с V-образной канавкой, поскольку они позволяют максимально заполнить соединение присадочным материалом, нечувствительным к трещинам, и минимизировать его разбавление чувствительным к трещинам базовым металлом. Валик сварного шва должен быть немного выпуклым, чтобы облегчать доступ расплавленного металла для заживления возникающих трещин. Если валику удастся принять плоское или выпуклое состояние, поверхностное натяжение может помешать потоку. Это может быть осуществлено путем наклона электрода на $10\text{--}20^\circ$ и использования силы дуги для «установки преграды» расплавленному валику [99]. Следует препятствовать образованию кратера при завершении шва при помощи любой из ряда сложившихся технологий. В особо проблематичных швах с той и с другой стороны соединения могут вырезаться канавки (рис. 14). Эти канавки уменьшают растечки тепла от валика и минимизируют тепловое расширение остальной части конструкции. Они также отпускают напряжения, уменьшая жесткость и допуская некоторое механическое отклонение.

4.8.7.3. Конструкция сварных соединений

Кроме ряда специальных соображений, конструкция сварных соединений алюминиевых деталей в основном такая же, как для коррозионностойкой стали (рис. 14). Простые, квадратные стыковые сварные швы (касающиеся) подходят для толщины листа приблизительно до 6 мм (0.25 дюйма) и являются особенно желательными, потому что они легко зачищаются шабренением. В более толстых стыках должны использоваться V-образные канавки ($60\text{--}90^\circ$) или угло-

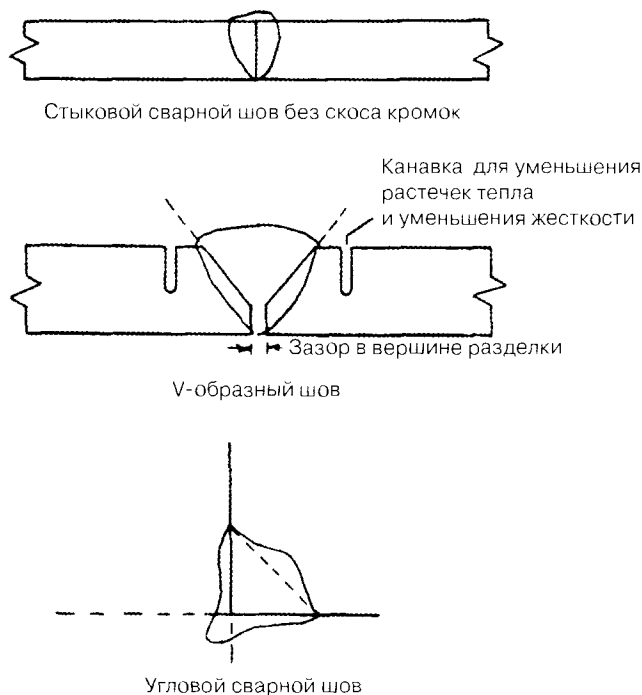


Рис. 14. Виды сварных швов

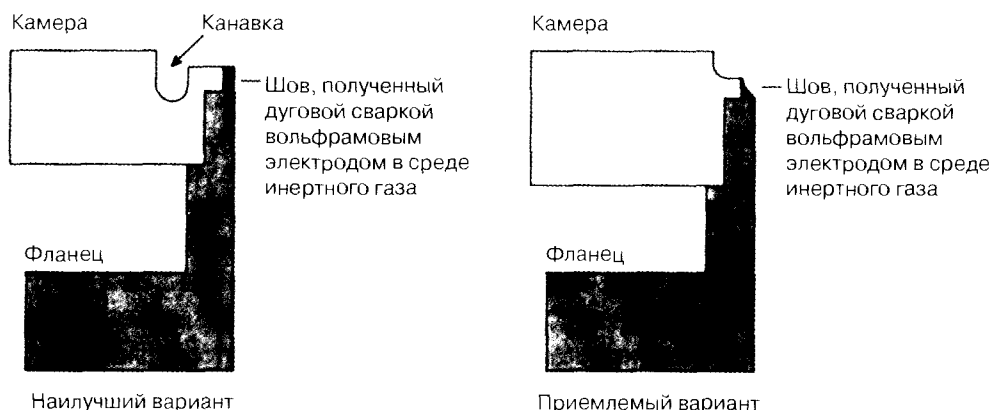


Рис. 15. Рекомендуемая конструкция сварных соединений для алюминиевых фланцев

вые сварные швы для обеспечения проникновения дуги и минимизации разбавления присадочного металла базовым металлом. Зазор между свариваемыми кромками 3 мм (1/8 дюйма), 1,5–2 мм от дна способствует обеспечению полного проникновения теплоты (провариваемости). Желательно, чтобы обе стороны стыка были обработаны на станке до одной и той же толщины для уравнированного нагрева, благодаря чему минимизируется напряжение и искажение. Примеры стыков между горловиной с тонким фланцем и толстой стенкой камеры показаны на рис. 15. Прихваточные швы можно сделать после сборки и фиксации стыка. Они являются существенными для предотвращения искажений, которые создаются во время сварки от закрытия зазора в вершине разделки между свариваемыми кромками (когда она используется) до того, как шов будет завершен. Размер прихваточного шва может быть выбран в соответствии с предпочтением оператора, поскольку во время окончательного шва они должны быть полностью переплавлены и включены в шов [100]. Швы могут пересекаться крест-накрест, поскольку это не влияет на металлургическую прочность в алюминии, как это имеет место в других металлах [101].

По ту и другую сторону стыка, где на состояние термообработки оказывается влияние и прочность уменьшается перманентно, имеет место «находящаяся под влиянием теплоты зона» величиной приблизительно 25 мм. Это важно при сварке сильно закаленных фланцев, но может ослабляться путем использования отвода тепла на поверхности фланца (в частности на таком, как сопрягаемый фланец) для поддержания температуры на низком уровне. Если сварочный шов требуется с обеих сторон стыка по структурным соображениям, одна сторона должна свариваться только короткими участками вразброс для того, чтобы предотвратить захват газа, который вызывает фактические течи. После сварки усадка будет приблизительно в два раза больше усадки коррозионностойкой стали (приблизительно 6% ширины шва). Это может вызвать искажение и должно учитываться сваркой элементов в одно целое в симметрическую последовательность и механической обработкой после сварки, если требуются строгие допуски по размерам.

4.8.7.4. Методы сварки

Отличные непроницаемые сварные швы могут быть получены с помощью ручной дуговой сварки вольфрамовым электродом в среде инертного газа. Опытный сварщик по коррозионностойкой стали может приобрести необходимые навыки за несколько часов посредством де-

монстрации и практики. Самое важное отличие заключается в том, что о температуре невозможно судить по цвету. Алюминий просто становится блестящим при плавлении, и только это качество может использоваться для определения размера и температуры валика. Технология сварки также определяется тем, что расплавленный алюминий имеет тенденцию держаться в виде одного целого подобно желе вместо того, чтобы течь подобно жидкости, как в случае коррозионностойкой стали [102].

В силу своей высокой теплопроводности алюминию требуется приблизительно в 3 раза больше теплоты для сварки, чем коррозионностойкой стали. Сварка переменным током вольфрамовым электродом в среде инертного газа (аргона) рекомендуется для тонких стыков, поскольку она обеспечивает очищающее действие и является относительно нечувствительной к колебаниям длины дуги. Должен использоваться шариковый наконечник, поскольку высокая мощность дуги имеет тенденцию плавить острые наконечники, приводя к сбросу загрязняющих частиц вольфрама. Однако для толщины 1 см и более требующаяся высокая мощность делает сварку переменным током вольфрамовым электродом в среде инертного газа затруднительной для контроля. Вместо нее следует иметь в виду сварку постоянным током вольфрамовым наконечником в среде гелия, поскольку она создает значительно более концентрированное нагревание для более оптимального управления и меньшие валики для меньшего искажения. Присутствие гелия увеличивает концентрацию теплоты и, как представляется, оказывает очищающее действие, которое частично компенсирует отсутствие плазменной очистки, предусматриваемой сваркой переменным током вольфрамовым электродом в инертном газе. Предварительное нагревание не рекомендуется, так как это может нарушить закалочные свойства металла. Настоятельно рекомендуется делать пробные сварочные швы на испытательных деталях.

В случае сварки переменным током вольфрамовым электродом в среде инертного газа необходимо использовать окунающее и перемещающее движение. После расплавки точки добавляется присадочный электрод, который в свою очередь охлаждает точку. Наконечник фиксируется на своем месте в то время, как электрод удаляется для того, чтобы дать возможность точке тщательно нагреться снова. Наконечник затем перемещается вперед для получения хорошего проникновения теплоты (провариваемости), но не настолько, чтобы дуга прожигала обрабатываемую деталь насквозь. В сварке постоянным током вольфрамовым электродом в инертном газе присадка подается непрерывно, поскольку интенсивное концентрированное нагревание является достаточным для поддержания температуры валика. В обоих случаях наконечник должен находиться по нормали ко шву или немного обгонять валик. Диаметр присадочного электрода должен составлять 25—50% ширины валика, в зависимости от личного предпочтения оператора. Более толстые электроды обеспечивают небольшую дополнительную жесткость для вталкивания присадочного материала в квадратные стыки. Тонкие электроды требуют высокую скорость подачи, которую бывает трудно контролировать. Как правило, количество теплоты, используемой в сварке, должно быть минимизировано, поскольку излишняя теплота вызывает потерю прочности материала, дефекты сварочных швов и пористость.

4.8.7.5. Обеспечение качества сварки

Было установлено, что соблюдение требований к сварке, определяемых стандартом MIL-STD-2219 Класса А, позволяет получить сварные швы для изделий, работающих в усло-

виях сверхвысокого вакуума [103]. Эти требования являются похожими на несколько других коммерческих спецификаций [104, 105, 106]. Главное требование заключается в том, чтобы размеры подповерхностных пор и включений (видимых на рентгеновских снимках) относительно толщины сварочного шва (T) были следующими [107].

1. Индивидуальный размер дефекта должен быть меньше $0,33T$ или 1,5 мм.
2. Интервал между дефектами должен составлять по крайней мере четыре размера наибольшей смежной шероховатости.
3. Суммарный размер дефектов на любых 3 дюймах (76 мм) сварного шва должен быть меньше $1,33T$ или 0,24 дюйма.

4.8.7.6. Восстановление дефектов

Дефекты, вызывающие течи, могут почти всегда быть восстановлены путем удаления с помощью шлифовальной машинки, в частности такого инструмента как Дремел® и повторной сваркой. Материал должен быть снят на глубину 25 мм (1 дюйм) с той и с другой стороны дефекта, но нет необходимости полностью проникать в шов. Используемый инструмент должен иметь металлический режущий наконечник, а не абразивный наконечник, последний имеет тенденцию забивать грязью поверхность. Очищающее действие сварки переменного тока вольфрамовым электродом в среде инертного газа является в особенности полезным для удаления въедающегося загрязнения. Она может также использоваться для «выпаривания» водорода из пористых участков. Следует быть осторожным для того, чтобы не перегреть ремонтируемое место, так как это может вызвать дальнейшее растрескивание вдоль шва, что иногда делает необходимым выполнение серии ремонтов «в погоне» за течью на шве [108].

Литература

1. H. F. Dylla, D. M. Manos, and P. H. La Marene, Correlation of outgassing of stainless steel and aluminum with various surface treatments, J. Vac. Sci. Technol., A11(5) (September–October 1993) 2629.
2. John F. O'Hanlon, A User's Guide to Vacuum Technology, 2nd ed. (Wiley, New York, 1989), Appendices C.2 and C.3, pp. 445–446.
3. M. Suenitsu, H. Shimoyamada, N. Miyamoto, T. Tokai, Y. Moriya, H. Ikeda, and H. Yokoyama, Ultrahigh-vacuum compatible mirror-polished aluminum-alloy surface: Observation of surface-, roughness-correlated outgassing rates, J. Vac. Sci. Technol., A10(3) (May–June 1992) 570.
4. M. Mohri, S. Maeda, H. Odagiri, M. Hashiba, T. Yamashina, and H. Ishimaru, Surface study of Type 6063 aluminum alloys for vacuum chamber materials, Vacuum, V34(6) (1984) 643.
5. F. J. Norton, Gas permeation through the vacuum envelope, Trans. 8th AVS Vac. Symposium (Pergamon Press, New York, 1962), p. 14.
6. H. Ishimaru, Developments and Applications for All-Aluminum Alloys Vacuum Systems, MRS Bulletin, 15(7) (July 1990) 24.
7. H. J. Halama and J. C. Herrera, Thermal desorption of gases from aluminum alloy Al 6061, their rates and activation energies, J. Vac. Sci. Technol., 13(1) (January–February 1976) 466.
8. June-Rong Chen, Chih-Hao Lee, Jyh-Cheng Chen, Huan-Lun Hsieh, and Yuen-Chung Liu, Outgassing behavior of A6063-EX aluminum alloy and SUS 304 stainless steel, J. Vac. Sci. Technol., A5(6) (November–December 1987) 3422.

9. June-Rong Chen and Yuen-Chung Liu. A comparison of outgassing rate of 304 stainless steel and A6063-EX aluminum alloy vacuum chamber after filling with water, *J. Vac. Sci. Technol.*, A5(2) (March–April 1987) 263.
10. G. Moraw. The influence of ionization gauges on gas flow measurements, *Vacuum*, 24 (1974) 128.
11. J. R. Young. Outgassing characteristics of stainless steel and aluminum with different surface treatments, *J. Vac. Sci. and Technol.*, 6(3) (1969) 400.
12. H. Iguchi, T. Momose, and H. Ishimaru. C12 gas corrosion and outgassing of various surface treated aluminum alloys, *J. Vac. Sci. and Technol.*, A11(4) (July–August 1993) 1708.
13. Chen et al. 1987, Iguchi 1993.
14. Yuko Hirohata, Satoshi Fujimoto, Tomoaki Hino, and Toshiro Yamashina. Hydrogen desorption behavior of aluminum materials used for extremely high vacuum chamber, *J. Vac. Sci. Technol.*, A11(5) (September–October 1993) 2637.
15. Ishimaru 1990.
16. Francis J. Norton. Gas permeation through the vacuum envelope, *Trans. 8th AVS Vac. Symposium* (Pergamon Press, New York, 1962) 13.
17. Ishimaru 1990, p. 27.
18. R. N. Peacock. Practical selection of elastomer materials for vacuum seals, *J. Vac. Sci. Technol.*, 17(1) (January–February 1980) 330.
19. A. Roth. *Vacuum Technology*, 2nd ed. (Elsevier Science, New York, 1982) 398, Equation 7.12.
20. Aluminum Association. Aluminum Standards and Data, 1990, Aluminum Association, 900 19th St., N.W., Washington, DC 20006 (Tel: 301/645–0756), p. 30, Table 2.1.
21. J. Holden, L. Holland, and L. Laurenson. Bakeable vacuum seals using aluminum wire gaskets, *Journal of Scientific Instruments*, 36 (June 1959) 282.
22. J. D. Redman, et al. Vacuum systems techniques and material studies, Oak Ridge National Laboratory Report 3472, As referenced in Alex Roth, *Vacuum Sealing Techniques* (1966), Reprinted by American Institute of Physics, 1993, Ref. 1036a, p. 309..
23. C'efilac Etancheite. Seals for Ultra-Vacuum and Cryogenics, catalog p. 5.
24. I. Sakai, H. Ishimaru, and G. Horikoshi. Sealing concept of elastic metal gasket "Helicoflex," *Vacuum*, 32(1) (1982) 34.
25. Aluminum Standards and Data, p. 30, Table 2.1.
26. J. D. Goncezy, R. C. Ferry, R. C. Niemann, and B. Roop. UHV seal studies for the advanced photon source storage ring vacuum system, *Conference Record of the 1991 IEEE Particle Accelerator Conference*, May 6–9, 1991, San Francisco, California, p. 2304.
27. W. Unterlerchner. Non-standard vacuum hardware for an accelerator vacuum system, *CERN/LEP-VA/89–50*.
28. H. Ishimaru. Bakeable aluminum vacuum chamber and bellows with an aluminum flange and metal seal for ultrahigh vacuum, *J Vac. Sci. Technol.*, 15(6) (November–December 1978).
29. T. Ishigaki, K. Shibuya, H. Sakaue, and S. H. Be.. Sealing technique for aluminum to stainless steel CF flange pairs, *J. Vac. Sci. and Technol.*, A12(4) (July–August 1994) 1705.
30. Greg Andronaco. Lawrence Berkeley Laboratory, private communication, 1994.
31. Ishimaru 1990, p. 23.

32. M. Suemitsu, H. Shimoyamada, N. Matsuzaki, and N. Miyamoto, Photoemission studies and outgassing-rate measurements on aluminum alloy surfaces lathed with various alcohols, *J. Vac. Sci. Technol.* A10(1) (January–February 1992) 188.
33. A. G. Mathewson, J. P. Bacher, K. Booth, R. S. Calder, G. Dominichini, A. Grillot, N. Hilleret, D. Latorre, F. Le Normand, and W. Unterlerchner. Comparison of chemical cleaning methods of aluminum alloy vacuum chambers for electron storage rings, *J. Vac. Sci. Technol.* A7(1) (January–February 1989) 77.
34. N. Kaufherr, A. Krauss, D. M. Gruen, and R. Nielsen. Chemical cleaning of aluminum alloy surfaces for use as vacuum material in synchrotron light sources, *J. Vac. Sci. and Technol.* A8(3) (May–June 1990) 2849.
35. R. A. Rosenberg, M. W. McDowell, and J. R. Noonan. X-ray photoelectron spectroscopy analysis of aluminum and copper cleaning procedures for the Advanced Photon Source, *J. Vac. Sci. and Technol.* A12(4) (July–August 1994) 1755.
36. John Philip Durrani and Beryl Durrani. *Introduction to Advanced Inorganic Chemistry* (Longmans, Green, London, 1962).
37. Dylla 1993, p. 2636 (Appendix).
38. Y. Tito Sasaki. A survey of vacuum material cleaning procedures: A subcommittee report of the American Vacuum Society Recommended Practices Committee, *J. Vac. Sci. Technol.* A9(3) (May–June 1991) 2031, describing SLAC cleaning procedure.
39. Dylla 1993, p. 2636 (Appendix).
40. Tito 1991, p. 2031.
41. Mathewson 1989; Kaufherr 1990; and Rosenberg 1994.
42. Tito 1991, p. 2031.
43. Mathewson 1989; Kaufherr 1989; Rosenberg 1994.
44. Tito 1991 p. 2031.
45. Aluminum Standards and Data.
46. Metals Handbook, 8th ed., Vol. 3: Machining. American Society of Metals, Metals Park, OH, p. 439.
47. George A. Goepfner, APS storage ring vacuum chamber fabrication, AIP Conference Proceedings 236 of the American Vacuum Society Series 12: Vacuum Design of Synchrotron Light Sources, p. 127 supported by Reference 3, which was unpublished.
48. E.A. Avallone and T. Baumeister. *Mark's Standard Handbook for Mechanical Engineers*, 9th ed. (McGraw-Hill, New York, 1978) pp. 5–52.
49. Lloyd E. Brownell and Edwin H. Young. *Process Equipment Design: Vessel Design* (Wiley, New York, 1959), p. 143.
50. *Ibid.*, Figure 8.3, p. 144.
51. *Mark's Standard Handbook*, pp. 5–52.
52. Joseph E. Shigley and Charles R. Mischke. *Mechanical Engineering Design*, 5th ed. (McGraw-Hill, New York, 1989), p. 59.
53. *Mark's Standard Handbook*, pp. 6–11 and 6–44.
54. Aluminum Standards and Data, p. 40.
55. A. Roth. *Vacuum Sealing Techniques* (AIP Press, Amsterdam, 1966), p. 752.
56. Donald R. Pitts and Leighton E. Sissom. *Heat Transfer* (McGraw-Hill, New York, 1977), p. 17.
57. *Mark's Standard Handbook*, pp. 4–68.

58. Bruce Craig. Handbook of Corrosion Data (ASM International. Metals Park, OH, 1989), p. 146.
59. Ibid., pp. 162—163.
60. Ibid., p. 147.
61. Ibid., p. 227.
62. DECHEMA-Werkstoff-Tabeile/Chemische Beständigkeit (DECHEMA Deutsche Gesellschaft of A2219, A50S3, and A6063 aluminum alloys, *Welding in the World* (Pergamon Press) 31(2) (1993) 128. für Chemisches Apparatewesen, Frankfurt am Main, Germany, December 1982), pp. Chlor B1.4.
63. Ibid.
64. Handbook of Corrosion Data, p. 227.
65. Ibid., p. 229.
66. Philip A. Schweitzer. Corrosion Resistance Tables, 2nd ed. (Marcel Dekker, New York, 1986), p. 466.
67. D. J. De Renzo. Corrosion Resistant Materials Handbook, 4th ed. (Noyes Data Corporation, Park Ridge, New Jersey, 1985), p. 618.
68. Handbook of Corrosion Data, p. 273.
69. DECHEMA, p. Fluor B1.3.
70. DECHEMA, p. Fluor B1.3.
71. Corrosion Resistance Tables, p. 466.
72. Handbook of Corrosion Data, p. 273.
73. Corrosion Resistance Tables, p. 466.
74. Corrosion Resistant Materials Handbook, p. 620.
75. Corrosion Resistance Tables, p. 568.
76. Ibid., p. 572.
77. Handbook of Corrosion Data, p. 326.
78. Corrosion Resistance Tables, p. 572.
79. Handbook of Corrosion Data, p. 326.
80. Stanislaw Mrowec and Teodor Werber. Gas Corrosion of Metals, Translated from Polish and Published for the National Bureau of Standards and the National Science Foundation, Washington, D.C., by the Foreign Scientific Publications Department of the National Center for Scientific Technical and Economic Information, Warsaw, Poland, 1978, Chapter 4.
81. Metals Handbook, p. 583.
82. S. M. Fine. Design and operation of UHP low vapor pressure and reactive gas delivery systems, *Semiconductor International*, October 1995, p. 138.
83. Metals Handbook, 9th ed., Vol. 13: Corrosion (ASM International, Metals Park, OH, 1987), p. 65.
84. Robert H. Perry and Cecil H. Chilton. Chemical Engineers' Handbook, 5th ed. (McGraw-Hill, New York, 1973), Section 3.
85. Ibid.
86. Monika Kuhri and P. Bachmann. Demands for turbo-molecular pumps in the aluminum etching process, *Vacuum*, 41(7—9) (1990) 2028.
87. DECHEMA, Fluor B1.2.
88. Kuhn, p. 2031.
89. Rosemarie Becker and Monika Kuhn. Heated turbomolecular pumps in metal etch applications, *Solid State Technology*, November 1994, p. S13.

90. Aluminum Association, *Welding Aluminum Theory and Practice*, 2nd ed. Aluminum Association, 900 19th St., N.W., Washington, DC 20006 (1991) (Tel: 301/645—0756).
91. Aluminum Association, *Welding Aluminum*, Aluminum Association, 900 19th St., N.W., Washington, DC 20006 (1984) (Tel: 301/645—0756).
92. Let's Talk About Aluminum Welding (videotape). Published by ALCOA, available through distributors of AlcoTec, 2750 Aero Park Drive, Traverse City, MI 49684 (Tel: 616/941—4111).
93. Weiping Liu and L. Dora, Improved filler wires for aluminum alloy welding—a review. Part I, *Aluminum*, 70 (9—10) (1994), 583.
94. Joseph Gagliano, Argonne National Laboratory, private communication regarding advanced photon source welding procedures.
95. Procedure used for advanced photon source storage ring welding at Argonne National Laboratory.
96. M. Kutsuna, J. Suzuki, S. Kimura, S. Sugiyama, M. Yuhki, and H. Yamaoka, CO₂ laser welding
97. J. H. Dudas and F. R. Collins, Preventing weld cracks in high-strength aluminum alloys, *Welding Journal*, June 1966, p. 3.
98. Ibid.
99. Ibid., p. 10.
100. *Welding Aluminum Theory and Practice*, p. 5.3.
101. Ibid., p. 10.14.
102. Daniel Van Lanen, Senior Welder, Argonne National Laboratory, Verbal interview November 4, 1994, Provided most of the specific suggestions and insights regarding welding techniques based on his many years of experience.
103. Joseph Gagliano, manager of APS welding, Argonne Laboratory, private communication, 1994.
104. ANSI/AWSD1.2, Structural welding code — aluminum, American Welding Society, 550 N.W. LeJeune Rd., Miami, FL 33126 (Tel: 800/334—9353).
105. ANSI/AWS A5.10—92, Specification for bare aluminum and aluminum alloy welding electrodes and rods, American Welding Society, 550 N.W. LeJeune Rd., Miami, FL 33126 (Tel: 800/334—9353).
106. Qualification Standard for Structural Welding of Aluminum, Publication 25, the Aluminum Association, 900—19th St., N.W., Washington, DC 20006 (Tel: 301/645—0756).
107. MIL-STD-2219, Fusion welding for aerospace applications, U.S. Department of Defense, Available at no charge through Naval Publications (Tel: 215/697—2179).
108. Van Lanen.

4.9. Подготовка и очистка вакуумных поверхностей

Дональд М. Мэттокс
Management Plus, Inc.

Поверхности, которые находятся в контакте с вакуумной средой, называются вакуумными поверхностями. Это могут быть поверхности самой вакуумной системы, различных приспособлений и крепежных элементов, а также деталей, подвергающихся обработке в вакууме. Они

могут состоять из металлов, керамики, стекла, полупроводников или полимеров. Поверхности, используемые для вакуумных видов применения, должны подготавливаться таким образом, чтобы они не вызвали загрязнение в системе [1—5]. Некоторые поверхности, в частности такие, как приспособления, могут сниматься для очистки, в то время как другие, например стенки вакуумной камеры и связанных с ней сквозных соединений, не подлежат демонтажу и должны очищаться на месте. Часто площади поверхности приспособлений и деталей больше площади вакуумной системы, и эти поверхности определяют показатели эффективности откачки, а также загрязнение остаточным газом и паром. Этот тип загрязнения может называться «внесенным загрязнением» или загрязнением, «связанным с процессом» в противоположность загрязнению, «связанному с системой» и относящемуся к недемонтируемым поверхностям.

Подготовка поверхности включает в себя очистку и обработку поверхности. Очистка предполагает уменьшение загрязнения на поверхности до уровня, приемлемого для применения вакуумной среды. Обработка поверхности может предполагать изменение морфологии поверхности для того, чтобы она была грубой или гладкой, изменение химического состава поверхности, изменение газовыделения или обратной диффузии материала или изменение механических свойств поверхности.

Шероховатость поверхности является важным показателем вакуумной эффективности материала. Шероховатость поверхности не только увеличивает площадь поверхности для адсорбции загрязняющих веществ, она также улавливает малые частицы, затрудняя их удаление. Шероховатая или пористая поверхность также допускает капиллярную конденсацию воды, делая более трудным удаление водяного пара из системы. При изготовлении деталей для использования в вакуумной среде поверхность должна быть максимально гладкой. Для металлов это означает малые усилия при механической обработке, острые инструменты, смазочно-охлаждающие жидкости для резания и т. д. Более плотные виды керамики и стекла могут формироваться с гладкими поверхностями путем использования мелкозернистого шлифования и полировочных материалов на окончательных стадиях изготовления. После изготовления поверхность может быть дополнительно выглажена посредством механического [6], химического, электрохимического [7,8] или химического/механического [9] полирования.

Механическое полирование может выполняться на станках или вручную с помощью технологии влажной или сухой полировки. Полировочный материал может быть в виде порошка, содержащегося в суспензии, находящегося в свободном виде или жестко зафиксированного на твердом материале, в частности таком, как бумага. В табл. 1 приводится ряд широко распространенных абразивных и полировочных составов, а также их размер и номенклатура.

Очистка и обработка поверхностей должны подробно описываться в инструкциях по эксплуатации и техническому обслуживанию системы. Это в особенности справедливо для алюминия.

4.9.1. Обработка поверхностей

4.9.1.1. Недемонтируемые поверхности

Недемонтируемые поверхности — это вакуумные поверхности, которые после сборки не могут быть сняты или к которым даже невозможно получить доступ без значительных затруднений.

Таблица 1. Средний размер шлифовальных порошков (микроны)

Зерно/меш.		Al ₂ O ₃ , SiC, гранат	B ₄ C	Алмаз
Размер	Нажлак			
Полировка крупнозернистым абразивом				
24		1035	710	1036
30		930	590	
36		810	500	712
46		508	350	508
54		430	297	
60		406	250	407
70		328	210	
80		266	177	267
90		216	149	
100		173	125	213
120		142	105	142
150		122	74	122
Полировка мелкозернистым абразивом				
180		70—86	62	86
220		66	53	66
240		54—63	42,5	60
280	1	44	35	
320	1/0	29—32	27,7	52
400	2/0	20—23	16,3	40
600	3/0	12,5—17	8,3	14
800	4/0	9—12	5,5	8
1000		5—9	3,7	
1200		1,5—5	2,5	6
1500		1—1,5		4
2000		1,0		2
				1
				0,5
				0,25

Коррозионностойкая сталь

Коррозионностойкая сталь является предпочтительным материалом для недемонтируемых металлических поверхностей, поскольку она образует естественный пассивный оксид и является устойчивой к коррозии. Существует много марок коррозионностойкой стали¹:

- 304 — хорошо обрабатываемая сталь, немагнитная, в зонах сварочного шва могут осажаться карбиды, которые в результате приводят к гальванической коррозии, если присутствуют электролиты;
- 304L — низкоуглеродистая сталь, используемая для обеспечения большей межзеренной противокоррозионной стойкости, чем обеспечивается сплавом 304. В вакуумной технике используется для работы с жидкостями и газами, содержащими влагу;
- 316, для общей противокоррозионной устойчивости нельзя соединять стали 304 и 316 при транспортировке жидкостей из-за гальванической коррозии на соединительных стыках.

¹ Ниже даны марки стали согласно стандартам США, отечественные аналоги регламентируются ГОСТ 5632—72, ГОСТ 5949—75, ГОСТ 5949—75, ГОСТ 7350—77. — *Прим. ред*

- 316L — межзеренная противокоррозионная стойкость лучше, чем у 316;
- 303 — имеет высокое содержание серы и более высокую тенденцию к пористости, не используется для вакуумных установок, не очень хорошо сваривается;
- 440 — поддается закалке, но является магнитной и более склонной к коррозии, чем серия 300.

Коррозионностойкая сталь предлагается в виде плит с несколькими видами чистовой обработки:

- неполированная № 1 — очень матовая отделка поверхности, получаемая горячей прокаткой, за которой следует отжиг и удаление окалины. Поверхность очень шероховатая и пористая. Используется в тех случаях, когда поверхностная отделка не имеет значения;
 - неполированная № 2D — матовая отделка, получаемая окончательной холодной прокаткой после горячей прокатки, но до отжига и удаления окалины. Используется для глубокой вытяжки, где шероховатость поверхности удерживает смазку вытяжки;
 - неполированная № 2B — блестящая отделка, получаемая легкой холодной прокаткой после отжига и удаления окалины. Травление по границам зерен в силу удаления окалины все-таки присутствует. Отделка общего назначения;
 - полированная № 3 — промежуточная полировка с помощью абразивного состава с зерном 50 или 80. R_{\max} 140 микродюймов. Остаются следы полировки;
 - с помощью абразивов с зерном 100—150. R_{\max} 45 микродюймов. Далее полировка кожаным кругом № 6. Полируется с помощью абразива с зерном 200;
 - полировка кожаным кругом № 7 — Полируется с помощью абразива с зерном 200 с верхней правкой с использованием красного оксида хрома. R_d 8 — 20 микродюймов.
 - полировка кожаным кругом № 8 — полировка абразивом с зерном 320 (или меньше) с обширной верхней правкой, используя красную окись хрома. R_d 4 — 14 микродюймов¹.
- Невооруженному глазу поверхность видится свободной от шлифовальных линий.

Плита из коррозионностойкой стали часто шлифуется до образования плоской поверхности, а затем плиты свариваются для образования камеры. Плитам из коррозионностойкой стали может также придаваться форма посредством деформации, в результате которой создается морфология сморщенной поверхности. Эта поверхность может захватывать смазочные вещества в подповерхностной области. Деформация или механическая обработка коррозионностойкой стали упрочняют поверхность. Это желательно в тех случаях, когда поверхность должна обеспечивать режущую кромку, которая используется на фланцах CF или для обеспечения устойчивой к деформации и износу поверхности. Нагреванием до температуры выше 450 °C производится отжиг упрочненной поверхности, и твердость будет потеряна.

Поверхность стали может быть механически отполирована для улучшения гладкости. Затем она может химически полироваться или подвергаться электрополировке для придания большей гладкости. Электрополировка [10] уменьшает R_d приблизительно на коэффициент 2 и исключает многие микрогребни, неровности и расщелины в отполированной поверхности. Как правило, электрополировка выполняется в электролите, содержащем фосфорную

¹ Среднее отклонение высоты шероховатостей от центральной линии (CLA) или R_d — это средняя высота шероховатостей над центральной линией профиля. Центральная линия определяется как линия, разделяющая профиль таким образом, что чистое отклонение равно нулю. R_d не содержит никаких данных о максимальных пиковых высотах (R_{\max}), уклонах или боковых размах пиков (волнистость).

кислоту, и гладкие участки защищаются тонким слоем фосфата, что приводит к удалению пиков. Этот фосфатный слой должен сниматься с помощью полоскания в HCl, а затем перед использованием поверхность промывается от кислоты. Направленные потоки электролита («струи») могут использоваться для выборочной электрополировки локальных участков поверхности [11]. Коммерческие поставщики предоставляют услуги по электрополировке для вакуумной отрасли либо на своих заводах, либо на месте на заводе клиента.

Типичными решениями по электрополировке для коррозионностойкой стали являются следующие:

- | | |
|--|----------|
| 1. Фосфорная кислота | 5 частей |
| Серная кислота | 4 части |
| Глицерин (Патент США) | 1 часть |
| Плотность тока, ампер/фут ² | 450 |

или

- | | |
|--|---------|
| 2. H ₂ SO ₄ (с удельной плотностью 1,84) | 1000 мл |
| H ₂ O | 370 мл |
| Глицерин (Патент США) | 1370 мл |

Примечание: медленно добавлять кислоту в воду (избегать перегревания), затем добавить глицерин. Пользоваться угольным или свинцовым катодом.

Полировать при напряжении 7,5 вольт в течение приблизительно 30 с.

Коррозионностойкая сталь может также подвергаться химической полировке. Химическая полировка коррозионностойкой стали заключается в следующем [12]:

- очистка в горячем щелочном растворе;
- промывка;
- выдержка в горячем 5%-ном растворе серной кислоты в течение 5 минут перед полировкой;
- химическая полировка при 75 °C в растворе с составом:

Азотной кислоты	4 части;
Соляной кислоты	1 часть;
Фосфорной кислоты	1 часть;
Уксусной кислоты	5 частей.

Электрополировка уменьшает фактическую площадь поверхности для адсорбции и сокращает задержание загрязнения поверхностью. Электрополированная поверхность, как правило, демонстрирует более низкий коэффициент трения, чем полированные поверхности. Различные обработки поверхности могут изменить свойства газовой поверхности коррозионностойкой стали [13–17]. Состояние поверхности может определяться сканирующей электронной микроскопией (SEM, 1,000–50,000X) с точки зрения морфологии поверхности и оже-электронной микроскопией (AES) или рентгеновской фотоэлектронной спектроскопией (XPS или ESCA) с точки зрения состава поверхности. Для критических видов применения в спецификации может указываться химический состав электрополированных поверхностей [18, 19].

Электрополировка, а также кислотные обработки «заряжают» поверхность стали водородом, и для видов применения сверхвысокого вакуума коррозионностойкая сталь должна под-

вергаться термообработке в вакууме при 1000 °С в течение нескольких часов для выделения водорода, забранного поверхностью [13]. Поверхность коррозионностойкой стали будет образовывать естественный пассивный слой оксида при ее высушивании и воздействии на нее окружающей среды. Пассивный слой может быть улучшен путем нагревания в воздухе. Однако контроль температуры и точки росы является очень важным. На коррозионностойкой стали 316L образуется гладкая пленка оксида при 450 °С и точке росы — 100 °С, но в результате выполнения окисления при температуре выше 550 °С в воздухе с данной точкой росы [20] получаются маленькие включения и огрубление поверхности. Коррозионностойкая сталь типа 304 и 316 пассивируется легче коррозионностойкой стали (закаливаемой) серии 400 [21].

Естественный оксид на коррозионностойкой стали может удаляться следующим образом:

- очистка паром в трихлорэтане (5 минут);
- полоскание в холодной воде;
- очистка в горячей щелочи (5 минут);
- полоскание в горячей воде;
- перманганат калия (100 мл деионизированной воды + 50 г NaOH + 5 г KMnO_4 при 95 °С) — выдерживание для кондиционирования окалины;
- окунание в соляную кислоту для придания поверхности химической активности (снятие естественной оксидной пассивации);
- выдержка в растворе для травления (30 % по объему HNO_3 + 3 % по объему HF) при комнатной температуре в течение 30 минут;
- полоскание в горячей деионизированной воде.

Низкоуглеродистая сталь

Низкоуглеродистая или мягкая сталь (в частности такая, как сталь 1018) является дешевой по сравнению с коррозионностойкой сталью и часто используется для изготовления больших вакуумных сосудов. Иногда сталь является пористой, обычно в силу «строчечных включений» в металлической плите. Эта проблема, как правило, маскируется посредством покраски внешней части камеры для уменьшения реальной скорости утечки. Снятие этой краски может открыть пористость и увеличить скорость утечки. Как правило, при использовании таких сталей поверхность используется в состоянии после механической обработки. Низкоуглеродистая сталь может зачищаться протиранием перхлорэтаном или трихлорэтаном с нейтральным pH, за которым следует протирание ацетоном и сушка с помощью безводного метанола. Следует избегать чистящих средств на волной основе, потому что она может способствовать ржавлению стали.

Углеродистая сталь и низколегированные стали могут очищаться травлением в ванне соляной кислоты (8—12 % по весу) при 40 °С в течение 5—15 минут для снятия оксида с поверхности [22]. Простой метод удаления локализованной ржавчины железа заключается в следующем: 1) очистка растворителем, 2) смачивание (или вымачивание) в уксусной кислоте, 3) снятие щеткой остатка и 4) повторение процедуры по мере необходимости. Низкоуглеродистая сталь может также подвергаться электрополировке, но это, как правило, не делается.

Алюминиевые сплавы

Алюминиевые сплавы обычно не используются для вакуумных систем, поскольку они мягкие и легко поддаются коррозии, в особенности под действием содержащих хлор химических веществ. При соответствующем изготовлении алюминий оказался хорошим высоковакуумным

и сверхвысоковакуумным материалом [23]. Однако прокатанный на стане алюминий имеет скорость газовой выделенности \sim в 1000 раз больше скорости прокатанной на стане коррозионно-стойкой стали [24]. Плотный, тонкий оксид с хорошими свойствами газовой выделенности может образовываться на поверхностях алюминия посредством: 1) механической обработки сухим, свободным от хлора аргоном/кислородом, 2) механической обработки под чистым обезвоженным этанолом или 3) экструзии (выдавливании) в атмосфере сухого, свободного от хлора аргона/кислорода [25–27].

Естественный оксид на алюминии может удаляться (сниматься) до полировки. Химическое снятие оксида на алюминии заключается в следующем:

- вымачивание в растворе 5% NaOH по массе при 70–75 °C;
- вымачивание в растворе 1 части концентрированной HNO_3 на 1 часть деионизированной воды при 20 °C, за которым следует окунание в раствор 1 части концентрированной HNO_3 с 64 г/л NH_4NF_2 при 20 °C (процедура удаления травильного шлама — Cu и Si);
- тщательное полоскание.

Алюминий может быть химически отполирован следующим образом:

Первый способ:

- Вымочить в 10% HCl.
- Прополоскать в деионизированной воде.

Второй способ:

- Приготовить раствор

H_3PO_4	80%
CH_3COOH	15%
HNO_3	5%
- Подогреть до 90 — 110 °C;
- Окунуть на 2 — 4 мин.

Сильно корродированные поверхности алюминия можно подвергнуть электрической очистке следующим образом:

- травление в 5% растворе NaOH при 75 °C;
- промывание в 30% HNO_3 ;
- окунание в 12% H_2SO_4 ;
- после чего выполнить анодное электротравление при 90 °C в растворе 100 г H_3BO_3 и 0,5 г пироборнокислого натрия в 1 литре деионизированной воды, начиная с 50 вольт и увеличивая напряжение до 600 вольт.

Анодированный алюминий

В особых случаях, когда необходимо увеличить твердость поверхности или необходима устойчивость к химической коррозии (например плазменное травление хлором), могут быть полезными анодированные алюминиевые поверхности [28, 29]. Легирующие элементы, примеси и термообработка могут влиять на характер и качество анодированного покрытия: как правило, чем чище сплав алюминия, тем лучше анодированный слой. Для создания толстого анодированного слоя на алюминии необходимо, чтобы электролит непрерывно вызывал коррозию оксида, образуя пористый слой. Спецификация ASTM (Американского общества по испытанию материалов) В-580—73 указывает семь размеров толщины (до 50 микронов) для анодирова-

ния, обозначенных буквами от А до G. Анодирующие ванны для получения различной толщины оксидного слоя следующие:

- шавелевая кислотная — очень толстые пленки (50 микронов);
- серная кислота — толстые пленки (80% окись алюминия, 18% сульфат алюминия, 2% воды — 15% пористость);
- хромовая кислота — тонкие пленки (1—2 микрона);
- фосфорная кислота — очень пористые пленки (основа для органических покрытий).

После образования пористый оксид алюминия может быть «герметизирован» посредством гидратации, в результате чего аморфный оксид набухает. Герметизация выполняется в горячей (95—100 °С) деионизированной воде (только анодирование серной кислотой) или посредством использования раствора дихромата натрия (улучшает устойчивость к коррозии) или с помощью раствора ацетата никеля или кобальта. Герметизация уменьшает твердость анодированной пленки. Герметизация паром может использоваться для отказа от содержащей никель горячей воды для предотвращения возможности загрязнения никелем при производстве полупроводников. Для вакуумного применения анодированная поверхность должна подвергаться перед использованием вакуумной термической обработке. Для увеличения коррозионной защиты или смазываемости анодированной поверхности на пористой поверхности могут откладываться другие материалы. Примером является покрытие Magnatplate® для улучшения коррозионной защиты и покрытие Tufam®, которое используется для улучшения фрикционных свойств анодированных алюминиевых поверхностей.

Анодированный алюминий не обеспечивает хорошей поверхности для герметизации с эластомерными уплотнениями. В анодированных системах уплотняющие поверхности часто подвергаются механической обработке для того, чтобы обнажить находящийся в их толще алюминий. Эти поверхности могут быть защищены от коррозии тонким слоем химически устойчивой консистентной смазки, в частности такой, как Krytox®.

Алюминий может анодироваться с плотным оксидом (барьерное анодирование) [30], но этот метод не был оценен для вакуумного применения, поскольку окисел довольно тонкий.

Медь

Медь часто используется в вакуумных системах в качестве электрического проводника или материала для герметизации среза. Полировка меди часто означает снятие слоя оксида. Медь можно полировать следующим образом:

- Погружение в раствор 60 мл фосфорной кислоты (удельная масса 1,75)
10 мл уксусного ангидрида и
8 мл воды
на 4 минут при комнатной температуре.

Оксиды можно удалять с меди следующим образом:

- Очистка в перхлорэтилене:
ультразвуковая очистка в щелочном моющем веществе (pH = 9,7) при 60 °С в течение 5—10 минут;
полоскание;
восстановление в 50 % по объему HCl при комнатной температуре в течение 5—10 минут;
полоскание.

- Очистка растворителем.
погружение в раствор 60 мл фосфорной кислоты (удельный вес 1.75)
10 мл азотной кислоты (удельный вес 1.42)
10 мл уксусного альдегида
8 мл воды
на 4 минуты при комнатной температуре.
- Полоскание.

Керамика и стекла

Керамика и стекло образуют поверхностные микротрещины при шлифовке или полировке. Эти микротрещины уменьшают прочность материала, а также способствуют удержанию загрязнений на поверхности. Оксидная керамика и стекло могут подвергаться травлению в растворе фтористоводородной кислоты (HF) или кислого фтористого аммония, в результате которого происходит мягкое травление поверхности и притупление микротрещин.

Полимеры

Использование полимеров в вакуумной системе следует минимизировать. Если они все-таки используются, полимеры должны быть подвергнуты газовой очистке посредством вакуумной термической обработки до их установки в систему. Вакуумная термическая обработка должна выполняться при температурах ниже температуры распада материала. Время, необходимое для газовой очистки, будет разным в зависимости от истории материала. Для того, чтобы определить необходимое время и температуру для газовой очистки, следует провести исследования с использованием потери веса как функции времени и температуры [31, 32]. Водяной пар и растворители — это наиболее распространенные пары, получаемые в результате газовой очистки из полимеров, но в некоторых случаях могут образовываться полимеры с низким молекулярным весом. Можно сказать, что материал подвергнут «газовой очистке», когда он будет иметь менее 2% потери веса после того, как его выдерживали при температуре на 25 °C выше ожидаемой рабочей температуры в течение 24 часов при $5 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст. (ASTM E595—90), хотя в некоторых случаях применения может требоваться лучшее газовой очистке. Другой метод заключается в наблюдении за продуктами газовой очистки как функции времени и температуры.

4.9.1.2 Съёмные поверхности

Съёмные поверхности — это поверхности, которые обычно снимаются, обрабатываются или которые могут легко сниматься для очистки, в частности такие, как приспособления, оснастка, гильзы и экраны. В некоторых случаях съёмная поверхность может выбрасываться, в частности такая, как алюминиевая фольга, когда она используется в вакуумной системе. Обратите внимание на то, что типичная алюминиевая фольга покрывается растительным маслом и должна очищаться до того, как она будет использована в вакуумной системе.

Распространёнными материалами для съёмных поверхностей являются коррозионностойкая сталь и алюминий с некоторым использованием титана. Иногда может использоваться полимер для приспособления, и часто полимер обрабатывается в вакуумной системе. Если возможно, съёмные поверхности должны выглаживаться, как об этом уже говорилось. Если во время обработки загрязнения вакуумной поверхности не было, поверхность, которая была удалена из камеры, может зачищаться так, как это описывается в подразделе 4.9.2.3. При использовании вакуумной системы для нанесения пленки или покрытия, плазмы или нанесения химического пара низкого давления потребуется «очистить» поверхность от накопившегося отложения.

Гильзы и щиты

Съемная поверхность должна защищаться от коррозии или абразивного воздействия. Это может вызывать необходимость использования гильз и щитов в системе для защиты поверхности от среды обработки или минимизации потребности в последующей очистке.

Снятие материала

Снятие материала — это гермин, которым называется снятие больших количеств материалов с поверхности, обычно химическими или механическими средствами. Простейший способ снятия материала заключается в нанесении липкой ленты и вытягивании накопившегося отложения с поверхности. Это может облегчаться отделяющим реагентом на поверхности. Распространенными отделяющими реагентами являются углерод и нитрид бора (например Combat®), которые наносятся на вакуумную поверхность в водной суспензии. Освобождающие реагенты могут также наноситься на недемонтируемые поверхности и могут наноситься посредством разложения в тлеющем разряде пара углеводорода [34]. Оксид на поверхности коррозионностойкой стали действует в качестве естественного освобождающего реагента для пленок отложившихся материалов, таких как медь или золото, которые не являются очень активными по отношению к кислороду.

Накопленные отложения можно также удалить посредством абразива с помощью дробеструйной обработки и сухой или влажной обработкой стеклянной дробью [35—37], которые являются широко распространенными технологиями. Сухая обработка стеклянной дробью — это широко используемая технология очистки, но так же, как в случае других технологий абразивной обработки дробью, в результате обработки в мягких поверхностях могут оставаться осколки стекла. Дробеструйная обработка может также деформировать поверхность и захватывать загрязнение маслом, если поверхность не является чистой до дробеструйной обработки. Количество вкрапившейся дроби зависит от того, насколько долго используется стеклянная дробь, т. е. от степени поломки этой дроби. Растворимые в воде частицы могут использоваться для абразивной очистки и позволяют легко удалять растворимые в воде вкрапившиеся частицы. Например, частицы бикарбоната натрия (пищевая сода) размером 5 микрон, вовлеченные в высокоскоростной водный поток, могут использоваться для мягкой абразивной очистки. В некоторых случаях могут использоваться полимерные шарики [38].

В дробеструйной обработке используется дробь, в частности дробленый чугун, глинозем, кремнезем, пластмасса и т. д. различных размеров и форм, ускоряемая в потоке газа для деформирования и вырубки поверхности [39]. Частицы могут вовлекаться в высокоскоростной поток газа путем использования сифонной системы или системы давления, в частности такой, как пескоструйное оборудование. Кроме удаления сильного загрязнения, дробеструйная обработка делает поверхность шероховатой. Общество автомобильных инженеров (SAE) имеет спецификации по размеру дроби и типу, например Спецификация SAE J444 для чугунной дроби от G10 (максимальный размер 2820 микронов) до G325 (максимальный размер 120 микронов), в которой указывается процент по объему, допускаемый на стандартных ситах. Бомбардировка поверхности дробью походит на «дробеструйную обработку» и создает на поверхности сжимающее напряжение, которое может приводить к неприемлемому искажению тонких материалов.

В некоторых случаях поверхности приспособлений преднамеренно делаются шероховатыми для предотвращения легкого удаления накопившихся отложений, поскольку расслоение

отложившегося материала может быть источником частиц в вакуумной системе. Создание шероховатой поверхности, как правило, обеспечивается с помощью дробеструйной обработки.

Химическое травление может часто использоваться для удаления накопления отложений [40] без воздействия на материал, находящийся в толще детали. В таблице 2 приводятся ряд растворов для травления, которые могут использоваться для удаления указанного материала. Также приводятся некоторые плазмы, которые могут использоваться для удаления указанного материала. Химическое травление также используется для удаления покрытий с деталей с покрытием для «доработки» деталей.

В экстремальных случаях поверхность должна очищаться посредством агрессивных технологий, в частности таких, как механическая абразивная очистка. Может использоваться влажная или сухая механическая абразивная обработка с использованием абразивной подушки Scotchbrite® или наждачная бумага, хотя эти технологии стачивают поверхность и увеличивают площадь поверхности.

Механические свойства поверхности

Механические свойства поверхности могут оказывать воздействие на генерирование частиц в вакуумной системе. Хрупкие (легко разламывающиеся) поверхности будут генерировать частицы в силу абразивного изнашивания и износа в системе. Вибрация системы может способствовать этому источнику частиц.

Износ поверхности зависит от пористости, твердости, коэффициента трения и стойкости на излом поверхностей, находящихся в соприкосновении. Для уменьшения износа поверхности должны быть совершенно плотными, быть, насколько практически возможно, твердыми и обладать сжимающим напряжением. Поверхности металлов могут упрочняться посредством дробеструйной обработки, которая также вводит сжимающее напряжение, посредством покрытия твердым металлом, а также посредством химической конверсии, в частности азотирования и борирования [41].

Поверхности могут упрочняться путем образования дисперсных фаз нитрида, карбида или борида в области, близкой к поверхности, посредством тепловой диффузии реакционноспособных частиц в поверхность. Стали, содержащие алюминий, хром, молибден, ванадий или вольфрам могут упрочняться посредством тепловой диффузии азота в поверхность. Как правило, азотирование осуществляется при 500—550 °C в течение 48 часов в газовой атмосфере, обеспечивая глубину цементации, равную нескольким сотням микронов. При науглероживании содержание углерода низкоуглеродистой стали (0,1—0,2%) увеличивается до 0,65—0,8% посредством диффузии из углеродосодержащего пара приблизительно при 900 °C. Науглероживание совместно с азотированием — азотонауглероживание — может выполняться на черных металлах путем диффузии как углерода, так и азота. Азот диффундирует быстрее углерода, поэтому под науглероженным слоем образуется богатый азотом слой и, в случае закаливания, увеличивается предел усталости науглероженного слоя. Упрочнение посредством борирования может выполняться на любом материале, имеющем составляющий компонент, который образует стабильный борид, в частности такой, как Fe_2B , CrB_2 , MoB или NiB_2 .

Использование плазмы для ионной бомбардировки усиливает химические реакции и скорости диффузии, а также обеспечивает нагревание субстрата и *локальную* очистку посредством распыления. Как правило, для азотирования стали используется плазма, содержащая NH_3 , N_2

Таблица 2. Химические травители для удаления поверхностных слоев систем, приспособлений и подложек

Удаляемый материал	Травитель	Соотношение (по объему)	Используют на следующих поверхностях	Может повреждать
Al	$\text{H}_3\text{PO}_4/\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}$	20:25	Коррозионностойкая сталь (SS), Стекло (G), Керамика (C)	Cu
	NaOH BCl_3 (плазма)	Молярное	SS, G, C	Ti, Ag
C	H_2O_2	10—30%	SS, G, C	Cu, Fe
	KOH/ H_2O	Насыщенный/ горячий	G, C	
	O_2 (плазма)		SS, G, C	Ag, Cu
	H_2 (плазма)		SS, G, C	
Cr	HCl/глицерин	1:1	SS, G, C, Cu	Fe
	$\text{KMnO}_4/\text{NaOH}/\text{H}_2\text{O}$	5 г:7,5 г:30 мл	SS, G, C	Al
Cu	$\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}$	1:1	SS, G, C	Fe
Au	HCl/ HNO_3 (царская водка)	3:1	G, C	SS, Cu
Fe	HCl/ H_2O	1:1	SS, G, C	
Mo	$\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}$	1:1:3	SS, G, C	Cu, Fe
	H_2O_2	10—30%	SS, G, C	Cu, Fe
Ni	$\text{HNO}_3/\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2/\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$	1:1:1	SS, G, C	Cu
Pd	HCl/ HNO_3	3:1	G, C	SS, Cu
Ag	$\text{NH}_4\text{OH}/\text{H}_2\text{O}_2$ — 30%	1:1	SS, G, C, Cu	
Ta	HF/ HNO_3	1:1	SS	G, C, Cu
Ti	$\text{NH}_4\text{OH}/\text{H}_2\text{O}_2$ — 30%	1:2	SS, G, C, Cu	
W	HF/ HNO_3	1:1	SS	G, C, Cu
	H_2O_2	30%	SS, G, C	Cu, Fe
	CF_4+O_2 (плазма)		SS	Cu, G, C
Si	HF/ HNO_3	1:1	SS	G, C, Cu
	CF_4+O_2 (плазма)		SS	Cu, G, C
Ti-W	H_2O_2	30%	SS, G, C, Al	
TiN	$\text{H}_2\text{O}_2/\text{NH}_4\text{OH}(30\%)/\text{H}_2\text{O}$	1:1:1	SS, G, C, Al	
	HF/ H_2O	1:1	SS, Cu	G, C
	CF_4+O_2 (плазма)		SS	Cu, G, C
NiCr	$\text{NH}_4\text{OH}/\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}$	1:1:3	SS, G, C, Cu	
SiO_2	HF/ H_2O	1:1	SS, Cu	G, C
	CF_4		SS, Cu	G, C
ZrO_2	$\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}$	1:1	G, C	
	HF/ H_2O	1:1	SS, Cu	G, C
MgF_2	$\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}$	1:1	G, C	
SiO	HF/ H_2O	1:1	SS, Cu	G, C
Покрыв. Cd	$\text{NH}_4\text{NO}_3/\text{H}_2\text{O}$	120г/литр	Сталь, латунь, Силань, Cu	
Покрыв. Zn	HCl/ H_2O	120мл/литр	Сплавы Cu	

или $N_2 - H_2$ (9:1, т. е. формирующий газ), наряду с нагреванием субстрата до 500—600 °С. Процессу плазма-азотирования был дан термин «ионоазотирование». Бомбардировка из плазмы азота может использоваться для азотирования плазмой стальной поверхности до нанесения покрытия PVD-TiN. Науглероживание плазмой выполняется в среде углерода. В табл. 3 указаны некоторые свойства материалов, которые были азотированы и борированы.

Таблица 3. Упрочнение поверхностей посредством диффузии

Обработка	Субстрат	Микротвердость (кг/мм ²)	Толщина цементированного слоя (микроны)
Науглероживание	Сталь: с низким содержанием С, средним содержанием С, С-Mn, Cr-Mo, Ni-Mo, Ni-Cr-Mo	650—950	50—3000
Азотирование (ионное)	Сталь: Al, Cr, Mo, V или W, аустенитная коррозионностойкая сталь	900—1300	25—750
Азотонауглероживание	Сталь: с низким содержанием С, средн. С, Cr, Cr-Mo, Ni-Cr-Mo	550—950	25—750
Борирование	Сталь: Mo, Cr, Ti, чугун Fe, сплавы на основе кобальта; сплавы на основе никеля	1600—2000	25—500

Коэффициент трения можно снизить за счет покрытия твердым материалом с низким трением, низким давлением пара, в частности таким, как дисульфид молибдена [42]. В видах применения с высоким крутящим моментом поверхности могут покрываться металлом с низким срезом, в частности золотом, серебром или свинцом, которые будут действовать в качестве смазочного вещества. Следует отметить, что графит хорошей смазкой в вакууме не является из-за отсутствия влаги. Масла будут сливаться в сторону от контактной точки.

4.9.1.3. Обрабатываемые детали

Когда вакуумная система используется для обработки, вводимые в нее детали будут способствовать увеличению газовой нагрузки и загрязнения в системе. Это воздействие должно быть стабильным от цикла к циклу, если обработка должна быть воспроизводимой. Газовая нагрузка и загрязнение от обработки при конкретном количестве деталей и связанными с этим приспособлениями должны определяться и вводиться в качестве коэффициента в первоначальную конструкцию вакуумной системы. Поверхность деталей, обрабатываемых в вакуумной системе, может изменяться с точки зрения их морфологии, химического состава или механических свойств.

Морфология поверхности

Морфология поверхности вводимых в вакуумную систему деталей может быть важной для «вводимого загрязнения». Шероховатые поверхности будут иметь большую площадь, что будет оказывать воздействие на удаление водного пара во время откачки и будет стремиться к удержанию частиц, которые могут выпускаться в вакуумную систему.

Химический состав

Газовыделение и обратная диффузия к поверхности из толщи материала может представлять собой основное беспокойство для результатов работы вакуумной системы, в особенности если имеет место нагревание в результате эксплуатации системы или от вакуумной обработки. Ме-

таллы, как правило, выделяют водород, который часто не имеет никакого значения для вакуумного вида применения.

Полимеры выделяют водяной пар, пары раствора и абсорбированные газы. Их часто можно удалить до приемлемого уровня путем вакуумной термической обработки до того, как в вакуумную систему будут помещены полимер. В некоторых случаях система вакуумной откачки должна будет выдерживать газовую/паровую нагрузку от этого источника во время обработки. Полимеры могут также диффундировать (осуществлять обратную диффузию) фракций с низкой молекулярной массой к поверхности без испарения. Эти поверхностные загрязняющие вещества могут затем оказывать воздействие на обработку посредством испарения при нагревании. В некоторых случаях эти загрязняющие вещества могут герметично запираться с помощью первого слоя двухслойного покрытия на поверхности полимера.

4.9.2. Внешняя очистка

Очистка — это сокращение загрязнения до уровня, приемлемого в том процессе, для которого нужен вакуум. Внешняя очистка или очистка *ex situ* (т. е. за пределами вакуумной системы) определяется как использование процессов очистки, выполняемых в окружающей среде или связанных с отдельной единицей очищающего оборудования. Процессы очистки *in situ* выполняются в вакуумной системе, используемой для обработки. Как правило, очистка *in situ* используется для удаления повторного загрязнения, которое происходит после очистки *ex situ*. Однако в некоторых случаях, в частности когда система была загрязнена обратным потоком масла, травлением плазмой или обработкой с химическим осаждением пара, усиленным плазмой (PECVD), очистка *in situ* может использоваться для очистки очень загрязненных вакуумных поверхностей без разборки.

Внешняя очистка может варьироваться от очень мягкой очистки, такой, как протирание этанолом, до очень агрессивной очистки, где поверхность подвергается травлению [43]. Нереально и не экономично пытаться достигнуть чистоты типа сверхвысокого вакуума, если требования этого не предусматривают. В некоторых случаях элемент вакуумной системы, например приспособление, используемое в вакуумном осаждении, может очищаться много раз. Со временем это может приводить к изменениям в поверхности, в частности к таким, как увеличение шероховатости поверхности. Часто при использовании деталей, частей и компонентов, закупленных у поставщика, процесс очистки может быть упрощен, если заказать очистку, транспортировку и укладку, предоставляемые поставщиком. Это может означать увеличение стоимости, но это может сократить проблемы конструктора системы. На рынке предлагаются коммерческие услуги по выполнению очистки и укладке.

4.9.2.1. Загрязняющие вещества и процесс загрязнения

Вакуумная система часто используется для некоторых типов обработки, в частности, таких как вакуумная герметическая обработка, сушка вымораживанием или нанесение покрытия осаждением паров (PVD). Загрязняющее вещество — это материал на поверхности или в газовой фазе, который мешает обработке или приводит к получению неприемлемой продукции. В качестве практического вопроса «чистая» поверхность — это поверхность, не содержащая никаких значительных количеств загрязнения; таким образом, то, что представляет собой чистую поверхность, зависит от требований. Для обработки с нанесением покрытия осаждением паров общее загрязнение, в частности такое, как поверхностный слой, может вызывать низ-

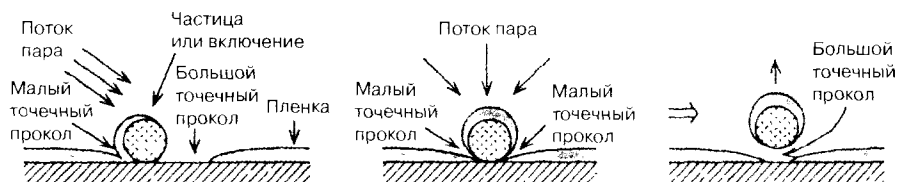


Рис. 1. Образование точечных проколов и шелушение материала вследствие осаждения частиц на поверхности

кую плотность нуклеации осаждающейся пленки, приводя к слабой общей адгезии пленки к поверхности и препятствуя хорошему электрическому контакту в случае наносимых электрических контактов. Местное загрязнение (пленка или частица) может приводить к локально слабой адгезии пленки к поверхности, создавая точечные проколы в пленке. Например, на рис. 1 показано воздействие загрязнения частицами на образование точечных проколов в тонкой нанесенной вакуумом пленке, в частности такой, как зеркальное покрытие или металлизация полупроводников. Если частица отделяется в вакуумной системе («шелушение точечных проколов»), она образует в системе загрязнение частицами. Очистка должна решать вопросы, связанные с локальными условиями поверхности, в частности такими, как пористость, заложенные частицы, ступеньки, шероховатость и т. д., которые сказываются на свойствах пленки, образуют точечные проколы и локальную потерю адгезии. Загрязняющие вещества в вакуумной системе можно разделить на следующие категории:

- газовое загрязнение (например, остаточные газы);
- паровое загрязнение (например водяной пар, масляные пары);
- жидкостное загрязнение (например масла на поверхностях);
- твердое загрязнение (например органические и неорганические частицы).

Загрязнение, связанное с системой, — это загрязнение, источником которого является вакуумная система. Загрязнение, связанное с процессом, — это загрязнение, относящееся к обрабатываемому материалу и материалам или приспособлениям, используемым в обработке и «привносимым» в вакуумную систему.

4.9.2.2 Очистка недемонтируемых поверхностей

Хочется надеяться, что недемонтируемые поверхности не потребуют масштабных способов очистки даже при повторном использовании. Частицы могут удаляться из вакуумной камеры с помощью специализированного пылесоса с эффективным фильтрующим материалом, в частности таким, как HYSURF® (DuPont).

Поверхности из коррозионностойкой стали

Вакуумные поверхности из коррозионностойкой стали, загрязненные в результате случайного контакта с окружающей средой, могут очищаться без нарушения естественного оксидного слоя с помощью нейтрального раствора моющего вещества с последующим тщательным полосканием в деионизированной воде и сушкой с помощью обезвоженного этанола или протиранием перхлорэтаном или трихлорэтаном с нейтральным pH с последующим протиранием ацетоном, обезвоженным этанолом или метанолом и сушкой [4].

Поверхности из других материалов

Алюминий [23], медь, стекло и керамика могут очищаться при помощи перхлорэтана или трихлорэтана с нейтральным pH с последующей обработкой ацетоном и полосканием обез-



воженным этанолом. Полимеры, в частности такие, как неоприн, Viton® и Teflon®, должны очищаться метанолом или изопропанолом и если обязательным требованием предусматривается низкое газовыделение, перед использованием они должны подвергаться вакуумной термической обработке. Для герметизации эластомера может быть желательным слегка смазать уплотнение смазочным веществом с низким давлением пара перед сборкой.

4.9.2.3. Очистка съёмных поверхностей

Поверхности, находящие снаружи вакуумной системы, должны очищаться как можно более тщательно. Внешняя очистка включает «валовую очистку» для удаления больших количеств загрязняющих веществ, часто путем удаления некоторого количества поверхностного материала и «конкретную очистку», которая направлена на удаление конкретных загрязняющих веществ, в частности таких, как частицы или углеводороды. Чистая среда обработки и соответствующая транспортировка, а также хранение после внешней очистки — это важные факторы с точки зрения минимизации повторного загрязнения очищенной поверхности до того, как она будет помещена в вакуумную систему.

Удаление частиц

Способность удалять частицы с поверхности зависит от размера, формы и состава частиц, а также поверхности, к которой они прилипают [44—46]. Удаление частицееобразующих загрязняющих веществ с поверхности лучше всего выполняется посредством механического возмущения в текущей жидкостной среде [47]. Механическое возмущение должно выполняться в жидкостной среде, содержащей моющие вещества и смачивающие реактивы, и жидкость должна непрерывно фильтроваться. Сухая или влажная очистка щеткой часто используется для удаления частиц. Для сухой чистки щеткой используется верблюжья шерсть и мохер. Полипропилен, Teflon® и Nylon® используются для влажной очистки щеткой. Механическая чистка щеткой часто сопровождается струями жидкости под высоким давлением (15—20 МПа).

Методы обдува для удаления частиц обладают преимуществом, заключающимся в том, что они могут выполняться после того, как детали будут помещены в приспособления и даже в системе нанесения. Наилучшим средством обдува является использование профильтрованного газа из бака жидкого азота. Газ фильтруется с помощью фильтра 0,2 микрона или меньше в сопле, и сопло должно допускать ионизацию газа с помощью радиоактивного или электронного источника. Ионизированный газ должен использоваться при обдуве поверхностей изоляторов/органических поверхностей для предотвращения накопления электростатического заряда на поверхности изолятора.

Как правило, распыленная жидкость является эффективной для удаления больших частиц, но неэффективной для удаления частиц меньше микрона [47]. При ультразвуковой очистке (смотрите следующий подраздел) струйное действие, вызываемое сдуваемым кавитационным пузырьком, действует в качестве распыления жидкости под высоким давлением, которое выбивает частицу со своего места. Ультразвуковая струя хорошо удаляет большие частицы, но по мере уменьшения размера частицы до уровня меньше микрона уменьшается эффективность очистки.

Частицы могут удаляться с поверхностей посредством покрытия поверхности жидким полимером, его отверждения и последующего обдирания его с поверхности. Этот способ используется в оптической промышленности для удаления частиц с зеркальных поверхностей и

защиты поверхностей от абразивного действия во время сборки [48]. Существует много типов обдирных слоев, каждое покрытие оставляет различные остатки после обдирания и имеет разную коррозионную совместимость с поверхностями.

Удаление пленок загрязняющего вещества

Абразивы

Абразивные порошки в пасте или жидкостном носителе играют полезную роль в удалении пленок загрязняющего вещества. Осажденный карбонат кальция (CaCO_3), CeO [49] и Snow-Floss® (диатомитовая земля с удаленным карбонатом кальция, оставляющая хрупкую сетку кремнезема) используются для очистки стеклянных поверхностей посредством мягкого абразивного действия.

Использование «снега» CO_2 в качестве абразива является полезным для уменьшения частиц и пленок (50—52). «Снег» диоксида углерода может образовываться посредством адиабатического охлаждения сжатого газа CO_2 . Размер частиц снега зависит от геометрии расширительного сопла и потока газа и может варьироваться в пределах широкого диапазона. Снег CO_2 мягкий, и как было доказано, является хорошим абразивным очищающим средством, не повреждающим чувствительные поверхности, в частности такие, как зеркала и другую оптику. Снег CO_2 демонстрирует некоторое сольватирующее действие, которое, вероятно, связано с жидкой фазой между статкивающейся частицей и поверхностью. Если снег изготовлен из CO_2 высокой чистоты, он не оставит никаких остатков на поверхности. Эта технология удаляет частицы, отпечатки пальцев и силиконовое масло с поверхностей и, как было установлено, является эффективным растворителем-очистителем для удаления углеводов во многих случаях. Более тяжелые масла он удаляет не очень хорошо. Значительной переменной обработки является чистота сжатого газа CO_2 , и в систему очистки должно включаться очистительное устройство. Коммерческие очистительные аппараты со снегом CO_2 имеются в продаже.

Химическое травление

Химическое травление может использоваться для удаления материала поверхности наряду с загрязняющими веществами. Это очень полезная технология для достижения «известного» состояния поверхности [53—55]. Химические травители могут быть крайне разборчивыми в своем действии. Это может приводить к предпочтительному травлению границ зерен или определенным кристаллографическим ориентациям. Травление удаляет поверхностные слои, в частности такие, как окислы, исключает или притупляет поверхностные трещины в хрупких материалах, а также удаляет сильно прилипающие загрязняющие вещества. Самые распространенные химические травители для стекла включают бифторид натрия или аммония (например 100 грамм соли бифторида аммония в 800 см³ деионизированной воды), тринатрий фосфат (мягкий травитель) и фтористоводородную кислоту (очень сильный травитель). Эти материалы являются опасными, и с ними необходимо обращаться с соответствующими предосторожностями во избежание травм. При использовании травителей для очистки следует проявлять осторожность, чтобы предотвратить селективное удаление составляющих частей поверхности, являющихся важными для дальнейшей обработки [56]. Иногда химическое травление не удаляет некоторые составные части с поверхности и оставляет «пыль», которую следует удалять дополнительным травлением. Например, травление сплавов алюминия гидроксидом натрия (NaOH) оставляет медную и/или кремневую пыль на поверхности. Медная

пыль может быть удалена азотной кислотой (HNO_3), а медно-кремниевая пыль может удаляться с помощью травления HNO_3/HF .

Реактивная плазменная очистка [57] может называться сухой химической чисткой в том смысле, что летучий продукт реакции образуется и покидает поверхность. Как правило, газ, содержащий хлор или фтор, обеспечивает реактивный компонент. Эта технология используется для чистки *in situ* (внутренней очистки) некоторых вакуумных систем обработки, в частности таких, как системы, используемые для PECVD, и плазменного травления (подраздел 4.9.4.2).

Очистка растворителем

Некоторые загрязняющие вещества могут удаляться с поверхностей растворителями, которые растворяют (переводят в раствор) конкретные загрязняющие вещества. Полярные растворители, в частности такие, как вода и водно-спиртовые смеси, используются для растворения ионных материалов (солей), являющихся полярными загрязняющими веществами. Неполярные растворители, в частности такие, как хлорированные растворители, состоящие из углеводородов, используются для удаления неполярных загрязняющих веществ, в частности таких, как консистентная смазка. Часто применяется смесь растворителей для растворения как полярных, так и неполярных загрязняющих веществ. Растворители могут сильно отличаться друг от друга по своей способности растворять загрязняющие вещества, и их эффективность необходимо определять посредством определения «параметра растворимости» для конкретных загрязняющих веществ. Параметр растворимости — это максимальное количество (количество насыщения) загрязняющего вещества, которое может быть растворено в конкретном количестве растворителя. В качестве растворителей используются многие нехлорированные материалы на основе углеводородов или нефти. Одним из наиболее распространенных растворителей является ацетон (CH_3COCH_3). Ацетон весьма эффективно удаляет консистентные смазки, но имеет тенденцию оставлять остатки и является весьма пожароопасным. После очистки ацетоном или «протирания» должно следовать полоскание в метаноле или протирание метанолом для удаления остатков. Например, последовательность очистки — протирания растворителем следующая: трихлорэтилен — ацетон — метанол — изопропанол.

Хлорированные углеводородные неполярные растворители, в частности такие, как трихлорэтилен, часто являются предпочтительными по сравнению с растворителями на углеводородной или нефтяной основе из-за своей более низкой пожароопасности (т. е. более высокой точки вспышки, как это определено ASTM D1310—63). Однако в силу токсичности и канцерогенных свойств некоторых из этих материалов они должны использоваться на хорошо вентилируемых участках, или пары должны содержаться в закрытой системе рециркуляции. Летучие органические соединения (VOC) — это соединения, у которых точки кипения ниже 138°C . Выброс VOC в окружающую среду регулируется местными законами, законами штата и федеральными законами. Для соблюдения этих норм, возможно, потребуется перерабатывать материал путем конденсации паров или термического уничтожения паров сжиганием [58], т. е. вместо того, чтобы выпускать их в атмосферу.

Хлорфтороуглеродные (CFC) растворители являются более стабильными и менее токсичными по сравнению с хлорированными растворителями; однако хорошо обоснованное истощение атмосферного озона и спорное увеличение парникового эффекта привели к запрету их применения. С 1 января 1996 года CFC в Соединенных Штатах не производится. Другие

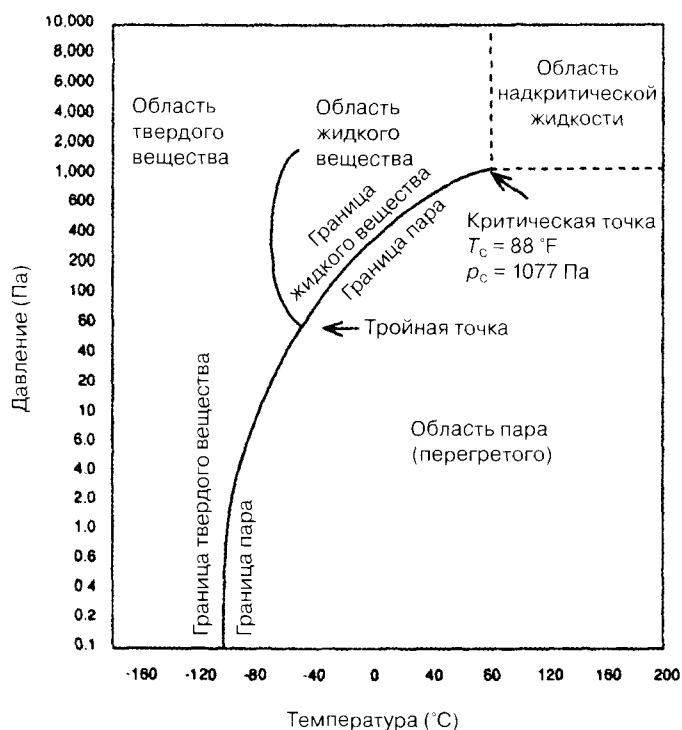


Рис. 2. Диаграмма фазового равновесия для чистого CO_2 ¹

возможные растворители для удаления консистентных смазок — это растворители на основе N-метил-2-пирролидона [59, 60], растворители на основе терпена, а также Fluoroinerts®, не содержащие углеводородных связей. В литературе сообщается о том, что терпены могут быть во многих случаях такими же эффективными, как CFC, хотя они характеризуются большей тенденцией оставлять после себя остатки. Терпены страдают от того, что у них низкие точки вспышки (приблизительно 50 °C) и уменьшенные низкие взрывные пределы (LEL) по сравнению с CFC. В других методах используются нелинейные спирты и исключительно водная очистка [61]. Данная область разработок растворителей быстро изменяется.

Другой тип растворителей — это надкритические жидкости. Если газ, в частности такой, как CO_2 , подвергнуть сжатию до «критического давления» ($\text{CO}_2 = 7,5$ МПа), он будет сжиматься и станет «критической жидкостью». Если его также нагреть выше его «критической температуры» ($\text{CO}_2 = 31,1$ °C), он станет надкритической жидкостью (SCF), как показано на рис. 2. Критические и надкритические жидкости являются хорошими растворителями для многих неполярных или слегка полярных органических веществ со средним молекулярным весом. Чем больше у них плотность, тем лучше их растворяющая способность.

Плотность растворителей можно очень легко повышать, когда они находятся в надкритическом состоянии. Было доказано, что двуокись углерода характеризуется параметром растворимости Гильдебранда, который может колебаться от 0 в газе до 10 при надкритических условиях высокого давления [62]. Значения от 6 до 8 — это типичные значения, которые являются приблизительно такими же, как гексан и тетрахлорид углерода. Надкритическая жидкость

¹ 1 фунт на квадратный дюйм равен 6895 Па. Для перевода градусов Фаренгейта в градусы Цельсия можно воспользоваться формулой: $^{\circ}\text{C} = (5/9)(^{\circ}\text{F} - 32)$. — Прим. ред.

CO₂ (SCF-CO₂, критическая точка 31 °C, давление 74 бара) характеризуется преимуществом, заключающемся в том, что она стабильна, имеет низкую токсичность, минимальную стоимость, является растворителем для многих органических материалов и продемонстрировала потенциал использования в качестве технологии очистки растворителем [63]. В табл. 4 показаны типичные рабочие параметры очистки SCF.

Таблица 4. Рабочие параметры для очистки CO₂ с использованием SCF

Параметр	Диапазон
Давление	1450—350 фунтов на кв. дюйм
Температура	100—185 °F
Плотность SC CO ₂	30—50 фунтов/фут ³
Скорость потока (расход) SC CO ₂	2—11 футов/час.
Время очистки	0.5—3 часа

Омыляющие вещества

Щелочные очищающие вещества (как правило, на основе силиката и фосфата) — это омыляющие вещества, которые преобразуют органические жиры в растворимые в воде мыла. Щелочные очищающие вещества имеют pH, равный приблизительно 11, и, как правило, используются горячими [64]. После использования щелочных очищающих веществ поверхность нужно окунуть в кислоту перед полосканием в воде, поскольку соли щелочи прочно прилипают к поверхностям. Чистые оксидные поверхности сильно адсорбируют углеводороды и моющие вещества, или растворители обычно полностью не удаляют углеводороды; щелочные или окислительные очищающие вещества должны использоваться для удаления остальных углеводородов. Сильные щелочные очищающие вещества могут травить алюминий и окисные поверхности, в особенности стекло, и концентрация раствора (pH), температура и время воздействия должны контролироваться тщательным образом.

Очистка моющими средствами

Очистка моющими средствами (мылом) является технологией сравнительно мягкой очистки [65]. Моющее средство окружает загрязняющие вещества, переводя их в суспензию (взвесь), фактически не растворяя материал. Этому действию способствуют смачивающие реагенты и поверхностно-активные вещества, которые ослабляют крепление загрязняющих веществ к поверхности. Жидкое мыло для посудомоечной машины — это отличное моющее средство для многих видов применения, в частности таких, как очистка поверхностей полимеров. Большой проблемой, связанной с мылами, является то, что ионы металла, в частности такие, как кальций и магний, которые находятся в жесткой воде, делают мыла нерастворимыми, оставляя таким образом остаток. Во всех случаях должна использоваться деионизированная вода (DI) для очистки моющим средством, свободная от остатков. Многие моющие вещества содержат фосфаты, которые могут быть экологически вредными и подпадать под регулирование, касающееся загрязнения окружающей среды.

Поверхностное натяжение

Способность смачивать поверхность зависит от сил поверхностного натяжения жидкости. Чем ниже поверхностное натяжение, тем лучше жидкость может смачивать поверхность и проникать в мелкие отверстия. Поверхностное натяжение чистых оксидных слоев приближа-

ется к 1000 дин/см. Поверхностное натяжение воды может быть снижено добавлением химических веществ. В табл. 5 указывается поверхностное натяжение некоторых водных растворов:

Таблица 5. Поверхностное натяжение жидкостей

Материал		Поверхностное натяжение (в воздухе), мДж/м ² (дин/см)
Чистая H ₂ O	при 18 °C	= 73,05
	при 50 °C	= 67,91
	при 100 °C	= 58,9
<i>n</i> -пропанол	при 25 °C	= 23,32
H ₂ O + 30% по объему <i>n</i> -пропанола	при 18 °C	= 26,9
Этиловый спирт	при 30 °C	= 21,5
H ₂ O + 50% по объему этанола	при 30 °C	= 27,5
1000 г H ₂ O + 34 г NH ₄ OH	при 18 °C	= 57,05
1000 г H ₂ O + 17,7 г HCl	при 20 °C	= 65,75
1000 г H ₂ O + 14 г NaOH	при 18 °C	= 101,05
1000 г H ₂ O + 6 г NaCl	при 20 °C	= 82,55

Поверхностно-активные вещества

Поверхностно-активные вещества — это родовое название поверхностно-активных реактивов, которые понижают межповерхностную энергию находящихся в контакте материалов. Поверхностно-активные вещества, используемые с водой, имеют как гидрофобную, так и гидрофильную группы. Они растворяются в воде благодаря своим гидрофобным группам и снижают энергию поверхности воды до приблизительно 30 мДж/м². Поверхностно-активные вещества собираются на стыке между несмешивающимися веществами, в частности такими, как масло и вода, и снижают межповерхностную энергию. Лучше всего использовать поверхностно-активные вещества в деионизированной воде.

Регуляторы pH и хелатные соединения

В растворах используются регуляторы pH, способствующие очищающему действию. Как правило, можно прийти к выводу, что основные растворы очищают лучше, чем кислотные растворы, если речь не идет о химическом травлении. pH очищающего раствора часто регулируется до основного с помощью аммиака или гидроксида аммония. Хелатные соединения сохраняют в растворе обычно нерастворимые фосфаты, которые образуются при очистке моющим веществом в жесткой воде. В растворе для очистки стекла часто используются хелатные соединения, в частности такие, как этилен диамин тетраацетатная кислота и лимонная кислота с солями, содержащими суррогаты гидроксила и амина.

Реактивная очистка

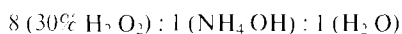
В реактивной очистке используются жидкости, газы, пары или плазмы для реакции с загрязняющим веществом, в результате чего образуется летучий или растворимый продукт реакции.

Жидкости

Реактивные очищающие жидкости — это часто окисляющие растворы. Многие системы на основе кислоты могут использоваться в качестве окислителей. Одна система, широко используемая в полупроводниковой отрасли, — это «раствор пираньи». Раствор пираньи — это горячая (>50 °C) концентрированная серная кислота плюс пересульфат аммония [66]. Добавление

твердого персульфата аммония в горячую серную кислоту образует надсерную (перпироксерную) кислоту, которая, реагируя с водой, образует H_2SO_5 (кислота Каро), которая далее распадается и образует свободный атомарный кислород. Персульфат аммония должен добавляться непосредственно перед погружением детали в раствор. Эффективность этой технологии окисления можно доказать, если вначале поместить кусок бумаги в горячую серную кислоту, где она обуглится, затем добавить персульфат аммония и посмотреть, как уголь исчезнет. За этой обработкой иногда следует крапкое окунание в раствор 10:1 воды и HF или погружение на 20 минут в горячий раствор перекиси водорода и гидроксида аммония в соотношении $\text{H}_2\text{O} : \text{H}_2\text{O}_2$ (30%) : NH_4OH (29%) при 80 °C. В еще одном окисляющем растворе используется стабилизированная серная кислота и перекись водорода.

Перекись водорода H_2O_2 — это хороший окисляющий раствор для очистки стекла. Часто используется кипящая 30%-ная нестабилизированная H_2O_2 . Наиболее распространенная перекись водорода является стабилизированной, благодаря чему уменьшается выпуск свободного кислорода. Нестабилизированная H_2O_2 должна храниться в холодильнике для замедления разложения. Перекись водорода иногда используется с гидрооксидом аммония для увеличения комплексообразования поверхностных загрязнителей и используется в следующем соотношении:



Однако скорость распада H_2O_2 значительно увеличивается в результате комбинирования с гидроксидом аммония.

Окисляющая очистка может выполняться с помощью химических реагентов, содержащих хлор. Например, водная взвесь дихлоронзоцианурата натрия (т. е. хлора в бассейне), в которой содержится 63% имеющегося хлора, может использоваться для очистки окисной поверхности для снятия загрязнения углеводородами. Здесь сочетается механическая очистка с окислением и улучшается очищающее действие.

Газы

В данном методе очистке используется реактивный газ при высокой температуре, образующий летучий материал. Например, при зажигании на воздухе окисной поверхности происходит окисление всех углеводородов, и они становятся летучими. Огонь на воздухе при высокой температуре — это отличный способ очищения поверхностей, свойства которых не ухудшаются при высокой температуре [67, 68]. Например, глинозем можно очистить от углеводородов путем нагревания в воздухе до 1000 °C. Определенную осторожность следует проявлять при сгорании в печи, поскольку генерация частиц от футеровки печи может быть источником нежелательных частиц, а натрий от изолирующего материала может быть нежелательным загрязняющим веществом для производства полупроводниковых устройств. Самоочищающиеся кухонные плиты осуществляют очистку путем окисления приблизительно при 425 °C.

Окисление озоном (O_3), созданным ультрафиолетовым излучением (UV) при атмосферном давлении и низкой температуре, является полезным для удаления углеводородов. Ультрафиолетовое излучение также вызывает разрыв связей загрязняющих веществ, содержащих углеводороды, что способствует очистке. Очистка UV/ O_3 в значительной степени упростила производство, хранение и техническое обслуживание поверхностей, свободных от углеводородов [69, 70].

UV получается посредством лампы с парами ртути в кварцевой оболочке, так что передается как излучение 1849 Å, так 2537 Å. Излучение с короткой длиной волны генерирует озон и вызывает разрезание связей в загрязняющих веществах, содержащих углеводороды. Ртутные лампы могут изготавливаться по специальному заказу самых различных форм для конкретных видов применения. Озон адсорбирует UV, поэтому поверхности должны находиться как можно ближе к источнику UV. Интенсивность излучения UV должна поддерживаться приблизительно на уровне 1—10 милливольт/см² на поверхности. В камере UV/O₃ воздух может быть без движения или перетекать потоком. Если используется движущийся потоком воздух, воздух должен фильтроваться. В правильно работающей системе озон может обнаруживаться по запаху, когда камеру открывают. Запах аналогичен запаху воздуха после грозы и указывает на то, что концентрация озона составляет менее 10 частей на миллион по объему (ppmbv). Более высокие концентрации озона повреждают обонятельные нервы и являются вредными.

Типичным временем воздействия при очистке UV/O₃ является время от нескольких минут для снятия нескольких мономолекулярных слоев загрязнения, содержащего углеводороды, до часов или дней или недель для хранения очищенных поверхностей. Технология очистки UV/O₃ характеризуется преимуществом, которое заключается в том, что данная технология может использоваться в качестве сухой линейной технологии очистки [71]. Технология UV/O₃ также полезна для очистки отверстий (сквозные отверстия) в поверхностях [72].

Плазмы

Очистка плазмой может выполняться в плазменной системе, отдельной от системы нанесения. В реактивной очистке плазмой используются реактивные компоненты в плазме для реагирования с загрязняющими веществами с целью образования летучих компонентов, покидающих поверхность при гораздо более низких температурах, чем температуры, необходимые для реактивной газовой очистки. Дополнительное требование к реактивной очистке плазмой заключается в том, чтобы очистка не оставляла за собой остатки. Кислород (из чистого «стерильного» воздуха) и водород (чистый как «образующий газ») — это самые распространенные материалы, используемые для вакуумных поверхностей плазменной очистки как в качестве внешнего процесса очистки, так и в качестве технологии очистки *in situ* (внутренней очистки) (подраздел 4.9.4.2) [74].

Кислородные (или воздушные) плазмы являются очень эффективными для удаления углеводородов и поглощенного водяного пара с поверхностей. Реакция кислорода с углеродом на поверхности может контролироваться с помощью масс-спектрометра для наблюдения за CO и получающегося CO₂. Водородные плазмы могут использоваться для удаления загрязнения углеводородом, когда кислородные плазмы являются неприемлемыми. Эта технология использовалась для очистки вакуумных поверхностей (коррозионностойкой стали) в термоядерных реакторах [76]. Водородные плазмы использовались для очистки металлов [77] и полупроводниковых материалов [78].

На рис. 3 показано типичное плазменное очищающее устройство, где плазма генерируется ВЧ-разрядом, и подлежащие очистке поверхности находятся на «дистанционном» местонахождении или «местонахождении послесвечения», а не в области генерации плазмы. На рис. 4 показаны процессы, которые происходят на поверхности, находящейся под действием плазмы. Плазма достигает потенциала (потенциал оболочки), который является отрицательным по отношению к плазме, и ионы ускоряются от плазмы к поверхности. Для случая «холодной

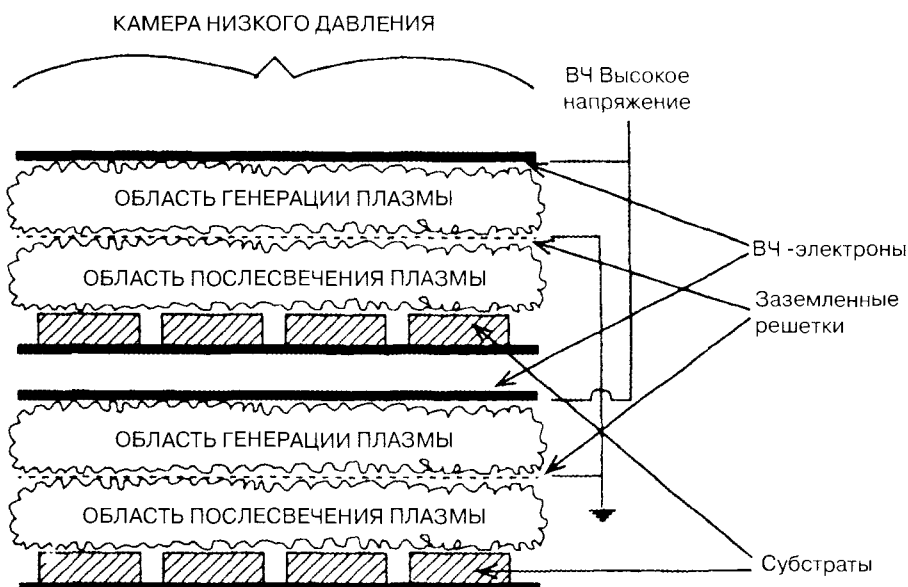


Рис. 3. Плазменное устройство очистки, в котором используются параллельные пластины-электроды. Очищаемые поверхности помещаются в «область послесвечения» за пределами области генерации плазмы

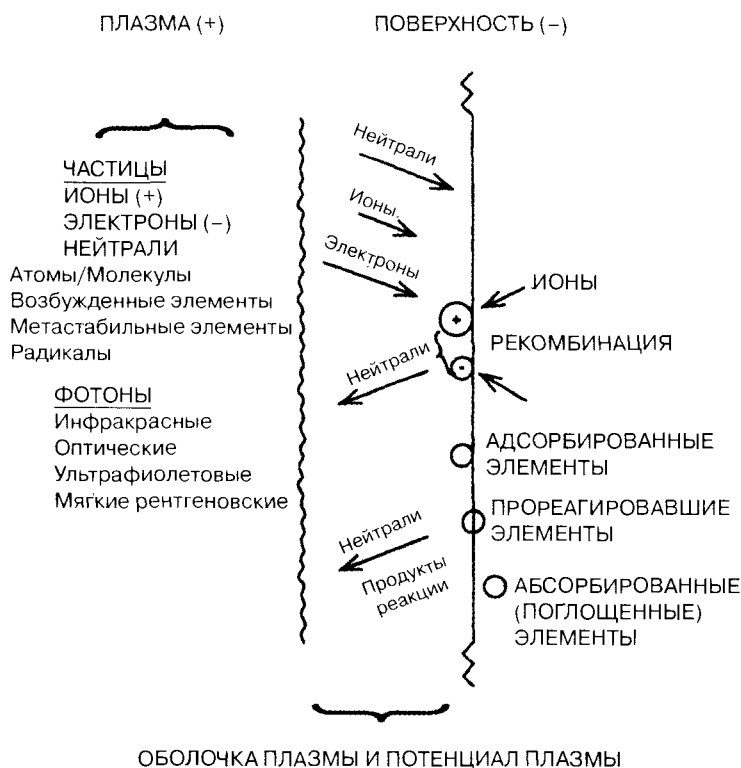


Рис. 4. Взаимодействие поверхности и плазмы (ионы низкой энергии)

плазмы», которая имеет частицы низкой энергии, этот потенциал оболочки будет составлять всего несколько вольт. Когда частицы плазмы являются более энергичными или электроны ускоряются к поверхности, потенциал оболочки может составлять десятки вольт. Кроме бомбардировки ионами, поверхность, находящаяся в контакте с плазмой, будет бомбардироваться «активированными компонентами», возбужденными компонентами и другими компонентами с высокой энергией. Ионы и возбужденные компоненты освобождают свои энергии ионизации или возбуждения, когда они взаимодействуют с поверхностью. Например, когда одинарно заряженный ион аргона взаимодействует с поверхностью, он будет отдавать кинетическую энергию, которую он достиг путем ускорения через потенциал оболочки и энергию ионизации, которая равняется 15,7 эВ. Для высокого потока ионов это выделение теплоты может приводить к значительному повышению температуры на поверхности.

Полоскание

После любого процесса влажной очистки поверхность должна быть подвергнута тщательному полосканию в сверхчистой жидкости, обычно воде, а затем высушена. Это позволяет избежать остатков на поверхности. Наиболее распространенная технология полоскания заключается в использовании последовательных полосканий (каскадное полоскание) в сверхчистой воде до тех пор, пока вода полоскания не достигнет высокого удельного сопротивления (более 12 МОм/см). Этот процесс называется «полосканием до удельного сопротивления». После полоскания поверхность должна быть высушена как можно быстрее, потому что остаточная водная пленка на поверхности приведет к прилипанию частиц, что усилится во время сушки.

Сверхчистая или деионизированная (DI) вода используется для полоскания, поскольку она легко готовится в больших количествах. Чистота воды измеряется с помощью ячейки для измерения электропроводности, которая измеряет ионную концентрацию в воде. Спонтанная диссоциация молекулы воды ограничивает сопротивление воды 18,2 МОм между электродами, расположенными на расстоянии 1 см (удельное сопротивление 18,2 МОм/см). Измерения электропроводности не измеряют органическое или биологическое загрязнение, и для измерения этих примесей должен использоваться какой-то вид анализа остатков. Существует ряд технологий для определения природы загрязняющих веществ в воде [79]. Простая технология заключается в том, чтобы дать некоторому количеству воды испариться на чистой стеклянной поверхности и затем искать «помутнение» или потерю контактного угла (см. далее).

Типичными техническими условиями для сверхчистой воды при производстве полупроводников являются следующие:

- удельное сопротивление — 18 МОм/см непрерывно при 25 °C;
- количество частиц — менее 500 частиц (0,5 микрона или больше на литр);
- количество бактерий — менее одной колонии на 1 см²;
- Органические вещества — менее 1 части на миллион;
- Общее количество электролитов — менее 5 частей на миллиард эквивалент NaCl.

Большие объемы сверхчистой воды готовятся посредством поэтапного использования следующих процессов:

- предварительной обработки — регулировки pH, коагуляции, фильтрации;
- обратного осмоса — полупроницаемая мембрана (размер поры 10⁻³–10⁻⁴ микронов), которая не пропускает соли, растворенные твердые вещества (90–98%) и органические вещества (99%), требуется подача воды под давлением 3–4,5 Мпа;
- дегафикации — удаляет растворенный CO₂;

- ионного обмена (анион и катион) — смолы ионного обмена удаляют ионы путем обмена H^+ на катионы и OH^- на анионы;
- абсорбционных материалов (активированного угля) — удаляет органические вещества;
- фильтрации — удаляет частицы и биологические вещества (размер поры бактериально-го фильтра 0,2 микрона, предварительного фильтра — 1,0 микрона);
- ультрафиолетового излучения или пузырьков озона — убивают бактерии на фильтрах;
- окончательной фильтрации — размер поры фильтра 0,2 микрона.

Меньшие количества сверхчистой воды могут готовиться посредством тех же самых этапов процесса, начиная с процесса ионного обмена. Трижды дистиллированная вода может также использоваться, но является относительно дорогой. Обратите внимание на то, что в производстве «мягкой воды» анионы и катионы обмениваются на Na^+ и Cl^- , и вода будет оставлять остаток.

Применение жидкостей

Жидкости часто используются в процессах очистки. Ванны жидкости должны постоянно фильтроваться и контролироваться для того, чтобы заменять или пополнять активные компоненты по мере их использования или загрязнения. В случаях загрязняющих веществ, которые имеют меньшую плотность по сравнению с жидкостью, поверхность раствора может быть «снята» по мере того, как загрязняющие вещества поднимаются к поверхности, или контейнер может быть «переливного» типа, где жидкость переливается через край контейнера. Существует ряд способов нанесения жидкостей на очищаемую поверхность.

Вымачивание

Вымачивание включает погружение детали в раствор на продолжительное время, и поэтому вымачивание не было желательной технологией для производства. В будущем это может измениться, когда в силу экологических беспокойств потребуются использовать менее агрессивные химические вещества. Погружение поверхности в непроточный раствор, как правило, является плохой технологией, поскольку загрязняющие вещества, которые переводятся в раствор, концентрируются рядом с поверхностью и должны диффундировать в сторону.

Механическое возмущение

В механическом возмущении используется смешивание, вытирание, чистка щеткой или обработка щеткой в жидкой среде для разрушения застойного слоя жидкости рядом с поверхностью, чтобы ослабить прикрепление частиц и способствовать отводу загрязнения в сторону от поверхности. Следует проявлять осторожность, чтобы любой материал, используемый в жидкости, не создавал частиц и был совместимым с жидкостью и поверхностями, с которыми он соприкасается. При использовании любого механического трения следует проявлять осторожность, при загрязнении посредством абразивной передачи от среды трения следует использовать мягкое давление. Существуют разнообразные материалы щеток, используемые в жидкостях, включая полипропилен, Teflon® и Nylon®. Если используется протирание ветошью, следует быть осторожным, чтобы ветошь была без ворса и многократно простирана перед использованием. Для протирания в продаже имеются специальная свободная от частиц губка, а также материалы для ветоши. В полупроводниковой технологии механическая чистка (соскабливание) в сочетании с струями жидкости под высоким давлением (14—20 МПа) и вращение являются стандартными методами очистки.

Распыление

Для удаления загрязняющих веществ с поверхности могут использоваться жидкие спреи. Давление распыления может быть низким, менее 0,7 МПа, или высоким, несколько десятков мегапаскалей. Параметры распыления включают тип жидкости, давление, угол падения и объем жидкости. Спреи должны направляться под острым или тупым углом (не прямым) к поверхности. В системах распыления часто используются обильные количества материала, поэтому жидкость должна рециркулироваться. Распыляемая жидкость может также содержать взвешенные частицы, которые способствуют очистке за счет добавления мягкого абразивного действия. Например, полировочное соединение CeO часто добавляется к жидкостям для очистки стекла для зеркал [49].

Состав жидкости должен контролироваться посредством анализа остатков, и когда она будет загрязнена выше данного уровня, ее следует заменить. В связи с возрастающими проблемами, связанными с парами растворителей, многие более новые системы распыления растворителя являются автономными и имеют конденсаторы для улавливания паров растворителя, используемых в паровой очистке. Некоторые системы предусматривают очистку растворителей путем дистилляции. Следует отметить, что распыление может индуцировать резонансные вибрации, которые приводят к отказу или ухудшению состояния компонентов системы.

Паровая очистка

При паровой очистке холодную поверхность помещают в горячий пар растворителя. Растворитель конденсируется на поверхности, растворяет загрязняющие вещества и стекает в горячий «отстойник» [80, 81]. Когда деталь достигает температуры пара, конденсация прекращается, и очищающее действие останавливается. Превращение растворителя в отстойнике в пар обеспечивает непрерывную дистилляцию очищающей жидкости. Детали ни в коем случае не должны погружаться в жидкость отстойника. Жидкость в отстойнике должна заменяться, когда она становится грязной. Старые паровые очистительные установки («обезжириватели пара»), которые открывались в воздух атмосферы, были очень эффективными, но с появлением беспокойства из-за истощения озона и выпуском VOC (летучих органических соединений) они потеряли свою целесообразность. Вместо них, используются закрытые паровые очистительные установки, которые улавливают и рециркулируют пары [82]. На рис. 5 показана схема типичной закрытой паровой очистительной установки. Этот тип оборудования также преду-

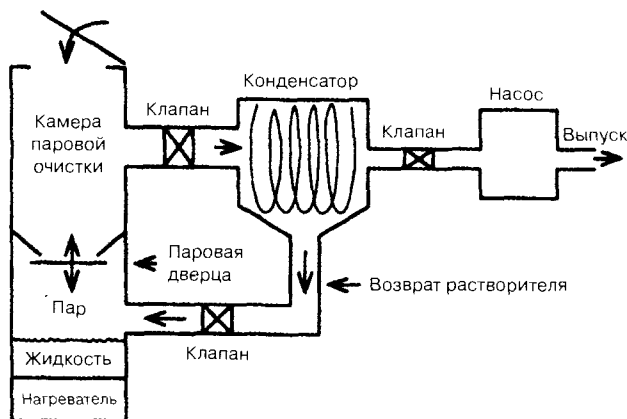


Рис. 5. Закрытая паровая система очистки

сматривает паровую сушку и очистку распылением. Во многих случаях более старые обезжириватели пара модернизируются в погружные очистительные установки.

Для паровой очистки может использоваться смесь очищающих жидкостей. Смесь жидкостей, имеющая тот же самый состав в паре, что и в жидком состоянии, называется *азеотропом*.

Ультразвуковая очистка

Ультразвук широко используется для облегчения очистки поверхностей [83—85]. Очистка ультразвуком низкой частоты основана на струйном действии лопающегося кавитационного пузыря, соприкасающегося с поверхностью, для обеспечения струи жидкости высокого давления, действующей на поверхность. Ультразвуковая чистка часто является хорошим способом удаления плохо прилипающих частиц после процедуры шлифования и абразивной обработки и может использоваться с растворами для удаления адсорбированных загрязняющих веществ.

Кавитационные пузыри образуются в результате совместного действия энергии ультразвуковой волны и сил поверхностного натяжения в жидкой среде. Ультразвуковая волна производится магнитострикционным или электрострикционным преобразователями, как правило, работающими при 18—20 кГц и при плотности энергии, равной приблизительно 25 Вт/л жидкости. Объем ультразвукового очищающего устройства может быть от 20 л для малого устройства до очень больших систем с использованием множества преобразователей. Размер кавитационных пузырей в жидкости зависит от давления пара, поверхностной энергии и температуры жидкости. Например, вода при 60 °С и 40 кГц имеет размер кавитационного пузыря, равный приблизительно 3 микрона. Давление струи от лопающегося пузыря, может достигать 2 МПа. Кавитационные струи обладают большей энергией в холодной среде или при отсутствии газов в пузыре, препятствующих его сдуванию. Плотность ультразвуковой энергии уменьшается с расстоянием от преобразователя; поэтому энергия кавитации наибольшая рядом с поверхностью преобразователя. Акустический поток создает движение жидкости в сторону от поверхности преобразователя (нижняя часть бака). Это позволяет поднять загрязняющие вещества, осевшие на дно бака, в область очистки. Поэтому кавитационная жидкость должна постоянно фильтроваться.

При использовании преобразователя с фиксированной частотой образуются стационарные волны в жидкости, которые производят колебания кавитационной энергии в зависимости от положения. Эти схемы стационарной волны могут модифицироваться отражением волн давления от поверхностей в баке. Изменение кавитации в зависимости от положения может быть относительно преодолено с помощью генерации качающейся частоты. В типичной системе используется 40 кГц + 2 кГц. Если качание частоты не используется или имеют место большие колебания кавитационной энергии в зависимости от положения, детали должны быть перемещены из одного места в баке в другое во время очистки. Ультразвуковые частоты находятся в диапазоне, более высоком, чем диапазон слышимости человеческого уха, и звуковой шум, который слышится из ультразвукового устройства очистки, вызван вибрацией поверхностей в устройстве очистки.

Переменными величинами при ультразвуковой очистке являются [86, 87]:

- амплитуда и частота волны давления (плотность энергии, схема стационарной волны);
- характер жидкости преобразователя (плотность, вязкость, натяжение поверхности, давление пара);

- характер очищающей жидкости, если он отличается от среды преобразователя;
- поверхности в среде преобразователя, которые должны передавать волны давления;
- поток и фильтрация жидкости устройства очистки;
- температура жидкости;
- загрязняющие вещества жидкости, в частности такой, как вода;
- содержание газа в жидкости;
- энергия кавитационного взрыва (температура, высота импульса ультразвуковой волны);
- плотность кавитации, которая изменяется в зависимости от положения в баке и времени;
- форма импульса давления;
- характер пачки ультразвуковых циклов («время тишины», «время дегазации», количество циклов на пачку);
- геометрия системы и связанных с ней приспособлений.

Часто ультразвуковая очистка не является достаточно эффективной. Ультразвуковая эрозия или деформация алюминиевой фольги или удаление алюминиевой металлизации с поверхности стекла могут использоваться для определения силы кавитации, которой подвергается поверхность в ультразвуковом устройстве очистки. Интенсивность кавитации может быть изучена путем наблюдения кавитационного повреждения на серии отрезков алюминиевой фольги с увеличивающейся толщиной. Повреждение изменяется от образования отверстий, появления ямок до питтинга и полного отсутствия повреждений в зависимости от толщины фольги. Интенсивность кавитации ультразвукового устройства очистки должна быть представлена в виде графика как функция положения с приспособлениями и дегалями, установленными в свое положение, поскольку отражение от поверхности может изменить распределение энергии кавитации. Схема кавитации должна проверяться периодически.

Приспособления играют очень важную роль в ультразвуковой очистке, обеспечивая чистоту всех поверхностей. Как правило, общая площадь деталей не должна превышать объем бака. Детали должны быть отделены и подвешены так, чтобы поверхность, подлежащая очистке, была параллельной направлению распространения волны напряжения. Поверхности, ориентированные параллельно к волне напряжения, очищаются не будут, кроме как действием растворителя. Детали не должны захватывать газы, препятствующие смачиванию поверхности кавитационной жидкостью. Должны использоваться фиксирующие приспособления из металла или стекла малой массы и открытой конструкции. Для приспособлений не следует использовать поглощающие ультразвуковую энергию материалы, в частности такие, как полиэтилен или фторополымеры.

Распространенной ошибкой при ультразвуковой очистке является размещение подлежащих очистке деталей на дне контейнера, содержащего очищающую жидкость, и последующее погружение контейнера в ультразвуковое устройство очистки. Детали будут просто прыгать вверх и вниз, и на поверхности деталей не будет образовываться никаких кавитационных пузырей.

Ультразвуковая очистка должна использоваться с осторожностью, поскольку струйное действие может создавать высокие значения давления, вызывающие эрозию и приводящие к разломам в поверхности хрупких материалов. Например, при использовании лазера высокой мощности было продемонстрировано, что продолжительная ультразвуковая очистка стеклянных поверхностей увеличивает рассеивание света от поверхностей, указывая на повреждение поверхности. Ультразвуковое смешивание, как было продемонстрировано, создаст частицы

посредством эрозии поверхности контейнера. Эрозия контейнера из коррозионностойкой стали создает в 500 раз больше частиц, чем эрозия стеклянных контейнеров Пирекс®. Во всех изученных случаях частицы материала контейнера появлялись при продолжительном использовании. Резонансные эффекты могут также повреждать устройства в ультразвуковой очищающей установке. Ультразвуковая кавитация может также быть источником питтинга и потери адгезии тонких пленок [88]. Повреждение поверхности может контролироваться путем регулирования плотности энергии кавитации и/или времени нанесения.

Сушка

Сушка — это испарение или вытеснение воды или другой жидкости, адсорбированной на поверхности или в объеме вещества. Пористые и шероховатые поверхности удерживают жидкости более легко по сравнению с гладкими поверхностями и с большим трудом поддаются сушке, поскольку жидкости удерживаются капиллярами. Оксидные слои на металлах часто являются пористыми и легко удерживают молекулы жидкости. Сушка путем удаления или вытеснения воды обладает преимуществом, заключающимся в том, что когда вода удаляется, она забирает большую часть потенциальных остатков с собой, в то время как испарение больших количеств жидкости концентрирует остатки, давая «волное пятно» остатка. После очистки жидкостью и полоскания важно быстро высушить поверхность, чтобы не допустить собирания частиц водной пленкой.

Абсолютный спирт, в частности такой, как изопропиловый спирт, безводный этиловый спирт, денатурированный ацетоном или метанолом или коммерческий осушающий реагент, в частности такой, как Фреон® с высоким давлением пара, — это хорошие осушающие реагенты. Они вытесняют воду, и когда поверхность вынимается из жидкости, поверхность быстро высыхает. Осушающиеся жидкости должны быть свободны от остатков и должны выбрасываться или подвергаться рециркуляции по мере того как они забирают воду, либо из процесса сушки, либо из среды. Содержание воды осушающейся жидкости может подвергаться мониторингу по ее удельному весу или посредством мониторинга пика инфракрасной адсорбции для воды.

Одним из лучших способов сушки является «паровая сушка», где холодная поверхность погружается в пар над отстойником нагретого абсолютного (безводного) спирта [89—91]. Холодная поверхность конденсирует пар спирта, стекающий в отстойник, увлекая с собой воду и частицы. Когда поверхность становится горячей, конденсация прекращается, и горячая поверхность при ее изъятии быстро сохнет. Такая система показана на рис. 5.

Жидкости могут сдуваться с поверхности с помощью газового потока низкой или высокой скорости. При обдуве в сопле должно использоваться сопло с фильтром частиц 0,2 микрона или меньше. Кроме того, при сушке изолягорных поверхностей газ должен быть понижен для предотвращения накопления заряда на поверхности.

Струя газа высокой скорости может быть сформирована для обдува движущейся поверхности. Струя часто оформляется в длинную, тонкую конфигурацию, и этот «воздушный нож» используется для удаления жидкости с движущейся поверхности, в частности, такой, как стеклянная плита. При выходе из воздушного ножа скорость газа может достигать 12 000 м/мин. Струя должна падать на влажную поверхность приблизительно под углом 30°. На поверхности будут образовываться капли, которые затем растекаются по поверхности по мере ухода струи. Поэтому вода на поверхности должна быть сверхчистой, чтобы не оставлять остатков при вы-

сыхании. Размер капель может быть уменьшен посредством уменьшения сил поверхностного натяжения воды путем добавления спирта. Этот способ оставляет тонкий слой воды на поверхности, поэтому может потребоваться последующая сушка испарением.

Вода может удаляться с поверхности тепловым испарением. Наиболее распространенное средство заключается в использовании вакуумной термической обработки или газовой сушки в горячей печи. Вакуумная среда способствует испарению, но наиболее часто используется сушка циркулирующим газом. Этот прием имеет недостаток — осадок концентрируется по мере того, как высыхает вода, оставляя «водное пятно», если вода не очень чистая.

Мониторинг очистки

Лучшим способом мониторинга очистки является правильный выбор метода очистки в соответствии с характеристиками поверхности. Испытание поверхности непременно приводит к загрязнению поверхности, поэтому испытываемые поверхности обычно не могут использоваться для последующей обработки. В некоторых случаях на поверхностях сертификационного образца производят очистку для определения условий поверхности.

Чистота гладких поверхностей может определяться во время операций полоскания путем наблюдения за смачиванием и «обволакиванием» водой поверхности. Обволакивание — это образование гладкой водной пленки потока воды при сливе потока воды с твердой поверхности. Если на твердой поверхности имеется гидрофобное загрязнение, вода будет обтекать этот участок, и пленка воды будет «разрываться». Этот тест часто называется тестом на «разрыв воды».

В широко распространенной проверке чистоты стеклянной поверхности используется контактный угол капли жидкости на поверхности очищенного стекла [92]. Если поверхность чистая, она обладает высокой поверхностной энергией, тогда жидкость смачивает и распространяется по поверхности. В случае воды, находящейся на чистой стеклянной поверхности, контактный угол меньше 5° при измерении гониометром контактного угла. Этот способ должен использоваться с определенной осторожностью, поскольку если присутствует гидрофильное загрязняющее вещество, в частности такое, как мыльный остаток, контактный угол может быть низким, даже несмотря на то, что поверхность является загрязненной.

Гладкая чистая поверхность будет давать однородную нуклеацию пара на поверхности. Широко распространенный тест заключается в том, чтобы подышать на поверхность и посмотреть на рисунок нуклеации влаги от дыхания. Это называется «черный тест дыхания». Например, нуклеация воды на зеркале в душевой обнаружит «разводы» в тех местах, где поверхность зеркала не была вымыта хорошо.

Ионные соли растворимы в воде и в смесях воды с 50% спирта. Удаление ионных солей может контролироваться измерением удельного сопротивления раствора полоскания. Поверхность, являющаяся относительно свободной от ионных загрязняющих веществ, должна характеризоваться удельным сопротивлением полоскания больше 10 МОм·см.

Требования безопасности

В процессе очистки постоянно должны использоваться соответствующие лабораторные методы и процедуры безопасности [93, 94]. Различные промышленные и отраслевые организации сформулировали директивы по безопасному использованию промышленных химических веществ. Например, Институт по соединениям и компоновке электронных схем издал «Директивы безопасного обращения с химическими веществами при производстве печатных

плат» (IPC-CS-70). В Соединенных Штатах федеральное правительство (OSHA) установило пределы воздействия для различных токсичных и канцерогенных химических реактивов. Эти пределы должны строго соблюдаться на рабочем месте. Следует обращаться к действующим директивам OSHA, поскольку они часто изменяются. Производителям и распространителям химической продукции требуется предъявлять сертификаты безопасности материалов (MSDS) на материалы при их отгрузке. OSHA постановило, что работники должны быть снабжены этой информацией и обучены рискам и опасностям, связанным с теми материалами, которые они используют (Стандарт уведомления о рисках и опасности — 92 CFR 1910.1200) [95].

4.9.2.4. Детали, подлежащие обработке

Детали, подлежащие обработке, очищаются во многом тем же самым способом, как и съемные поверхности, хотя процесс часто является более высокоавтоматизированным с использованием преимуществ «линий очистки». Проблемы с повторным загрязнением уменьшаются, если процедура очистки интегрируется в линию обработки, подготовленные поверхности используются незамедлительно и/или если в вакуумной системе имеет место процесс окончательной внутренней очистки *in situ*.

4.9.3. Сборка, транспортировка и хранение

Важным аспектом вакуумной техники является подготовка поверхностей элементов, которые включаются в изготовление и сборку вакуумной системы. Правильно обработанные и очищенные элементы позволяют быстрее и эффективнее транспортировать и собирать вакуумные системы. Недемонтируемые поверхности должны скрупулезно очищаться и транспортироваться во время сборки. В особенности следует избегать ионных солей, например хлорида натрия (NaCl), источником которого является человеческий пот. Эти соли гигроскопичны и забирают в себя влагу при воздействии на них окружающей среды. Очистка должна выполняться так, как описывается в подразделе 4.9.2.3.

4.9.3.1. Сборка

Детали должны очищаться на самых первых этапах сборки. Затем они должны транспортироваться и храниться таким способом, который бы исключал загрязнение [96]. Очистка может упрощаться, если поставщику деталей и элементов будет вменено в обязанность очищать и упаковывать их способом, исключая загрязнение. Можно воспользоваться коммерческими услугами по очистке и упаковке.

4.9.3.2. Зона обработки и очистки

Чистые поверхности очень реактивные и легко снова загрязняются. Повторное загрязнение может иметь место в результате адсорбции паров, сбора частиц, контакта с другими поверхностями или реактивными газами. Важным аспектом очистки являются условия, существующие в зоне обработки, транспортировка поверхностей (обращение с поверхностями) и хранение очищенной детали. Пыль — это предмет особого беспокойства в обработке термовакуумным осаждением из паровой фазы, поскольку частицы на поверхности деталей приведут к образованию ямок в нанесенной пленке. Очистка должна выполняться в среде и с использованием процедур, которые являются совместимыми с желаемым уровнем чистоты. Методы очистки окружающей среды могут варьироваться от очень простых до сложных и дорогих.

В зоне очистки следует контролировать несколько типов загрязняющих веществ:

- частицы — органические и неорганические;
- пары — органические и неорганические;
- реактивные газы — неизбежно присутствующие в атмосфере, и те, присутствия которых можно избежать.

Необходимо выполнить несколько этапов для сокращения загрязнения в среде обработки. Присутствия загрязняющих веществ в зоне обработки можно избежать путем очистки и поддержания чистоты, а также отделением зоны обработки и очистки от источников загрязняющих веществ, особенно мелких частиц, например мест скопления большого количества обычной бумаги, коротковолокнистых материалов (ковры, одежда из хлопкового волокна, покрывала и салфетки для мебели). Кроме того, требуется исключение материалов, производящих пары, в частности таких, как многие виды формованной пластмассы и виниловых покрытий [24].

Дополнительное действие, которое может быть выполнено для сокращения загрязнения, заключается в том, чтобы ограничить насколько это реально производящие загрязняющие вещества источники. Люди в одежде сбрасывают большие количества частиц при движении. Использование головных уборов, масок для закрытия рта, масок для закрытия волос на лице, а также куртки или спецодежда из плотных тканей с длинным волокном или бумага с покрытием, в частности такая, как Tyvek®, будут ставить заслон частицам. Закрытие тела обеспечивает несколько степеней возможностей контроля загрязнения [97]. Застегивающиеся полностью «лабораторные халаты» обеспечивают минимальный контроль загрязнения. Халаты на молнии в этом отношении лучше. Источники поставок спецодежды можно найти в Руководстве покупателей Misto [98]. На вентилируемых рабочих участках, в частности таких, как «химические зонты», должны выполняться необходимые правила безопасности производства пара и аэрозолей.

Пары, в частности такие, как водяной пар, растворители и многие органические вещества с низкой молекулярной массой, а также полимеры легко конденсируются и адсорбируются. Водяной пар, в частности, может часто быть важным и переменным загрязняющим веществом в вакуумной системе. Относительная влажность среды обработки должна контролироваться. Обычно комфортным и не избыточным является значение, равное приблизительно 45%. Пары органических веществ и полимеров часто образуются строительными материалами и покрытием мебели, в частности винилом.

Реактивные газы реагируют с чистыми поверхностями, образуя поверхностные слои. Их присутствие может быть неизбежным (кислород) либо его можно избежать (хлор). Хлор, например, реагирует с алюминием, вызывая коррозию поверхности. Нежелательные реактивные газы должны, где возможно, исключаться из рабочей зоны.

Фильтрация частиц

Находящиеся в воздухе частицы — это загрязняющие вещества, за которыми наиболее часто ведется наблюдение и требуется контроль в зоне очистки. Размер частиц может изменяться от величины меньше микрона до многих микронов, их измеряют посредством методов рассеивания света, а также указывают в технических требованиях в виде числа частиц на кубический фут воздуха свыше определенного размера (например 0,5 микрона). Чем меньше и легче частица, тем меньше ее скорость осаждения и тем легче она может снова подняться в воздух. Са-

мые маленькие частицы, как правило, образуются испарением аэрозолей, в частности таких, как морские брызги и слюна. Широко распространенные органические частицы образуются в результате разрыва волокон ткани (шерсти или хлопка) и шелушения кожи.

Частицы удаляются из зоны очистки посредством механической фильтрации [99—101]. Небольшие участки обработки с фильтрованными источниками воздуха могут использоваться для обеспечения локальных чистых участков [100]. Они могут быть «столами очистки», где используется горизонтальный ламинарный поток фильтрованного воздуха для удаления частиц или участки очистки «мягкой стены», отделенные от зоны обработки пластмассовыми занавесками и использующие направленный вниз ламинарный поток фильтрованного воздуха, входящий в потолок и выходящий под занавеской. Участок окончательной очистки — это «чистая комната». Стандарты чистой комнаты измеряются числом частиц на кубический фут воздуха при размере частицы больше 0,5 микрона. Чистые комнаты Класса 1 достигаются при условии очень строгой конструкции, изготовлении и условиях эксплуатации. Чистые комнаты Класса 100 становятся широко распространенными при изготовлении и сборке компонентов и устройств, чувствительных к частицам. Комнаты Класса 10 000 обычно достигаются при модернизации существующего оборудования и умеренного контроля условий в комнате и используются в качестве участков общей очистки и сборки. Неконтролируемые участки могут представлять собой Класс 10 000 или больше. Термин «чистая комната» является в определенной степени неправильным названием в том смысле, что в чистой комнате никакой попытки для фильтрования паров из воздуха не делается. Строительство, эксплуатация и содержание эффективных чистых комнат — это очень дорогостоящее дело. Следует внимательно изучить другие способы контроля загрязнения, прежде чем принять решение о необходимости чистой комнаты высокого класса (в действительности низкого Класса).

4.9.3.3. Транспортировка

Неотъемлемыми аспектами очистки, которыми, к сожалению, часто пренебрегают, являются транспортировка и хранение чистых элементов вакуумных систем до следующего этапа обработки или использования. Транспортировка и хранение после очистки — это основной источник повторного загрязнения. Если возможно, детали должны находиться в приспособлениях, изготовленных из материалов, которые легко могут очищаться и не содержат потенциально загрязняющих материалов, в частности таких, как пластификаторы на формованных полимерах. Стекло, керамика, твердые металлы или непластифицированные полимеры используются в качестве материалов транспортных приспособлений. Лучшее всего, если приспособления не касаются мест, вызывающих беспокойство, поскольку «абразивная передача» чистых материалов при соприкосновении может приводить к загрязнению. Использование приспособлений очистки сокращает количество соприкосновений критических поверхностей оператором во время процесса очистки.

Желательно транспортировать поверхности с помощью приспособлений или инструментов; однако во многих случаях поверхности должны транспортироваться напрямую, поэтому должны использоваться перчатки. Перчатки могут быть из тканого материала или полимерной пленки, которая либо формируется по форме, либо заваривается нагреванием из плоского листа. Полимерные перчатки для общего использования обычно покрываются порошком для того, чтобы облегчить надевание, но для случаев применения очистки в технических требованиях и спецификациях должны предусматриваться перчатки без порошка во избежание за-

грязнения частицами. Длина перчаток может быть разной, начиная с перчаток только для пальцев, покрывающих кончики пальцев, до перчаток с длиной до запястья и локтя. Имеются тканые перчаточные подкладки из полиэстера, поглощающие влагу, а также делающие ношение перчаток из полимерной пленки более удобным.

Существует несколько вариантов выбора полимерного материала перчаток, включая латексный каучук, нитриловый каучук, винил, полиэтилен и фторуглерод, в частности такой, как Тeflon[®], а также полимерные смеси, в частности такие смеси, как латексный — нитриловый — неопреновый — натуральный каучук для использования с кислотами. Весь материал перчаток должен иметь низкий уровень экстрагируемых веществ для химических веществ, с которыми он может соприкасаться [102]. Виниловые перчатки являются удобными и комфортными и часто используются при транспортировке и обращении с поверхностями. Проблема с винилом заключается в том, что когда он соприкасается со спиртом (широко распространенным материалом для протирания и сушащим реактивом), спирты экстрагируют из винила фталатные пластификаторы. Эти экстрагированные материалы на поверхности перчатки могут затем загрязнять поверхности, которых перчатки касаются. По той же самой причине следует избегать инструментов с пластмассовыми ручками. Как правило, лучше всего не иметь виниловые перчатки или инструменты с пластмассовыми ручками на участке очистки.

Перчатки из непластифицированного полиэтилена совместимы со спиртами и большинством химическим веществ, а также являются хорошими перчатками для чистой транспортировки и обращения. Преимуществом полиэтиленовых перчаток является то, что они довольно-таки неуклюжие и неудобные и легко выбрасываются, когда они больше не нужны. Перчатки из латексного каучука часто используются при «надевании» для чистой комнаты. Проблема заключается в том, что они тогда используются весь день, тем самым перенося загрязнение с одного места на другое. При обращении с чистыми поверхностями следует надевать перчатку из непластифицированного полиэтилена на латексную перчатку и затем выбрасывать, когда обращение с поверхностью закончилось. Недостатком полимерных перчаток является то, что мягкий полимер может легко передаваться на чистую поверхность посредством «абразивной передачи».

Полимерные перчатки являются скользкими, и, может быть, желательно пользоваться перчатками из ткани, в частности такими, как безразмерные и безворсовые перчатки из ткани Nylon[®] или Dacron[®], когда желательным является трение при транспортировке или обращении или когда абразивная передача от более мягких полимерных перчаток представляет собой проблему. Ткани будут вытягивать масла из кожи на поверхность перчатки, поэтому полиэтиленовые или латексные перчатки или напальчники должны использоваться под перчатками из ткани.

4.9.3.4. Хранение и упаковка

Очищенные поверхности должны храниться в незагрязняющей среде. Часто поверхности, подлежащие хранению, содержатся в чистых приспособлениях для сокращения необходимости транспортировать или обращаться с поверхностями непосредственно.

Пассивное хранение

Среда для пассивного хранения — это среда после тщательной очистки. Широко используемой пассивной средой является чистый стеклянный контейнер, в частности, такой, как чашка Петри. Чистые поверхности могут храниться путем обертывания их чистым материалом. Об-

вертывание поверхностей в чистый нейлоновый материал или чистую алюминиевую фольгу является эффективным. Обычно лучше всего избегать обвертывания бумагой или полимерной оберткой из-за загрязняющих веществ в этих материалах и абразивной передачи материалов.

Активное хранение

Среда для активного хранения — это среда, из которой непрерывно удаляются загрязняющие вещества посредством адсорбции или химической реакции. Адсорбция углеводородов происходит на свежем оксидном слое алюминия [103] или активированном угле. Углеводородные загрязняющие вещества могут непрерывно удаляться благодаря наличию окисляющей атмосферы. Очищающий шкаф UV/O₃ обеспечивает такую среду (см. подраздел 4.9.2.3). Очищающая камера UV/O₃ — лучшая технология хранения поверхностей, где окисление поверхности не представляет собой проблему.

Для некоторых видов применения влага — это главное загрязняющее вещество, поэтому необходима среда с активным осушением. Широко распространенными осушителями являются силикагель, пентоксид фосфора (P₂O₅) и перхлорат магния (Mg [ClO₄]₂). Пентоксид фосфора — это, вероятно, самый эффективный осушающий материал. Он должен сплавляться для уменьшения формирования частиц. Осушители должны использоваться осторожно, поскольку они имеют тенденцию быть ломкими и образовывать частицы. Лучше всего изолировать осушители из камеры хранения посредством фильтра частиц. После продолжительного использования осушители должны регенерироваться посредством нагревания.

4.9.4. Очистка *in situ*

Внешняя очистка должна производиться в максимально возможной степени. Однако повторное загрязнение может и будет происходить до того, как обрабатываемую поверхность можно будет поместить в чистую вакуумную среду. Кроме того, загрязнение вакуумной системы может быть связано с самой системой и/или происходящим в ней процессом. Очистка *in situ* выполняется в вакуумной системе как часть цикла обработки. Вакуумные процессы, требующие продолжительного времени, в частности газовыделение, должны выполняться в отдельной системе для минимизации «загруженности» вакуумной системы обработки.

4.9.4.1. Источники загрязнения внутри вакуумной системы

Загрязнения, вызванные работой вакуумной системы

Загрязнение может быть вызвано работой самой вакуумной системы. Основными источниками и видами загрязнения являются:

- остаточные атмосферные газы и пары (O₂, N₂, водяной пар);
- десорбция паров с вакуумных поверхностей — водяной пар, пары от предыдущей обработки;
- обратная миграция из системы откачки — насосные масла, смазочные масла;
- просачивание через стенку из системы откачки;
- газовыделение и паровыделение из материалов — водяной пар из органических соединений, водород из металлов;
- парообразование из конструкционных материалов или твердых загрязняющих веществ;

- натекание газов и паров из настоящих течей;
- натекание газов и паров из виртуальных течей;
- просачиваемость газов и паров через конструкционные материалы, например резиновые уплотнительные кольца;
- частицы, генерируемые износом между движущихся поверхностей;
- частицы от предыдущей обработки.

Многие из этих источников были рассмотрены в других разделах данной книги.

Минимизация загрязнения, относящегося к системе, может быть также достигнута нагреванием вакуумных поверхностей, когда система открыта в окружающую среду для минимизации адсорбции водяного пара. Это можно сделать благодаря наличию нагревательных змеевиков или заливных панелей на внешних поверхностях вакуумной системы и пропусканию через них горячей воды, когда система открыта. Эксплуатационные процедуры, в частности такие, как открытие системы в окружающую среду на возможно короткое время и вентилирование с помощью сухого газа, также минимизируют загрязнение в системе. В конструкции системы загрузочного шлюза камера обработки поддерживается под действием вакуума, и материалы вводятся через отдельную камеру, где они предварительно обрабатываются для минимизации загрязняющих веществ, вносимых в камеру. Эта процедура способствует уменьшению загрязнения и позволяет процессу быть воспроизводимым.

Механические насосы с масляным уплотнением и масляной смазкой широко используются для уменьшения давления газа в вакуумной камере до диапазона 10^{-5} мм рт. ст. Важным фактором в использовании этих насосов является минимизация «обратной миграции» и «просачивания через стенку» масел механического насоса в вакуумную камеру и высоковакуумный насос. Если масло попадет в камеру обработки, оно может загрязнить поверхности до начала обработки или может разложиться в плазме на такие загрязняющие вещества, как углерод. Если масло попадет в крионасос, оно заполнит поры адсорбирующей среды и уменьшит быстроту действия и производительность. Если масло механического насоса с высоким давлением паров попадает в масляный диффузионный насос, то оно быстро проникнет в камеру нанесения покрытий.

Для минимизации обратной миграции и просачивания нужно поддерживать в трубопроводе, ведущем к механическому насосу, давление, устанавливающее турбулентный (вязкостный) режим потока газа. Если давление упадет ниже этой величины, масло будет проникать вверх по откачивающему трубопроводу, откладываясь на стенках и клапанах, и если клапаны открыты, оно будет просачиваться в вакуумную камеру и высоковакуумный насос. В трубопроводе диаметра D имеет место вязкостный поток, когда p (мм рт. ст.) $\cdot D$ (дюймы) $> 0,18$. Например, для трубопровода диаметром 2 дюйма поток газа является вязкостным при давлении выше 0,09 мм рт. ст. «Перекрестное давление» от форвакуумной откачки до высоковакуумной откачки должно быть близким к этому давлению для минимизации обратной миграции через форвакуумную линию.

Другой источник обратной миграции — это остановка механического насоса при отключении электропитания. Масляное уплотнение в механическом насосе не является эффективным для удержания большого перепада давления, и воздух будет «засасываться» обратно через насос, увлекая за собой масло в откачивающий трубопровод. Эту обратную миграцию можно исключить наличием балластного отверстия или балластного клапана на трубопроводе форвакуумного насоса для обеспечения непрерывного потока газа через механический насос, даже

когда форвакуумные клапаны и клапаны линии предварительной откачки закрыты с тем, чтобы поддерживать давление в трубопроводе для режима вязкостного потока. В случае отключения электропитания эта утечка переводит трубопровод откачки на давление окружающей среды, тем самым не допуская, чтобы воздух (и масло) засасывались обратно через механический насос. Это постоянное натекание в форвакуумном трубопроводе добавляет нагрузку откачки механическому насосу, что должно предусматриваться в конструкции системы. Если такое постоянное натекание отсутствует, нормально открытый (когда электропитание выключено) «клапан утечки» или «балластный клапан», который открывается, когда имеет место отключение электропитания, может использоваться в трубопроводе между механическим насосом и форвакуумным клапаном. Однако при этой схеме низкое давление в трубопроводе откачки во время нормальной работы позволяет маслу мигрировать через трубопровод.

Клапан предварительного разрежения, а также форвакуумные и высоковакуумные клапаны должны быть пневматическими или соленоидными. Они должны закрываться при отключении электропитания и не открываются до тех пор, пока не будет послан соответствующий сигнал от микропроцессора. Форвакуумный клапан и клапан предварительного разрежения активируются от предварительно заданного вакуумного сигнала для того, чтобы предотвратить снижение давления в трубопроводе ниже диапазона вязкостного потока. Также рекомендуется запрограммировать микропроцессор таким образом, чтобы клапан предварительного разрежения не открывался, если трубопровод откачки находится при значительно более высоком давлении, чем сторона с высоким вакуумом. Например, если произойдет кратковременное отключение электропитания, трубопровод будет выведен на давление окружающей среды через затекающий или напускной клапан, но диффузионный насос и/или вакуумная камера по-прежнему может находиться под действием высокого вакуума. Если электропитание включат вновь и форвакуумный клапан или клапан предварительного разрежения откроется, тогда поток газа будет реверсироваться, и газ будет перетекать от трубопровода механического насоса в направлении насоса или камеры высокого вакуума.

На рис. 6 изображены способы, с помощью которых могут быть сконструированы вакуумные трубопроводы для минимизации загрязнения маслом механического насоса системы с диффузионным насосом. Диффузионный насос может иметь блокировку так, чтобы не нагреваться до тех пор, пока холодная ловушка с жидким азотом (LN₂) не охладится. Также на рисунке показан вакуумметр между высоковакуумным насосом и высоковакуумным клапаном. Этот вакуумметр позволяет наблюдать за состоянием системы откачки в «перекрытом» режиме. Значительное изменение в работе насоса в перекрытом режиме свидетельствует о проблеме в системе откачки, в частности такой, как загрязнение маслом крионасоса, низкий уровень масла в механическом насосе с масляным уплотнением, низкий уровень масла в диффузионном насосе, неверная температура масляного отстойника в диффузионном насосе и т. д.

Загрязнение масла от системы откачки можно полностью устранить путем использования «сухих насосов», в которых масла не содержится. Такая система представляет собой турбомолекулярный насос со стадией торможения и поддержкой, оказываемой диафрагменным насосом. Такой тип системы используется в загрузочных шлюзах в производстве полупроводников.

Если вакуумная система загрязнена маслом, ее можно очистить кислородной плазмой. Кислородная плазма переводит в летучее состояние углеводородные масла и окислит силико-

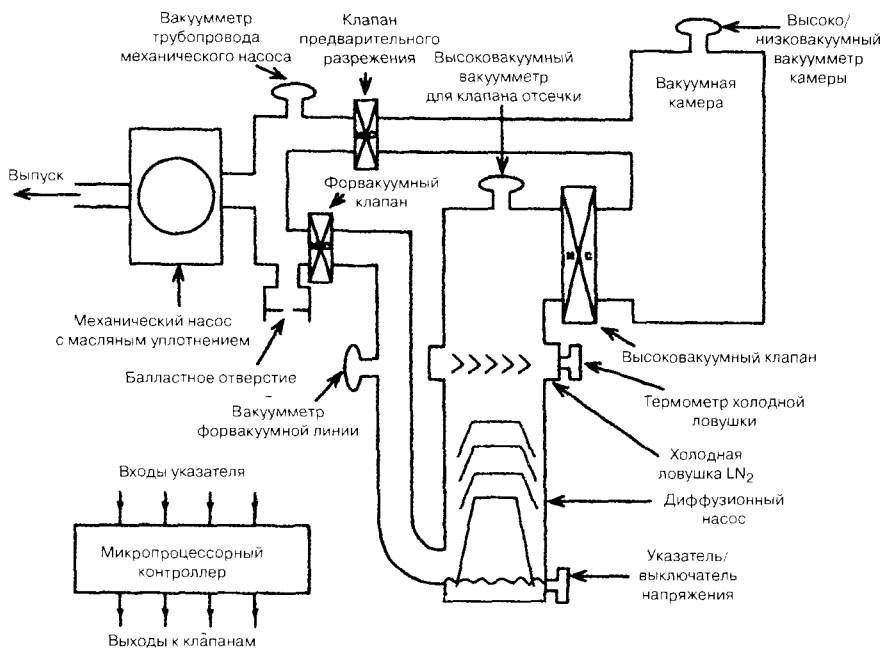


Рис. 6. Бесперебойно работающая вакуумная система с диффузионным насосом. Конструкция вакуумных трубопроводов в случае отключения электрического питания

новые масла до двуокиси кремния, когда затем будет представлять собой проблему очистки частиц.

Когда объем газа быстро расширяется, газ охлаждается. Если газ обладает высокой относительной влажностью, он может охлаждаться до температуры ниже своей точки росы и стать сверхперенасыщенным. Перенасыщенный водяной пар будет конденсироваться на частицах и ионах в газе и образовывать капли. Такое образование капель аналогично образованию следа за самолетом и использовалось для обнаружения следов ионизации в камерах слежения за облаками. Капли могут объединяться и образовывать такие капли, которые выпадают в виде дождя на поверхностях в вакуумной камере [104, 105]. Когда капли испаряются, они оставляют осадок, который может оказывать влияние на адгезию пленки и вызывать точечные дефекты на нанесенной пленке. Для обнаружения частиц в вакуумной системе во время откачки имеются лазерные счетчики частиц. Для того чтобы предотвратить такое образования частиц, вакуумная система должна заполняться воздухом низкой влажности, продуваться сухим воздухом до откачки или медленно откачиваться.

В процессах, где детали имеют существенное выделение паров, в частности таких, как водяной пар, растворители или органические вещества с низкой молекулярной массой, может быть желательным в камере обработки иметь холодные панели с большой площадью. Эти ловушки должны охлаждаться до соответствующей температуры, для того чтобы уменьшить давление пара загрязняющего вещества до нужного уровня. Например, для улавливания водяного пара поверхности должны быть охлаждены до $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Эти панели можно «размораживать» или периодически снимать для того, чтобы минимизировать перенос загрязняющего вещества от предыдущей обработки.



Конструкции, в частности приспособления, которые устанавливаются и вынимаются из камеры нанесения покрытий, часто представляют собой самые большие площади поверхности в вакуумной системе. Во многих видах применения, в особенности в осаждении распылением и в передаточных (шлюзовых) камерах, приспособление может «захватывать» объем до такой степени, что мешают откачивающему действию, в особенности паров. Часто эту проблему можно преодолеть с помощью холодных панелей в камере.

Приспособления и инструмент часто имеют движущие поверхности, которые в случайном порядке перемешаются из одной точки в другую и вступают в контакт. Этот перемешающийся контакт может создавать частицы в системе. Износ можно минимизировать с помощью гладких, твердых поверхностей в контакте и совместимых с вакуумом смазочных веществ, в частности таких, как жидкие смазочные вещества, твердые пленочные смазочные вещества (например, осажденный распылением или полированный MoS_2) [42] или металлы с низким пределом прочности при сдвиге (например Pb, Sn, или Ag).

При обработке PVD накопление излишнего пленочного материала на вакуумных поверхностях может вызвать увеличение площади поверхности, усугубляющее проблему адсорбции/абсорбции. Это накопление пленки может также генерировать загрязнение в системе посредством шелушения частиц с поверхности. Эта проблема усугубляется при нанесении пленок с высоким поверхностным натяжением. Система должна быть сконструирована таким образом, чтобы чешуйки не падали на поверхности детали до нанесения пленочного покрытия, а падали в области, где их легко можно удалить. Это означает, что системы, характеризующиеся такими проблемами, не должны подвергаться базовой откачке, потому что частицы будут попадать в систему откачки.

Как было доказано, турбулентность «взбивает» частицы в вакуумной системе, поэтому для ограничения потока высокоскоростного газа в камеру обработки были разработаны клапана «мягкой откачки» и «мягкого вентилирования». Быстрое вентилирование представляет собой большую проблему, чем быстрое форвакуумирование. Если происходит частое загрязнение системы частицами, ее следует регулярно «очищать» пылесосом.

Загрязнение, вызванное технологическим процессом

Источниками загрязнения (газы, пары и частицы), относящегося к технологическому процессу в вакуумной системе, являются:

- частицы, привнесенные с деталями, приспособлениями, инструментом (оснасткой), газами или источниками нанесения покрытий;
- частицы, генерируемые во время обработки (например, от целей распыления, выбросов от источников испарения, частицы износа от перемешающихся приспособлений);
- поверхностные пленки, «привнесенные» на поверхностях;
- десорбция, газовыделение и парообразование от введенных приспособлений, инструмента (оснастки), деталей, материалов источника нанесения, и т. д.:

Некоторые типы вакуумной обработки вызывают образование очень мелких частиц. Осаждение распылением может приводить к образованию «сверхмелких частиц» [106], а плазменное травление [107] может создавать обильные количества массы в виде частиц в системе. Эти частицы должны удаляться через систему откачки.

Загрязнение от десорбции можно минимизировать очисткой и газовыделением материалов до того, как они будут вставлены в вакуумную систему так, как было описано в подразделе

ле 4.9.1.1. В тех случаях, когда все-таки ощутимое загрязнение привносится в систему, в частности такое, как материалы с высоким газовыделением, система и процедуры обработки должны проектироваться с учетом загрязнения.

4.9.4.2. Кондиционирование вакуумных поверхностей

Один тип очистки *in situ* иногда называется «кондиционированием» и используется для удаления повторного загрязнения на поверхностях, которое возникло после очистки *ex situ* или после того, как система была открыта на окружающую среду. Этими загрязняющими компонентами главным образом является водяной пар и пары углеводородов. Кондиционирование поверхности вакуумной системы может состоять из одной или комбинации процедур в соответствии с нижеследующим.

Десорбция

Десорбция — это немеханическое удаление компонентов с поверхности. В термической десорбции процесс происходит в силу нагревания. Когда система вакуумируется, водяной пар начинает десорбировать с вакуумных поверхностей. Скорость десорбции зависит от площади поверхности, состояния поверхности, температуры и количества воды на поверхностях. Водяной пар — это самое распространенное паровое загрязнение в вакуумной системе. На рис. 7 показано удаление воды из вакуумных систем, одна из которых вначале имела влажную поверхность, а другая — сухую. Обратите внимание, насколько больше времени требуется, чтобы удалить большую часть водяного пара из системы, в особенности если она запускается во влажном состоянии.

Один из способов увеличения скорости термической десорбции заключается в том, чтобы продуть систему горячим сухим газом [108]. Другой способ — нагреть систему («термическая обработка»), желательно до температуры выше 400 °C [109—111]. Термическая обработка для видов применения сверхвысокого вакуума может занимать несколько дней или недель. При использовании процедуры термической обработки не должно быть никаких «холодных пятен» для конденсации находящихся в летучем состоянии загрязняющих веществ.

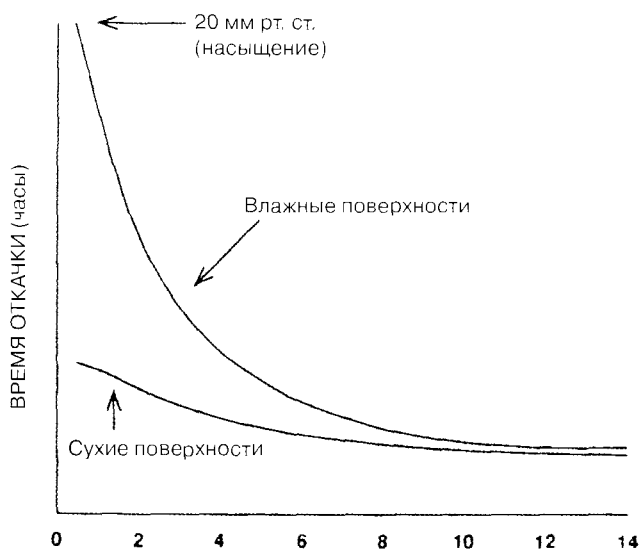


Рис. 7. Кривые откачки водяного пара из вакуумных систем с влажными и сухими поверхностями

Эффективный способ десорбции компонентов с поверхности заключается в использовании «соскабливания ионов», при котором используются ионы с низкой энергией, ускоренные через оболочку плазменной стенки для усиления десорбции так, как показано на рис. 4. Плазма создается благодаря наличию отрицательного электрода высокого напряжения («элемент накаливания») в вакуумной системе и давлению инертного или реактивного газа 0,01—0,1 мм рт. ст. Формируется газовый разряд постоянного тока, и все поверхности в контакте с плазмой достигают отрицательного потенциала по отношению к плазме по «ионной оболочке». Бомбардировка ионами, ускоренными через ионную оболочку, усиливает десорбцию адсорбированных со стенки загрязняющих веществ. Для того, чтобы получить наиболее однородную бомбардировку, элемент накаливания должен простирается через весь вакуумный сосуд. Поскольку пропускная способность газа системы является низкой во время многих видов плазменной очистки, часто используется цикл кондиционирования «откачка — очистка плазмой — откачка» для удаления десорбированного загрязнения из системы.

Десорбция может стимулироваться посредством поглощения радиации короткой длины волны. Этот процесс называется *фотодесорбция* и стимулируется посредством радиации короткой длины волны от кварцевой ультрафиолетовой лампы [112, 113] или плазмы в вакуумной системе.

Реакция и волатилизация

Соскабливание ионов с помощью реактивного газа, в частности такого, как кислород или водород, приводит к окислению или наводороживанию загрязняющих веществ [76, 114, 115]. Если продукты реакции являются летучими веществами, они откачиваются и удаляются. За очисткой можно вести наблюдение посредством анализа остаточного газа, в частности такого, как CO и CO₂ в кислородной плазме и C_xH_y в водородной плазме. Если продукты реакции не являются летучими, они будут оставаться в виде осадка на поверхности.

Замечание: вакуумную систему, в которой используется насос компрессионного типа с углеводородным маслом, не следует использовать для откачки чистого кислорода, так как может произойти взрыв — вместо этого используйте воздух (21% O₂) в качестве газа плазмы.

Очистка UV/O₃ (ультрафиолетовая очистка с озоном) (см. подраздел 4.9.2.3) может использоваться для внутренней очистки. Эта процедура требует парциального давления кислорода и источника ультрафиолета в вакуумной камере.

Вместо кислородных или водородных плазм для реактивной очистки плазмой может использоваться более химически реактивный материал, в частности хлор и фтор [57, 107]. Хлор или фтор реагирует с загрязняющими веществами или материалом поверхности и образует летучее фторидное или хлоридное соединение. Этот процесс плазменной очистки обычно генерирует много частиц в системе. Например, хлор из BCl₃ используется для травления алюминия, а хлор из CCl₄ и фтор из CF₄ — для травления кремния. Фтор из NF₃ используется для травления стекла, керамики, в частности гоф, которая наносится посредством обработки PECVD [116].

Очистка распылением

Поверхности камеры вакуумной системы могут подвергаться распылению с помощью элемента накаливания в качестве положительного электрода высокого напряжения и вакуумных поверхностей в качестве отрицательного заземления [117]. На рис. 8 показан цикл кондиционирования камеры из коррозионностойкой стали с помощью распыления молибдена.

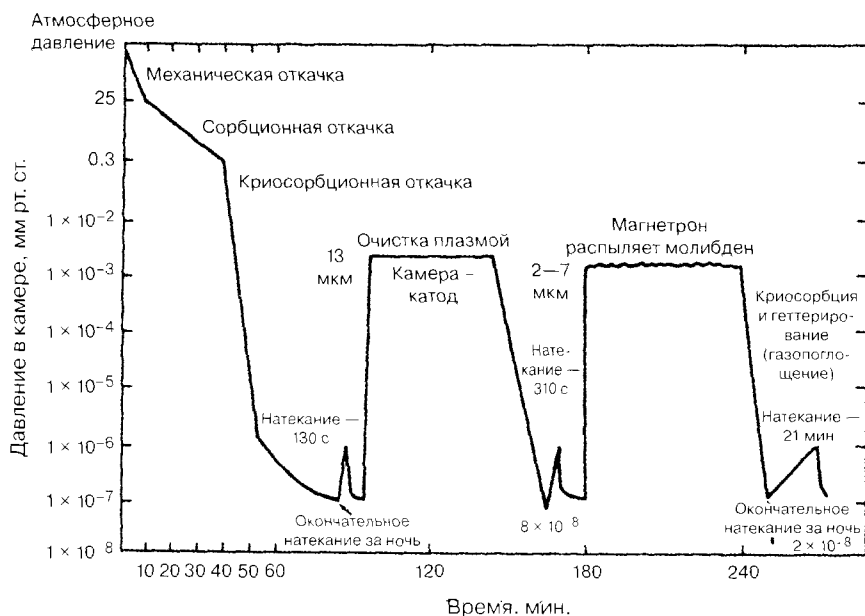


Рис. 8. Кондиционирование камеры из коррозионностойкой стали для очистки путем распыления молибдена. Распыление молибдена обеспечивает геттерированную откачку в системе [117]

4.9.5. Документация процессов очистки и подготовки

Ключом к воспроизводимой эффективности очистки и подготовки поверхности является документация. Документация также важна при передаче процесса или продукции из службы исследований и разработок в производство для совершенствования процесса с течением времени, а также для сертификации на соответствие ISO 9000. Во многих случаях отсутствие документации приводило к потере объемов производства и даже к потере самого процесса, если критическая информация не была оформлена документально.

Документация начинается с лабораторного/технологического журнала (ЛТЖ), где документально фиксируются эксперименты, опыты и результаты разработки. В тех случаях, когда данные не поддаются прямой записи, аннотация выводов может быть записана в ЛТЖ, и делается ссылка на конкретные карты, графики, служебные записки и т. д. Для обеспечения обязательных записей ЛТЖ должен иметь твердый переплет и пронумерованные страницы, а записи должны делаться от руки, датироваться и парафироваться. Если запись выполняется о патентуемом процессе, изделии или идее, запись должна прочитываться другим человеком, затем парафироваться и датироваться с пометкой «Ознакомился и понял» рядом с записью. Патенты разрабатываются на основе ЛТЖ, поэтому датированные записи являются важными, если когда-либо возникнут вопросы о том, когда и где появилась идея или когда было сделано заключение.

Спецификации процесса — это в сущности «рецепт» процесса, а также цель сосредоточенного усилия по разработке процесса в подразделении исследований и разработок. Спецификации определяют то, что делается, критические параметры процесса и пределы параметров процесса, которые позволяют произвести желаемое изделие. Спецификация может также определять материал субстрата, материалы, используемые в обработке, транспортировке и об-

ращении, а также условия хранения, упаковку, методы мониторинга и контроля процесса, соображения по технике безопасности и любые другие важные аспекты обработки. Спецификации должны быть датированы, а также должна существовать процедура, позволяющая вносить изменения в спецификации. Следует сделать ссылку на конкретный «выпуск» (дату) спецификаций. Спецификации должны быть основаны на точных измерениях, поэтому важно, чтобы для установления окон параметров процесса использовалась откалиброванная аппаратура и приборы. В спецификациях обычно не указывается конкретное оборудование и некритические параметры процесса. Спецификации могут также использоваться для определения функциональных свойств и свойств стабильности изделия и связанных с ним методов испытаний.

Инструкции по технологии производства (технологические инструкции) являются производными спецификаций с учетом их применения к конкретному оборудованию и технологиям производства. Часто инструкции по технологии производства содержат информацию, которую нельзя найти в спецификациях, но которая является важной для потока производства. Это может быть такими сведениями, как тип перчаток, которые должны использоваться с конкретными химическими веществами (например, не допускаются виниловые перчатки при работе со спиртом, резиновые перчатки для кислот). Инструкции по технологии производства должны датироваться и уточняться позднее управляемым образом. Инструкции по технологии производства должны также включать соответствующие листы данных по технике безопасности при производстве для используемых материалов. Во многих случаях инструкции по технике безопасности должны рассматриваться с персоналом отдела исследований и разработок, которые участвовали в написании спецификаций для того, чтобы не допустить ошибок. По этой же самой причине персонал отдела исследований и разработок должен быть подключен к участию в совещаниях по рассмотрению процесса. В некоторых случаях инструкции по технологии производства и спецификации должны описывать существующий процесс. Необходимо позаботиться о том, чтобы операторы раскрыли все важные этапы и параметры.

В производстве важно вести журнал по эксплуатации используемого оборудования и приборов. В этих журналах содержится информация о том, когда и как долго использовалось оборудование, его результаты работы, любые модернизации, которые были выполнены, а также любое техническое и сервисное обслуживание, которые проводились. Например, для вакуумной системы, используемой для нанесения тонкой пленки, журнал должен включать записи по следующим результатам работ:

- время до получения давления перехода (от предварительного разрежения до высоковакуумной откачки);
- время до получения указанного в спецификации базового давления;
- скорость натекания между заданными уровнями давления;
- выполняемый процесс;
- давление в камере во время обработки;
- используемое приспособление;
- число и тип обрабатываемых субстратов;
- следы, полученные масс-спектрометром при базовом давлении и во время обработки;
- общее время работы.

В критических видах применения работоспособность системы может быть оценена посредством статистического анализа [118].

Журналы оборудования могут использоваться для формирования графиков профилактического технического обслуживания и определения стоимости владения данным конкретным оборудованием. Когда оборудование ремонтируется или обслуживается, важно зафиксировать в журнале дату, мероприятие, а также лицо, которое выполняет эту работу. Журнал по эксплуатации оборудования должен также содержать журнал (ы) калибровки связанных с ним контрольно-измерительных приборов, если это актуально.

4.9.6. Заключение

Подготовка и очистка поверхностей необходимы для обеспечения самого высокого вакуума за минимальное количество времени. Это важно для определения «времени цикла» в обработке на основе вакуума. Поддержание состояния поверхности является важным для получения воспроизводимой среды обработки при повторном использовании.

Торговые марки

Сноу Флосс* — Манвилль Корпорейшн
 Скоч Брайт* — 3 М Компании
 Софт Скауэр* — 3 М Компании
 ГАФ НМП*, ГАФ М-ПИРОЛ* — ГАФ Корпорейшн
 Биоакт ЕС-7* — Петролеум Компани
 Генесолв 2000* — Эдлайд Сигнал Компании
 Флюороинерт* — 3М Компании
 Критокс* — Е. И. ДюПонт Компании
 Тефлон* — Е. И. ДюПонт Компании
 Витон* — Е. И. ДюПонт Компании
 Комбат* — нитрид бора — Карборундум Корпорейшн

Литература

1. N.V. Cherepnin, Treatment of Materials for Use in High Vacuum (Ordentlich, Frankfurt, 1976).
2. Fred Rosebury, Handbook of Electron Tubes and Vacuum Techniques (Addison-Wesley, New York, 1965). (AVS reprint), p. 1.
3. J.F. O'Hanlon, Contamination reduction in vacuum processing systems, J. Vac. Sci. Technol. A7(3) (1989) 2500.
4. Y.T. Sasakim A survey of vacuum material cleaning procedures: A subcommittee report on the American Vacuum Society Recommended Practices Committee, J. Vac. Sci. Technol. A9(3) (1991)2025.
5. B. S. Halliday, Cleaning materials and components for vacuum use, in Modern Vacuum Practice: Design, Operation, Performance and Application of Vacuum Equipment, edited by G. F. Weston, special issue of Vacuum, 37(8/9), 1987.
6. L. E. Samuels, Mechanical grinding, abrasion and polishing, in Metals Handbook, 9th ed., Vol. 9: Metallography and Microstructure, (American Society for Metals, 1985), p. 33.
7. John F. Junier, Electropolishing, in Metal Finishing Guidebook Directory 1994 (Elsevier, New York, 1994), p. 383.
8. P.V. Shigolev, Electrolytic and Chemical Polishing of Metals, (Freund Publishing, London, 1974).

9. U. Schafer and J. Beuers. Instructions and tips concerning chemical-mechanical polishing. *Metallography*, 18 (1985) 319.
10. R. Venkatachalam, S. Mohan, and S. Guruviah, Electropolishing of stainless steel from a low concentration phosphoric acid electrolyte. *Metal Finish*, 89(4) (1991) 47.
11. J. A. Knapp, D. M. Follstaedt, and B. L. Doyle, *Nucl. Instrum. Method*, 87-88 (1985) 38.
12. A. Boschi, C. Ferro, G. Luzzi, and L. Papagno, *J. Vac. Sci. Technol.*, 16 (1979) 1037.
13. H. C. Hseuh and X. Cui, «Outgassing and desorption of the stainless-steel beam tubes after different degassing treatments, *J. Vac. Sci. Technol.*, A7(3) (1989) 2418.
14. N. Yoshimura, T. Sato, S. Adachi, and T. Kanazawa, Outgassing characteristics and microstructure of an electropolished stainless steel surface, *J. Vac. Sci. Technol.*, A8(2) (1990) 924.
15. J. R. Young, Outgassing characteristics of stainless steel and aluminum with different surface treatments, *J. Vac. Sci. Technol.*, 6(3) (1969) 398.
16. R. W. Bonham and D. M. Holloway, Effects of specific surface treatments on type 304 stainless steel, *J. Vac. Sci. Technol.*, 14(2) (1977) 745.
17. R. O. Adams, A review of the stainless steel surface, / *Vac. Sci. Technol.*, A1 (1983) 12.
18. SEMATECH Test Method for AES Analysis of Surface and Oxide Composition of Electropolished Stainless Steel Tubing for Gas Distribution System Components (Provisional) SEMASPEC 91060573A-STD. Sematech, 2706 Montopolis Dr., Austin, TX 78741.
19. SEMATECH Test Method for ESCA Analysis of Surface Composition and Chemistry of Electropolished Stainless Steel Tubing for Gas Distribution System Components (Provisional) — SEMASPEC 90120403A-STD. Sematech, 2706 Montopolis Dr., Austin, TX 78741.
20. H. Tomari, H. Hamada, Y. Nakahara, K. Sugiyama, and T. Ohmi, Metal surface treatment for semiconductor equipment: Oxygen passivation. *Solid State Technology*, 34(2) (1991) S1.
21. D. Verma, Surface passivation of AISI 400 series stainless steel components. *Metal Finish*, 86(2) (1988) 85.
22. Earl C. Groshart, Pickling and acid dipping. *Metal Finishing Guidebook Directory 1994* (Elsevier, New York, 1994), p. 153.
23. N. Kauffherr, A. Krauss, D. M. Gruen, and R. Nielsen, Chemical cleaning of aluminum alloy surfaces for use as vacuum material in synchrotron light sources, / *Vac. Sci. Technol.*, A8(3) (1990) 2849.
24. R. L. Oliphant, The cleanroom enigma. *Semicond Internal*, 15(10) (1992) 82.
25. H. Ishimaru, Ultimate pressure of the order of 10^{-9} in an aluminum vacuum chamber, *J. Vac. Sci. Technol.*, A7(3) (1989) 2439.
26. H. Ishimaru, Developments and applications for all-aluminum alloy vacuum systems, *MRS Bull.*, 15(7) (1990) 23.
27. M. Suemitsu, T. Kaneko, and N. Miyamoto, Aluminum alloy ultrahigh vacuum chamber for molecular beam epitaxy, / *Vac. Sci. Technol.*, A5(1) (1987) 37.
28. A. W. Brace, *The Technology of Anodizing Aluminum* (Robert Draper Publishing, New York, 1968).
29. David Thomas, Anodizing aluminum, in *Metal Finishing Guidebook Directory 1988* (Elsevier, New York, 1988), p. 451.
30. J. K. G. Panitz and D. J. Sharp, The effect of different alloy surface compositions on barrier anodic film formation, *J. Electrochem. Soc.*, 131(10) (1984) 2227.

31. E. D. Erikson, T. G. Beat, D. D. Berger, and B. A. Fraizer, Vacuum outgassing of various materials, *J. Vac. Sci. Technol.*, A2(2) (1984) 206.
32. D. J. Santeler, Estimating the gas partial pressure due to diffusive outgassing, *7. Vac. Sci. Technol.* «o/..A10(4)(1992) 1879.
33. J. H. Tilley, Release agent for system cleaning, SVC 38th Annual Technical Conference Proceedings, SVC Publications, Albuquerque, NM, 1995, p. 457.
34. J. Winter, Surface conditioning of fusion devices by carbonization: Hydrogen recycling and wall pumping, *J. Vac. Sci. Technol.*, A5(4) (1987) 2286.
35. Ted Kostilnik, Mechanical cleaning systems, in *Surface Engineering*, ASM Handbook, Vol. 5 (ASM Publications, Materials Park, OH, 1994), p. 55.
36. Robert C. Mulhall and Nicholas D. Nedas, Impact blasting with glass beads, in *Metal Finishing Guidebook and Directory* (Elsevier, New York, 1994), p. 75.
37. G. P. Balcar and M. M. Woelfel, Specifying glass beads, *Metal Finish.*, 83(12) (1985) 13.
38. B. E. Durst, Non-chemical cleaning of fixtures and surfaces using plastic blast media, *Society of Vacuum Coaters 35th Annual Technical Conference Proceedings 1992* (SVC Publications, Albuquerque, NM, 1992), p. 271.
39. Mark Hanna, Blast Finishing, *Metal Finishing Guidebook and Directory* (Metal Finishing, 1994), p. 68.
40. Stanley Hirsch and Charles Rosenstein, Stripping metallic coatings, in *Metal Finishing Guidebook and Directory* (Elsevier, New York, 1995), p. 428.
41. D. M. Mattox, Surface effects on the growth, adhesion and properties of reactively deposited hard coatings, *Surf. Coat. Technol.*, 81 (1996) 8.
42. T. Spalvins, A review of recent advances in solid film lubricants, *J. Vac. Sci. Technol.*, A5 (1987) 212.
43. David B. Chalk, Classification and selection of cleaning processes, in *Surface Engineering*, ASM Handbook, Vol. 5 (ASM Publications, Materials Park, OH, 1994), p. 3.
44. V. B. Menon, Particle adhesion to surfaces: Theory of cleaning, *Particle Control for Semiconductor Manufacturing*, edited by R. P. Donovan (Marcel Dekker, New York, 1990), p. 359.
45. R. A. Bowling, An analysis of particle adhesion on semiconductor surfaces, *J. Electrochem. Soc.*, 132 (1985) 2208.
46. M. B. Renade, Adhesion and removal of fine particles on surfaces, *Aerosol. Sci. Technol.*, 7(2) (1987) 161.
47. I. F. Stowers, Advances in cleaning metal and glass surfaces to micron-level cleanliness, *J. Vac. Sci. Technol.*, 15(2) (1978) 751.
48. J. M. Bennett, L. Mattsson, M. P. Keane, and L. Karlsson, Test of strip coating material for protecting optics, *Appl. Optics*, 28(5) (1989) 1018.
49. E. J. Wegener, Glass cleaning utilizing a cerium oxide solution in a high volume production environment, *Society of Vacuum Coaters 36th Annual Technical Conference Proceedings* (SVC Publications, Albuquerque, NM, 1993), p. 495.
50. L. Layden and D. Wadlow, High velocity carbon dioxide snow for cleaning vacuum system surfaces, *J. Vac. Sci. Technol.*, A8(5) (1990) 3881.
51. S. P. Hotaling, Adapting military technology to civilian use: Contamination removal and collection techniques, *Microcontamination*, 11(5) (1993) 32.



52. R. Sherman and W. Whitlock, The removal of hydrocarbons and silicone oil stains from silicon wafers, *J. Vac. Sci. Technol.*, B8(3) (1990) 563.
53. Etching Composition and Processes (Chemical technology review 210), edited by M. J. Collie (Noyes Publications, Park Ridge, NJ, 1990).
54. Perrin Walker and William H. Tarn, Etchants for Metals and Metallic Compounds, CRC Handbook (CRC Press, Boca Raton, FL, 1990).
55. Bibliography on Chemical Cleaning of Metals Vol. I (52135) & Vol. 2 (52 J29), (NACE (National Association of Corrosion Engineers) Publications, Houston, TX).
56. R. C. Sundahl, Relationship between part surface chemistry and adhesion of thin films, *J. Vac. Sci. Technol.*, 9 (1972) 181.
57. G. J. Kominiak and D. M. Mattox, Reactive plasma cleaning of metals, *Thin Solid Films*, 40 (1977) 141.
58. R. Hamilton, Volatile organic compound destruction using thermal processing. *Solid State Technol.*, 34(9)(1991)51.
59. P Taylor, M-Pyrol—A practical replacement solvent. *Plat. Surf. Finish.*, 76 (1989) 42.
60. V. Wang and A. N. Merchant Metal-cleaning alternatives for the 1990s, *Metal Finish*, 91(4) (1993) 13.
61. CD. D'Ruis, Aqueous Cleaning as an Alternative to CFC & Chlorinated Solvent based Cleaning, (Noyes Publications, Park Ridge, NJ, 1991).
62. G. M. Schneider, Physicochemical principles of extraction with supercritical gases, *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 17 (1978) 716.
63. E. Bok, D. Kelch, and K. S. Schumacher, Supercritical fluids for single wafer cleaning. *Solid State Technol.*, 35(6) (1992) 117.
64. Gerald J. Cormier, Alkaline cleaning, *ASM Handbook*, vol. 5: Surface Engineering (ASM International, Materials Park, OH, 1994).
65. V. L. Morris, Cleaning agents and techniques for concentrating solar collectors. *Solar Energy Materials*, 3 (1979) 35.
66. Werner Kern, ed., *Handbook of Semiconductor Wafer Cleaning Technology* (Noyes Publications, Park Ridge, NJ, 1993).
67. L. Holland, The cleaning of glass, in *Properties of Glass Surfaces* (Wiley, New York, 1964), chap. 5.
68. Cleaning of substrate surfaces, in *Coatings on Glass*, H. K. Pulker (Elsevier, New York, 1984), chap. 4.
69. R. R. Sowell, R. E. Cuthrell, R. D. Bland, and D. M. Mattox, Surface cleaning by ultraviolet radiation, *J. Vac. Sci. Technol.*, 11 (1974) 474.
70. J. R. Vig, UV/ozone cleaning of surfaces, *J. Vac. Sci. Technol.*, A3(3) (1985) 1027.
71. J. M. Frank, Vacuum processing equipment for quartz crystal oscillators, in *Proc. 35th Annual Frequency Control Symposium* (IEEE Publications, New York, 1981), p. 40.
72. H. Norstrom, M. Ostling, R. Buchta, and C. S. Petersson. Dry cleaning of contact holes, *J. Electrochem. Soc.*, 132 (1985) 2285.
73. R. Bouwman, J. B. van Mechelen, and A. A. Holscher, Surface cleaning by low temperature bombardment with hydrogen an AES investigation on copper and Fe-Cr-Ni steel surfaces, *J. Vac. Sci. Technol.*, 15(1) (1978) 91.

74. L. Holland, Wetting glass surfaces, in *The Properties of Glass Surfaces*, (Wiley, New York, 1964), chap. 6.
75. M.A. Baker, Plasma cleaning and the removal of carbon from metal surfaces, *Thin Solid Films*, 69(1980)359.
76. H. F. Dylla, A review of the wall problem and conditioning techniques for TOKAMAKS. / *Nucl. Mat.*, 93, 94 (1980) 61.
77. H. Yamada, «Low temperature surface cleaning method using low-energy reactive ionized species, *J. Appl. Phys.*, 65(2) (1989) 775.
78. R. P. H. Chang, C. C. Chang, and S. Darack, Hydrogen plasma etching of semiconductors and their oxides, *J. Vac. Sci. Technol.*, 20(1) (1982) 45.
79. M. K. Balazs, A summary of new methods for measuring contaminants in ultrapure water, *Microcontamination*, 5(1) (1987) 35.
80. Vicki L. Rupp and Ken Surprenant, Solvent cold cleaning and vapor degreasing, in *ASM Handbook, 5: Surface Engineering* (ASM International, Materials Park, OH, 1994), p. 21.
81. B. Kanegsberg, Cleaning systems for low-flashpoint solvents, *Precision Clean*, 3(3) (1995) 21.
82. Joseph Scapelli, Enclosed vapor degreasing systems, *Metal Finishing Guidebook and Directory* (Elsevier, New York, 1995), p. 144.
83. Kenneth R. Allen, Ultrasonics — A Practical Approach, in *Metal Finishing Guidebook and Directory* (Elsevier, New York, 1995), p. 152.
84. Jeff Hancock, Ultrasonic cleaning, in *ASM Handbook, Vol. 5: Surface Engineering* (ASM International, Materials Park, OH, 1994), p. 44.
85. F. J. Fuchs, Ultrasonic cleaning, in *Metal Finishing Guidebook and Directory* (Elsevier, New York, 1992).
86. J. H. Schleckser, Process control ultrasonics, *Society of Vacuum Coaters 35th Annual Technical Conference Proceedings* (1992) (SVC Publications, Albuquerque, NM, 1992), p. 15.
87. J. Halbert, Using ultrasonic techniques for wet-process cleaning, *Microcontamination*, 6(11) (1988) 36.
88. S.M. Goho, An Auger electron spectroscopy study of the oxidation and mechanical degradation of Ta thin film protective overlayers at microelectronic solid/liquid interfaces, *J. Vac. Sci. Technol.*, A8(3) (1990) 3026.
89. T. Ohmi, H. Mishima, T. Mizuniwa, and M. Abe, IPA vapor-drying technology: Developing contamination-free cleaning and drying technologies, *Microcontamination*, 7(5) (1989) 25.
90. A. E. Walter and C. F. McConnell, Direct displacement wet processing: How it affects wafer surface phenomena, *Microcontamination*, 8(1) (1990) 35.
91. B. Kanegsberg, Cleaning systems for low-flashpoint solvents, *Precision Clean*, 3(3) (1995) 21.
92. Robert J. Good, Contact angle, wetting, and adhesion: a critical review, in *Contact Angle, Wettability and Adhesion*, edited by K. L. Mittal (VSP Publishers, Utrecht, The Netherlands, 1993), p. 3.
93. A. K. Furr, *CRC Handbook of Laboratory Safety*, 3rd ed. (1989).
94. W. Mahn, *Fundamentals of Laboratory Safety*, (Van Nostrand Reinhold, New York, 1991).
95. D. J. Young, How to use materials safety data sheets in PWB manufacturing, *Electronics*, 32(5) (1986) 40.

96. SEMATECH Guide for Contamination Control in the Design, Assembly and Delivery of Semiconductor Manufacturing Equipment, #92051107A-STD (July 10, 1992). Sematech, 2706 Montopolis Dr., Austin, TX 78741.
97. Bennie W. Goodwin, Cleanroom garments and fabrics, in *Handbook of Contamination Control in Microelectronics*, edited by Donald L. Tolliver (Noyes Publications, 1988), chap. 3.
98. Annual buyers guide: A guide to ultraclean suppliers and products. *Micro* (formally *Microcontamination*) Magazine (Canon Publishing, Santa Monica, CA).
99. *Handbook of Contamination Control in Microelectronics*, edited by Donald L. Tolliver (Noyes Publications, 1988).
100. *Particle Control for Semiconductor Manufacturing*, edited by R. P. Donovan (Marcel Dekker, New York, 1990).
101. Compendium of Standards, Practices, Methods etc. Relating to Contamination Control (IESC-CC-009-84-T) available from the Institute of Environmental Sciences.
102. G. A. Harvey, James L. Raper, and D. C. Zellers. Measuring low-level nonvolatile residue contamination on wipes, swabs and gloves, *Microcontamination*, 8(11) (1990) 43.
103. The detection and control of organic contaminants on surfaces, Malcolm L. White, in *Clean surfaces: Their preparation and characterization for interfacial studies*, edited by George Goldfinger (Marcel Dekker, New York, 1970), p. 361.
104. J. J. Wu, D. W. Cooper, and R. J. Miller, Aerosol model of particle generation during pressure reduction, *Vac. Sci. Technol.*, A8(3) (1990) 1961.
105. D. Chen and S. Hackwood, Vacuum particle generation and the nucleation phenomena during pumpdown, *Vac. Sci. Technol.*, A8(2) (1990) 933.
106. Christoph Steinbruchel, The Formation of particles in thin-film processing plasmas, in *Physics of Thin Films, Vol. 18: Plasma Sources for Thin Film Deposition and Etching*, edited by Maurice H. Francombe and John L. Vossen (Academic Press, San Diego, 1994).
107. *Plasma Etching: An Introduction*, edited by Dennis M. Manos and Daniel L. Flamm (Academic Press, San Diego, 1989).
108. H. Ishimaru, K. Itoh, T. Ishigaki, and S. Furutate, Fast pump-down UHV aluminum vacuum system using super-dry nitrogen gas flushing, *J. Vac. Sci. Technol.*, A10(3) (1992) 547.
109. G. Comsa and R. David, Dynamical parameters of desorbing molecules, *Surf. Sci. Reports*, 5 (1985) 145.
110. G. Carter, P. Bailey, and D. G. Armour, The precise deduction of desorption activation energy distributions from thermal evolution spectra, *Vacuum*, 34(8/9) (1984) 797.
111. J. F. O'Hanlon, Thermal desorption measurement technique, *J. Vac. Sci. Technol.*, A9(1) (1991) 1.
112. G. W. Fabel, S. M. Cox, and D. Lichtman, Photodesorption from 304 stainless steel, *Surf. Sci.*, 40(1973)571.
113. P. Danielson, Understanding water vapor in vacuum systems, *Microelectron Manuf. Test.*, 13(8) (1990)24.
114. R. P. Govier and G. M. McCracken, Gas discharge cleaning of vacuum surfaces, *J. Vac. Sci. Technol.*, 1(5) (1910) 552.
115. *Surface conditioning of vacuum systems*, edited by Robert A. Langley, Daniel L. Flamm, H. C. Hseuh, Wen L. Hsu, and Thomas W. Rusch, AIP Conference Proceedings No. 199, American Vacuum Society Series 8 (American Institute of Physics, 1990).

116. R. Anderson, J. Behnke, M. Berman, H. Kobeissi, B. Ruling, J. Langan, S.-Y. Lynn, and R. Morgan, Using COO to select nitride PECVD clean cycle, *Semicond. Internat.*, 16(11) (1993)86.
117. D. M. Mattox, R. E. Cuthrell, C. R. Peeples, and P L. Dreike, Design and performance of a moveable-post-cathode magnetron sputtering system for making PBFA II accelerator sources. *Surf. Coat. Technol.*, 33 (1987) 425.
118. V. S. Dharmadhikari, R. O. Lynch, W. Brennan, and W. Cronin, Physical vapor deposition equipment evaluation and characterization using statistical methods. / *Vac. Sci Technol.*, A8(3)(1990) 1603.

ГЛАВА 5

ВИДЫ ПРИМЕНЕНИЯ ВАКУУМА

5.1. Технологические процессы в условиях высокого вакуума. Осаждение распылением

Стефен М. Росснагель

I. B. M., T. J. Watson Research Center

Распыление материалов — это процесс, посредством которого частица ударяется о поверхность с достаточной энергией, чтобы выбить один или более атомов поверхности. Падающая частица может быть ионом, атомом, электроном, альфа-частицей и т. д., хотя для большинства практических назначений используются ионы инертного газа. Выход выбивания определяется как соотношение числа эмитированных атомов к числу падающих частиц:

$$Y = \text{эмитированные (распыленные) атомы/падающая частица}$$

Процесс распыления имеет четыре базовых режима, основанных на падающей энергии. При очень низких уровнях энергии, приближающихся к энергии удержания частицы поверхностью, выход очень низкий ($<10E^{-4}$), и это называется «припороговым распылением». По вопросу существования истинного порога для распыления продолжаются споры, хотя крайне невероятно, что если энергия иона ниже энергии удержания частицы поверхностью, то падение такого иона вряд ли приведет к выбиванию атомов поверхности.

При умеренных уровнях энергии, равных приблизительно 30 эВ до примерно 1000 эВ, распыление характеризуется цепной реакцией, при которой падающий ион сталкивается с атомом поверхности, затем два атома сталкиваются с дополнительными атомами, и в конце концов эта цепочка событий может привести обратно к поверхности, вызывая эмиссию приповерхностного атома или двух атомов. Этот режим трудно моделировать или рассчитывать, поскольку точная точка удара (между двумя атомами, непосредственно поверх одного атома и т. д.) приводит к другой цепочке столкновений. Это требует в большей степени подхода Монте-Карло, при котором используются большие количества пробных ударов. Выходы выбивания в этой области, как правило, находятся в диапазоне 0,1—5 атомов на падающий ион.

При уровнях энергии иона, равных приблизительно от 1 до 50 эВ, падающий ион обладает достаточной энергией для того, чтобы разорвать все связи в полусферической области вокруг точки удара. Этот «каскад» столкновений можно рассчитать с высокой точностью с помощью статистической механики, трактуя объем каскада столкновений в качестве своего рода газа. Этот подход, впервые разработанный Зигмундом в конце 1960-х гг., очень успешно прогнози-

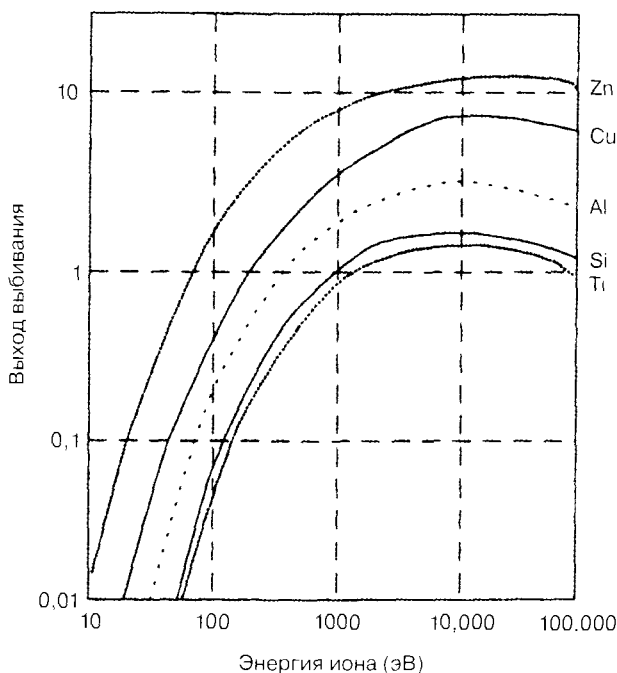


Рис. 1. Выход выбивания в зависимости от энергии ионов при бомбардировке аргоном Ar^+ поверхностей Si, Zn, Ti, Cu и Al

рует выходы выбивания [1, 2]. Выходы в этой области, как правило, в два-пять раз выше, чем в диапазоне прямой цепной реакции в зависимости от материала и компонентов падающих частиц.

Окончательный, самый высокоэнергетический режим соответствует уровням энергии в диапазоне от 50 кэВ до нескольких МэВ, где падающая частица внедряется на большое расстояние в толщу образца до замедления и осаждения своей энергии. Это более характерно для имплантации, и выход выбивания в конце концов падает до очень низкого уровня при диапазоне МэВ.

График выхода выбивания как функции ионной энергии для бомбардировки аргоном Si, Zn, Ti, Cu и Al приводится на рис. 1.

Выходы выбивания для многих материалов были собраны многочисленными авторами. Однако в этих опубликованных результатах появляются многочисленные несоответствия. Сообщаемые в литературе выходы выбивания могут изменяться по крайней мере в два раза в зависимости от типа эксперимента, кристаллической структуры мишени, кондиционирования поверхности, геометрии камеры, рабочих значений давления и т. д. В табл. 1 приводятся приблизительные выходы выбивания.

5.1.1. Осаждение (металлизация) распылением

Травление распылением и осаждение распылением различаются просто точкой зрения наблюдателя. Если образец бомбардируется энергичными ионами, он подвергается травлению распылением. Если образец находится рядом с поверхностью, подвергаемой распылению, тогда излучаемые, распыляемые атомы могут осаждаться в виде тонкой пленки на поверхность. Травление распылением описывается более подробно в следующем подразделе 5.2. Остальная часть этого раздела касается осаждения распылением.

Таблица 1. Выход выбивания в зависимости от энергии ионов для распространенных материалов

Материал	300 эВ	500 эВ	1000 эВ
Ag	1,7	2,5	3,5
Al	,6	,9	1,5
Au	1,1	1,7	2,5
B	,2	,6	1,1
Be	,3	,5	,9
C	,1	,3	,6
Cd	5	6	9
Co	,7	1	1,7
Cr	,8	1,1	1,9
Cu	1,5	1,9	2,9
Fe	,7	1	1,7
Ge	,6	1	1,5
Hf	,4	,6	,9
Mn	1,5	2	3
Mo	,3	,5	,9
Nb	,4	,6	,9
Ni	,7	1,0	1,7
Pb	2,5	3,2	4
Pd	1,5	1,8	2,5
Pt	,7	1	1,6
Re	,4	,6	1,0
Rh	,7	1	1,7
Ru	,7	1	1,7
Si	,3	,7	1
Sn	,6	,9	1,4
Ta	,3	,5	,9
Ti	,3	,5	,7
U	,5	,7	1,1
V	,4	,7	1
W	,3	,5	,9
Zn	3,7	5	7

В соответствии с относительно бурными процессами столкновения, которые являются основой распыления, распыляемые атомы, как правило, излучаются с поверхности со значительно большей кинетической энергией, чем атомы, испаряемые с горячей поверхности. Пример относительного распределения скоростей атома для испарения и распыления показан на рис. 2. Распределение распыленных атомов приблизительно имеет распределение $1/E^2$ на высокоэнергетической стороне пика, которое простирается до относительно высоких энергий. Эти высокоэнергетичные распыленные атомы фактически вызывают вторичное распыление на поверхности образца; это понятие известно как «свойственное повторное распыление» [3]. Более высокая энергия распыляемых атомов может значительно изменить микроструктуру пленки, размер зерна, напряжение и т. д. Эти вопросы рассматриваются ниже.

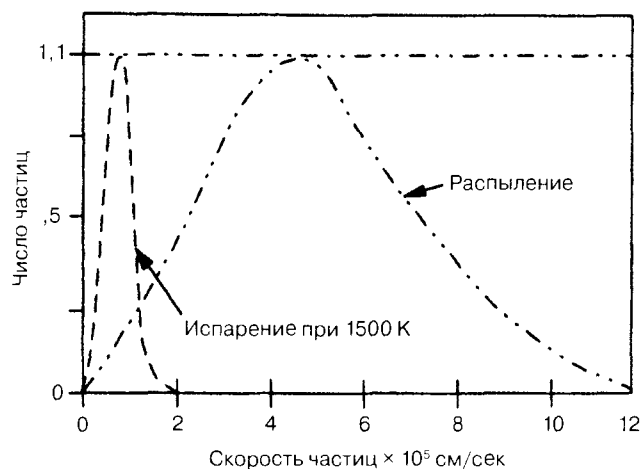


Рис. 2. Распределение скоростей атомов Cu, испаряемых при 1500 К, и атомов Cu, распыляемые с мишени Cu с помощью ионов Ag 600 эВ

5.1.2. Технологии осаждения распылением

Осаждение распылением существует почти 150 лет с самых первых дней физики газовых разрядов и физики плазмы. В настоящее время осаждение распылением практикуется в ряде высоковакуумных технологий. Наиболее широко используемой технологией является магнетронное распыление, которое представляет собой вид диодной плазмы. Другая распространенная технология — это высокочастотное диодное распыление, которое используется главным образом для диэлектриков. Третий вариант заключается в том, чтобы использовать пучок ионов и снимать образец или мишень с непосредственного контакта с плазмой. Самым распространенным методом, используемым здесь, является ионный источник Кауфмана, первоначально разработанный для видов применения космического двигателя (см. подраздел 5.3 о процессах на основе ионного пучка). Исторически осаждение распылением началось с простых диодов постоянного тока, поэтому лучше всего использовать эти технологии в качестве основы для изучения других более сложных процессов.

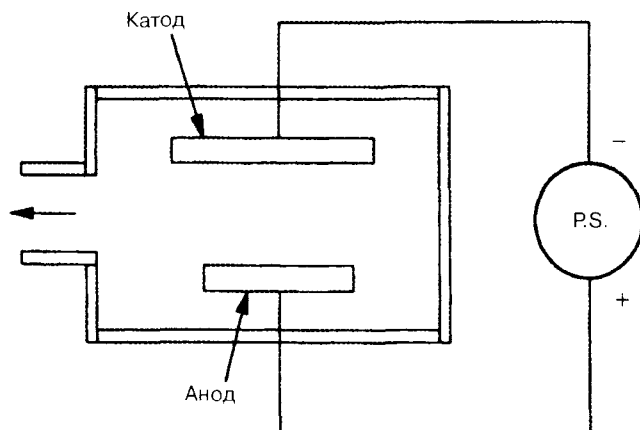
5.1.2.1. Диоды постоянного тока

Диод постоянного тока — это просто анод и катод, размещенные внутри вакуумной системы. При подходящих условиях давления и напряжения между двумя электродами может образовываться разряд (рис. 3). Минимальное напряжение для разряда — это функция давления и расстояния между электродами [4] (рис. 4). Для целей настоящего описания двум электродам размером несколько см^2 , отделенным 50 см, и в вакууме 0,1 мм рт. ст. может потребоваться 600 В для образования плазмы.

Ионы от плазмы ускоряются к отрицательному электроду (катоду), а электроны собираются на аноде. Разряд поддерживается вторичными электронами, которые излучаются от катода во время ионной бомбардировки. Эти вторичные электроны ускоряются в плазму, приобретая достаточно энергии для того, чтобы по пути, до того как они соберутся на аноде, произвести несколько ионов. Поскольку вторичный электронный коэффициент составляет, как правило, порядка 5%, каждому вторичному электрону требуется генерировать приблизительно 20 пар ион—электрон, прежде чем он достигнет анода.

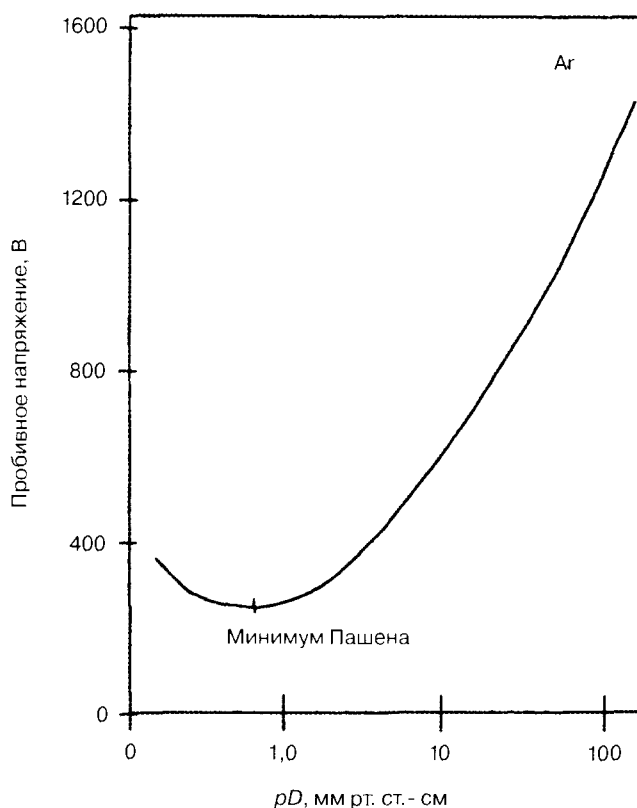
Сечение ионизации электронного удара газа в камере является относительно малым и зависимым от энергии [5]. Поэтому в диоде постоянного тока обычно необходимо управлять

Рис. 3. Конструкция типичного диода



сравнительно высокими уровнями давления (от 0,2 до 2 мм рт. ст.) для того, чтобы имел место какой-либо разумный ток ионов. Высокое давление приводит к слабой транспортировке распыленных атомов в сторону от катода и, следовательно, очень низкой скорости осаждения. Вторая проблема возникает тогда, когда изолируется катод. Поскольку ток является небольшим, процессы травления распылением и осаждения фактически останавливаются. Это будет

Рис. 4. Кривая Пашена — зависимость пробивного напряжения для диода постоянного тока в Ar от произведения давления камеры p и расстояния между электродами (адаптировано из [4])



происходить либо если катод изготовлен из изолятора, либо в случае, если металлический катод применяется в присутствии достаточного количества кислорода. Как правило, диоды постоянного тока редко используются в любых практических видах применения.

5.1.2.2. Высокочастотные диоды

Простая разновидность диода постоянного тока дает в результате решение двух фундаментальных проблем. Подав напряжение переменного вместо постоянного тока на катод, можно увеличить плотность ионного тока и исключить беспокойства по поводу зарядки изолирующих катодов. Наиболее распространенная используемая частота переменного тока — 13,56 МГц, именно поэтому эта технология часто называется высокочастотным диодным распылением. Однако также использовались другие частоты от 60 до 100 МГц. Для практических целей, поскольку большая часть имеющейся для систем распыления высокой мощности была сконструирована на 13,56 МГц, остальная часть данного рассмотрения будет сосредоточена на этой частоте.

Поданное на катод высокочастотное напряжение, как правило, порядка нескольких кВ, приводит к образованию плазмы, которая колеблется с той же самой частотой. Электроны в плазме получают дополнительную энергию от колебаний таким образом, что это сравнили с «серфингом» по приложенным электрическим «волнам» [6]. Таким образом, энергия подсоединяется к электронной популяции, в результате чего происходит дополнительная ионизация, создаваемая высокоэнергетическим шлейфом распределения электронов (приблизительно распределение Максвелла — Больцмана). Более высокая ионизация означает более высокий ток ионов при одной и той же приложенной мощности, чем при простом диоде постоянного тока.

Второе основное преимущество распыления высокочастотным диодом заключается в том, что катод не получает никакого чистого тока из плазмы. Падающие ионы от одной части цикла высокой частоты компенсируются падающими электронами от другой части цикла. В определенном смысле катод и анод меняются местами один раз каждый цикл высокой частоты, не вызывая никакого чистого тока или зарядки.

Поскольку электроны в плазме перемешаются гораздо быстрее ионов, скорость электронной бомбардировки катода в течение положительной части цикла высокой частоты может значительно превышать поток ионов во время отрицательного полуцикла. Если катод конденсаторной емкостью подсоединен к источнику питания, чистый отрицательный заряд начнет выглядеть как чистый отрицательный потенциал на катоде. В сущности смещение постоянного тока катода начинает дрейфовать вниз при каждом последующем цикле высокой частоты. По мере того как это происходит, доля времени, в течение которого катод является положительным относительно анода, уменьшается, и чистое количество собранных электронов уменьшается.

В конечном итоге этот процесс достигает равновесия сразу после нескольких циклов с чистым смещением постоянного тока, которое всего лишь незначительно меньше половины приложенного межпикового напряжения высокой частоты (рис. 5). Поскольку ионы не могут реагировать на напряжения 13,56 МГц (их инерция такова, что они не могут реагировать на частоты выше нескольких сотен кГц), они реагируют на среднее смещение постоянного тока катода. В высокочастотном диодном распылении энергия иона, как правило, описывается смещением постоянного тока, поскольку потенциал плазмы обычно близок к нулю.

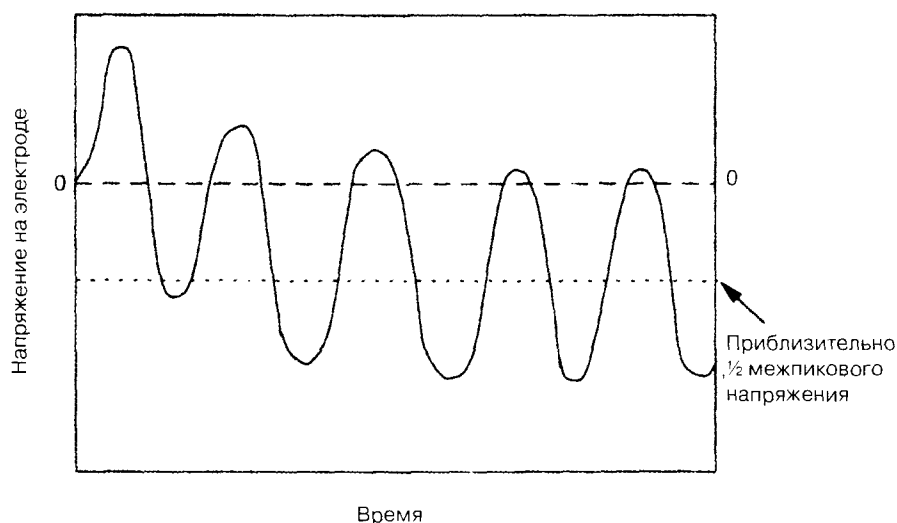


Рис. 5. Зависимость потенциала катода от времени, показывающая снижение постоянного тока в результате электронной зарядки

Высокочастотное диодное распыление, как травление, так и осаждение, наиболее широко используется для распыления изолирующих материалов, например оксидов (диоксид кремния, диоксид титана, оксид алюминия и т. д.), а также для распыления полимеров, в частности таких, как полиимид. Поскольку распыленный материал большей частью эмитируется в виде атомов, а не соединений или молекул, часто необходимо добавлять дополнительный реактивный газ, в частности такой, как кислород, во время осаждения распылением оксидов. Реактивное распыление описывается более подробно ниже.

5.1.2.3. Магнетронное распыление

Магнетрон — это катод в устройстве диодной плазмы, который может работать либо в режиме постоянного, либо в режиме переменного тока, хотя преобладающее большинство работает в режиме постоянного тока. В магнетроне используется базовый эффект, заключающийся в том, что электроны реагируют на магнитные поля посредством простого отношения

$$F = qvB,$$

где q — это заряд электрона, v — его скорость и B — магнитное поле.

Поскольку это векторное произведение, сила направлена под прямыми углами к первоначальной скорости, которая для свободного электрона поблизости магнитного поля приводит к тому, что электрон движется по спирали вокруг линии магнитного поля. Это движение по спирали приводит к значительно большей длине пути электрона, и если он находится в плазме, значительно более высока вероятность того, что он ударится об атом фоновых газа и, возможно, вызовет ионизацию этого атома. Магнитные поля уже давно используются для интенсификации плазм таким образом, который приводит к более высоким плотностям плазмы и более низким напряжениям разряда при постоянной приложенной мощности.

В магнетроне используется небольшое видоизменение этого явления, при котором электрон теперь должен реагировать как на электрическое, так и на магнитное поле. Если эти поля находятся под прямым углом, электрон испытывает чистый дрейф EB , который имеет на-

Вид сверху

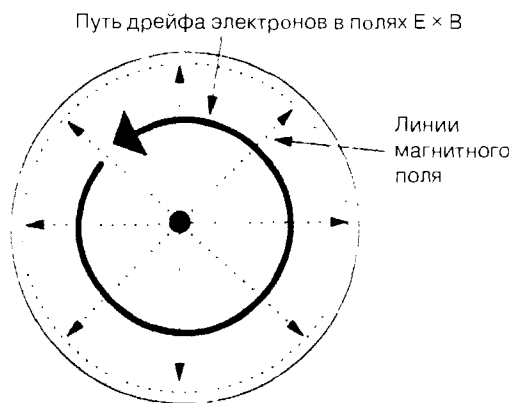
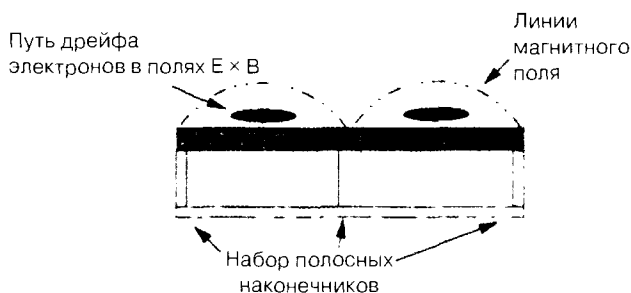


Рис. 6. Схема катода магнетрона

Вид сбоку



правление, перпендикулярное полям E и B . В физике твердого тела это называется эффектом Холла, и приводит это к небольшому перепаду напряжения на проводнике, по которому проходит ток в присутствии большого магнитного поля. В магнетроне, однако, путь дрейфа электронов имеет такую конфигурацию, что этот путь замыкается часто в форме петли (рис. 6). Замкнутый путь позволяет электронам передвигаться вокруг пути дрейфа несколько (3—10) раз [7], в результате чего достигается высокая степень эффективности соединения энергии электрона с плазмой. Это приводит к очень низким напряжениям разрядки, высоким токам (в амперах) и очень маленькому увеличению напряжения при увеличении тока. Магнетроны, как правило, следуют эмпирическому соотношению между током и напряжением, описанному ниже:

$$I = kV^n, \quad (2)$$

где I — ток разрядки; V — напряжение; k — постоянная, зависящая от системы; n — показатель, как правило, величина, находящаяся в диапазоне от 5 до 20.

Фактический путь вторичного электрона после того, как он покинет катод, является весьма сложным. Электрон движется по спирали вокруг линий магнитного поля, совершая колебания в радиальном направлении вдоль линий поля, отражая на каждом конце линии ее пересечение с поверхностью катода. Помимо этих перемещений, дрейф EB вызывает круговой дрейф вокруг пути дрейфа EB . Кроме того, поскольку электрон находится в плазме, он под-

вергается большому количеству пересечений (шум, турбулентность) с другими присутствующими заряженными частицами.

Первоначально считалось, что электрон просто дрейфует вокруг пути дрейфа катода до тех пор, пока он не столкнется с атомом газа, ионизирует его и затем продолжит перемещаться по петле [8]. В реальности этот сценарий, вероятно, является неточным, и электрон имеет много более эффективных столкновений с другими электронами, приводя к общему нагреванию распределения электронов. Поэтому ионизация посредством высокоэнергичного шлейфа распределения — это основное средство ионизации, а не прямое соприкосновение между вторичными электронами и атомами газа [9].

5.1.2.4. Некоторые аспекты магнетронного распыления

Скорости и эффективность осаждения

При осаждении распылением, как правило, предпочтительным является высокоскоростное, контролируемое, однородное осаждение. Природа магнетрона, характеризующегося петлей плотной плазмы у катода, приводит к неоднородной эмиссии, обычно кольцеобразной или прямоугольной геометрии. Кроме того, из-за геометрии системы профиль эмиссии распыляемых атомов и расстояние образца от катода и скорость осаждения предсказать точно бывает трудно. В различных исследованиях скорость осаждения и профиль измерялись как функция давления газа и расстояния выброса. Большинство этих исследований являются только относительно количественными в том, что они зависят от системы, и предпринимаются недостаточные усилия для калибровки результатов.

Существует два подхода к количественному выражению процесса осаждения с помощью магнетрона, которые являются эквивалентными друг другу. В первом используется собственная вероятность того, что распыленный атом, эмитированный с катода, будет осаждаться на образце. Это приводит к числу, находящемуся между 0 и 1, при этом 1 — это максимум, идеальный транспорт (все распыленные атомы осаждаются на образце). Альтернативный подход, возможно, более практичный для эксплуатации систем, количественно выражает скорость осаждения с точки зрения «скорости на ватт». В этом случае общее допущение заключается в том, что скорость осаждения увеличивается линейно с мощностью разряда (ток разряда, умноженный на напряжение разряда). Это допущение является относительно точным в области работы большинства магнетронов, где выход выбивания увеличивается линейно с напряжением разряда, а на практике напряжение разряда изменяется очень медленно.

Вероятность осаждения

Вероятность может определяться путем сравнения числа атомов, распыляемых с катода, с числом атомов, осажденных на образце. Число, распыленное до первой аппроксимации, — это просто ток разрядки, умноженный на выход выбивания и время осаждения. Эта величина может иметь точность до 20% и ограничивается знанием выхода выбивания для этого конкретного катода, а также коррекцией на 5–10% тока разрядки, вызываемой вторичным выходом электрона. Величины вероятности осаждения приводятся в табл. 2 для простого планарного магнетрона с диаметром 8 дюймов в открытой вакуумной системе. Каждая система, однако, отличается от других, и присутствие экранирования, заслонок и даже стенок камеры может несколько изменять эти вероятности. Следует отметить, что наилучшие вероятности (самые высокие) имеют место при низком давлении, коротком расстоянии выброса и компонен-

Таблица 2. Вероятность осаждения для магнетронного распыления посредством планарного магнетрона 1000 Ватт, диаметром 200 мм в большой системе [10]

Выброс (см)	Давление $\times 10^{-3}$ (мм рт. ст.)	Вероятность осаждения
Распыление Ag на Cu		
5 см	5, 20, 30	0.63, 0.49, 0.54
9,5 см	5, 20, 30	0.48, 0.47, 0.45
14,5 см	5, 20, 30	0.39, 0.35, 0.31
Распыление Ne на Al		
5 см	5, 20, 30	0.80, 0.56, 0.52
9,5 см	5, 20, 30	0.40, 0.42, 0.40
Распыление Ag на Al		
5 см	5, 20, 30	0.60, 0.46, 0.42
9,5 см	5, 20, 30	0.44, 0.45, 0.35
Распыление Kг на Al		
5 см	5, 20, 30	0.52, 0.45, 0.38
9,5 см	5, 20, 30	0.35, 0.27, 0.22

тах газа, более легких по сравнению с распыляемыми компонентами. Кроме того, распыление посредством тяжелого газа, в частности такого, как Кг, часто приводит к противоположным результатам. Выход выбивания можно немного увеличить, но вероятность того, что атом достигнет образца и создаст пленку, значительно сокращается.

Скорость осаждения в зависимости от мощности

Эти цифры также очень зависят от системы и основываются на точной конфигурации конкретных инструментов, рабочих условий и т. д. Эти скорости часто указываются как ангстремы/мин/ватт. Пример этого типа данных показан для инструмента периодического типа [11]. Однако в этом случае паллеты образца (37—45 см шириной) сканировались рядом с катодом таким образом, что скорости, указанные в табл. 3, были меньше скоростей для фиксированного образца непосредственно перед катодом. Эта проблема носит систематический характер с данным типом измерения скорости: числа относятся только к данной системе.

Таблица 3. Скорость осаждения для магнетронных систем MRC*[11]

Катод (расстояние выброса)	Конструкция Фосест 1,75 см	Вложенная конструкция 5 см	Планарная конструкция 5 см
Al	.29	.16	.18
Cu	.55	.31	.34
Au	.58	.32	.36
Ni-7%V	.36	.20	.22
Pt	.37	.21	.23
Ag	.83	.47	.52
Ti	.14	.07	.08
Ta	.15	.08	.09

*Единицы измерения ангстрем/мин/Вт.

Крайне трудно сравнивать подобные этим результаты с другой системой. Например, современные инструменты распыления полупроводника одинарных пластин имеют фиксированное положение образца, которое, несомненно, будет означать более высокую эффектив-

ность осаждения, чем для движущего образца. Результаты осаждения распылением широко распространенных полупроводниковых материалов приводятся в табл. 4. Расстояние выброса в этом случае составляет приблизительно 4 см.

Таблица 4. Скорости осаждения материалов Endura в системе с одинарными пластинами [12]

Материал	Мощность, кВт	Скорость осаждения, ангстрем/мин/Вт
AlCu (0,5)	12,7	1 (новый катод) 0,75 (старый катод)
Ti	1	0,17
TiN (нигريدный режим)	4	0,15
Ti (коллимированный, 1.5:1)	7	0,043

* Катод диаметром 32,7 см, образцы — пластины размером 200 мм.

Этот общий подход может быть распространен на конкретные системы двумя способами. Во-первых, пренебрежение эффектами разрежения газа (см. далее), эффективность осаждения любой конкретной системы должны соотноситься с только что приведенными цифрами посредством простого коэффициента. Необходимо калибровать каждую систему, но как только это будет сделано, калибровка меняться не должна без крупных изменений геометрии. Во-вторых, зависимость только что приведенных скоростей осаждения может быть приблизительно увязана с выходом выбивания, в частности для коротких расстояний выброса. Поэтому при изменении катода, включенного в перечень, на другую мишень, первая оценка вероятной скорости осаждения может быть сделана путем сравнения выхода выбивания нового материала с теми значениями, которые приведены в таблицах.

Разрежение газа

Эффект, который не ожидали при магнетронном распылении, заключался в значительном воздействии на плотность фонового газа. Это результат термализации или замедления распыленных атомов из-за столкновений газовой фазы с Ar в камере. Нагретые атомы Ar далее разрежают и уменьшают плотность местного газа в области близ катода [13]. В обычных системах при давлении 0,03 мм рт. ст. наблюдалось разрежение на 80% или более. Этот эффект в значительной степени зависит от выхода выбивания, скорости эмитированного атома, теплопроводности газа и стенок камеры. Этот эффект может также быть тесно связан с импедансом разряда и различными рабочими напряжениями, наблюдаемыми для различных катодных компонентов.

Реактивное распыление

Реактивное распыление и в частности реактивное магнетронное распыление — это процесс, при котором атомы, распыляемые с металлического катода, образуют соединение с молекулами фонового газа на поверхности образца. Распространенными примерами этого являются распыление Al присутствующим кислородом для образования оксида или распыление Ti в присутствии азота для образования нитрида Ti. В целом образование пленки соединения происходит на поверхности образца, не в газовой фазе или в полете. Однако это приводит к проблеме, заключающейся в том, что вокруг металлического катода образуется та же среда, что и составляет осаждающуюся пленку. Если имеется достаточное количество реактивного газа,

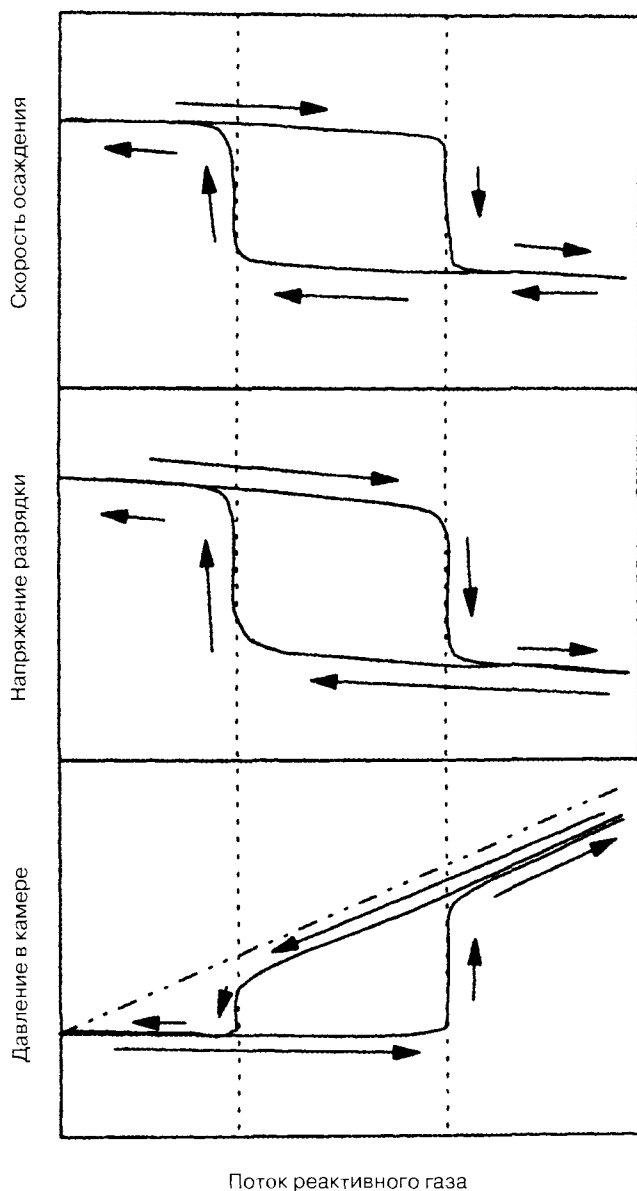


Рис. 7. Графики зависимости скорости осаждения (верхние кривые), напряжения разрядки (средние кривые) и давления в камере (нижние кривые) от потока реактивного газа. Правая крайняя вертикальная пунктирная линия — это точка критического потока для перехода из металлического режима в режим окончания реакции. Левая крайняя вертикальная пунктирная линия — это точка потока для перехода обратно в металлический режим

присутствующего для реагирования с металлом на поверхности пленки, как правило, поверхность катода реагирует тоже.

Этот процесс можно рассматривать следующим образом (рис. 7). Рассмотрим распыление алюминиевого металлического катода только инертным газовым компонентом, в частности Ar . Осаждаемые пленки являются чисто металлическими и, как правило, скорость осаждения может быть довольно-таки высокой. Если в камеру затем добавляется небольшое количество кислорода, оно немедленно включается в осаждающуюся пленку. Фактически очень трудно наблюдать воздействия введения небольших количеств кислорода: скорость осаждения не изменяется, напряжение разряда на катоде не изменяется, и давление

не изменяется: никакого кислорода не видно на масс-спектрах. Первой реакцией должна быть проверка работоспособности контроллера потока, поскольку кажется, что ничего не происходит. Пленки, являющиеся очень реактивными, эффективно геттерируют весь присутствующий реактивный газ.

Если поток реактивного газа увеличивается до критического уровня, почти весь реактивный газ будет по-прежнему включаться в осаждающиеся пленки. На рис. 7 поток можно увеличить до точки второй вертикальной пунктирной линии. Пленки в этой точке становятся насыщенными реактивными компонентами и приближаются к своему конечному (и обычно желательному) составу. Однако при критическом потоке пленки становятся полностью насыщенными, и любой дополнительный реактивный газ, введенный в камеру, служит насыщению катода магнетрона, переключая его из металлического режима в режим соединения, который, как правило, имеет значительно более низкий выход выбивания. Это приводит к быстрому уменьшению скорости распыления и, как следствие, к быстрому уменьшению способности осажденных пленок геттерировать реактивные компоненты. Система проходит необратимый порог при этом критическом потоке: скорость осаждения резко падает, напряжение разряда обычно изменяется из-за изменения поверхности катода, и реактивный компонент теперь больше полностью не поглощается осажденными пленками, поскольку скорость подачи распыленных атомов значительно упала. Увеличение потока реактивного газа приводит к относительно незначительному изменению системы: катод находится в полностью прореагировавшем состоянии, и дополнительные атомы реактивного газа не играют роли. Работа с правой стороны или на стороне высокого потока данного критического переходного потока известна под названием *оксидного режима* для реактивного распыления в кислороде или *нитридного режима* для реактивного распыления в азоте.

Уменьшение потока реактивного газа не приводит к немедленному восстановлению металлического режима при давлениях чуть ниже критического потока. Это происходит потому, что катод по-прежнему находится в полностью прореагировавшем состоянии, и выход по-прежнему низкий. Необходимо перейти к значительно более низкому потоку (левая крайняя пунктирная линия на рис. 7) для того, чтобы вернуться к металлическому режиму. Эти кривые часто называют кривыми гистерезиса в силу их подобия кривым, описывающим намагничивание материалов.

5.1.2.5. Распыление со смещением и несбалансированные магнетроны

Присутствие плазмы во время осаждения распылением позволяет использовать бомбардировку образца ионами, присутствующими в плазме. В обычных диодах постоянного тока или высокочастотного напряжения этот эффект известен под названием *распыления со смещением*. Наложение смещения образца либо постоянного тока, либо высокочастотного напряжения приводит в результате к энергичной бомбардировке ионами растущей пленки, что может вызывать несколько эффектов. С точки зрения материалов осаждающаяся пленка может сжиматься и уплотняться бомбардировкой ионов, приводя к уплотнениям, близким по объемной плотности, мелкому размеру зерна и изменению напряжения пленки. Этот метод называют «струйной обработкой ионами». Очевидно, что слишком сильная бомбардировка может привести к отрицательным воздействиям на пленку, начиная от высокого напряжения сжатия до фактического повторного распыления осаждающейся пленки. В случае последнего воздействия из-за углового распределения выхода выбивания не-

ровные зубчатые пленки осаждаются быстрее, чем плоские сглаженные. Реактивное осаждение может быть также значительно усилено присутствием ионной бомбардировки, в частности для реактивных химических составов, например таких, как нитридная система (AlN , TiN и т. д.), которым требуется повышенная температура образца другого источника энергии для осуществления реакции.

Из-за хорошей изоляции плазмы рядом с катодом в магнетроне в положении образца обычно имеется очень малый поток ионов во время распыления магнетрона. Решение этой проблемы было предложено Уиндоуз [14], который разработал магнетрон с неуравновешенными магнитными полями. Это позволяет электронам устремляться потоком в сторону от плазмы катода, что имеет тенденцию увлечь ионы в направлении образца. Затем на образце можно замерить большие токи смещения субстрата, соответствующие распылению со смещением или реактивному осаждению распылением.

5.1.3. Применение магнетрона для осаждения распылением

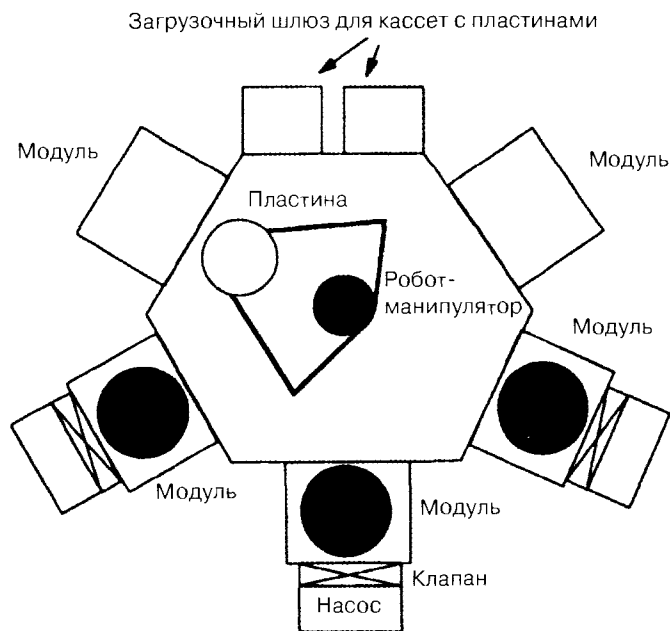
Магнетроны — это наиболее широко используемый инструмент осаждения распылением тонких пленок. По сравнению с высокочастотными диодами или диодами постоянного тока напряжения являются более доступными (500 В, не несколько кВ), и токи разрядки могут быть огромными. Кроме того, масштаб технологии возрастает до очень больших размеров: катоды длиной несколько метров не являются редкостью. Эти катоды могут работать при многих десятках киловатт с ионными токами от 25 до 100 ампер.

Магнетроны главным образом используются для осаждения металлической пленки на разнообразных субстратах. Одной из отраслей, которая в большой степени зависит от осаждения распылением, является производство полупроводников, в котором большая доля металлических слоев, используемых для промежуточных соединений (проводки на кристалле — чипе), наносится распылением. Тип используемой системы распыления называется «инструментом одной пластины», так как в нем одновременно в камере осаждения присутствует только одна пластина. В отличие от этого типа существует инструмент для обработки партии пластин (периодического действия), в котором множество пластин подвергается одновременно одному и тому же процессу. Обработка одной пластины стала нормой полупроводниковой промышленности частично в силу увеличения размера пластин (200 мм и увеличение размера продолжается) и стоимости образца, которая может приближаться к 50 000 долларам США за одну пластину, по мере того как производство пластины близится к своему завершению. Если произойдет что-то с процессом периодической обработки партий пластин, потенциально за один цикл можно потерять пластины на сумму в 1 миллион долларов США, в то время как при использовании инструмента для одной пластины убытки могут быть ограничены одной пластиной.

Инструменты одной пластины, как правило, работают с несколькими камерами для обработки, центральным манипулятором и загрузочным шлюзом. Пример одноуровневой системы показан на рис. 8. В технологических модулях могут идти процессы осаждения распылением (магнетроны) или они могут также быть камерой травления или камерой химического парового осаждения (CVD).

Вторым крупным потребителем технологии осаждения распылением является автомобильная промышленность. С приходом в 1970—80-х гг. пластмасс в автомобилестроение осаждение стало широко использоваться для металлизации этих деталей. Большинство из них яв-

Рис. 8. Схема многоуровневого инструмента для распыления



ляется декоративными, но в некоторых случаях эта технология используется также для защиты от коррозии деталей, находящимися под декоративными компонентами.

Третий крупный потребитель технологии распыления — это отрасль нанесения покрытий на стекло. Распыление магнетроном используется для нанесения отражающего, затемненного или декоративного покрытий на большие стекла, используемые в административных зданиях. Катоды в этих случаях могут иметь длину, измеряемую многими метрами. В этих видах применения контроль толщины пленки имеет критическое значение: человеческий глаз очень чувствительный и может зафиксировать изменения интенсивности из-за колебаний толщины порядка десятков ангстрема.

Еще одним крупным производством является осаждение металлических пленок на пластмассовые листы. Существуют многочисленные виды использования для этой металлизированной пластмассы, возможно, наиболее распространенным видом использования является внутреннее покрытие пакетов для чипсов или арахисовых орехов. Объемы материала здесь очень значительные, и рулоны пластмассового листа с длиной, измеряемой многими милями, как правило, загружаются в вакуумную систему (которая называется системой нанесения покрытия на ленту) на один цикл.

Другие виды применения осаждения распылением включают декоративные покрытия для бижутерии, браслетов для часов, оправ для очков и т. д. В этих видах применения часто используется реактивно распыленный нитрид Ti благодаря своей твердости и привлекательному золотистому цвету.

Еще одним видом применения является область оптических покрытий для оптики очень высокого качества. В этом случае речь идет о лазерных кольцевых гироскопах, используемых в инерциальных системах наведения. Другие оптические виды применения могут включать окна космических кораблей и различные литографические виды применения, используемые в литографии полупроводников.

5.1.4. Перспективные направления в нанесении покрытий распылением

Во многих отношениях распыление и осаждение распылением являются хорошо отработанными технологиями. Распыление широко используется в ряде видов применения, поскольку оно является всесторонним, недорогим и хорошо изученным. В недавнее время были разработаны две области технологии распыления, которые будут иметь последствия для будущих видов применения распыления: 1) способность усиливать или увеличивать выход выбивания выборочно для определенных типов катодов и 2) ионизация распыленных атомов в полете и последующее осаждение пленок из ионов, а не из нейтральных частиц.

5.1.4.1. Усиленные выходы выбивания распыления

Физическое распыление — это динамический коллизионный процесс. Как правило, обычно имеет значение масса атома-мишени, а также масса и энергия снаряда. В усиленном распылении [15] используется преимущество этого эффекта. Мишень состоит из соединения желаемого, распыляемого компонента и, как правило, более тяжелого элемента, в частности, такого, как Pt. Падающие ионы, обычно Ag или Ne, интенсивно отражаются от этих тяжелых атомов и отскакивают в направлении ближайшей поверхности с большей частью своей кинетической энергии. Это приводит к своего рода переднему распылению, которое может увеличить скорость эмиссии для компонентов более низкой массы на целый порядок. Это особенно полезно для распыления углерода, который имеет очень небольшой выход выбивания. Это также полезно для других легких атомов, в частности таких, как Al или Si. Хотя коммерческих видов применения этой технологии пока еще не существует, она обеспечивает интересную способность выборочного увеличения выхода выбивания.

5.1.4.2. Ионизированное осаждение распылением

Осаждение распылением состоит почти полностью из осаждения нейтральных частиц. В большинстве систем это приводит к широкому угловому распределению прибывающих частиц: это хорошо для нанесения покрытия на уступы и выступы на поверхности, но плохо для заполнения углублений с большими градиентами высоты и глубины. Недавняя разработка с использованием осаждения главным образом ионов позволяет преодолеть это ограничение. За счет сочетания плазмы плотного инертного газа с источником распыления большая доля распыленного потока может быть ионизирована в полете [16—18]. Простое смещение на образце тогда приводит к электрическому ускорению распыленных ионных компонентов к поверхности с контролируемой энергией и направлением. Этот метод был разработан прежде всего для полупроводниковой промышленности, но разрабатываются и другие виды применения, главным образом в области низкотемпературного реактивного осаждения распылением.

Литература

1. p. Sigmund, Phys. Rev., 184 (1969) 383; 187 (1969) 768.
2. P. C. Zalm, Surface and Interface Analysis, 11 (1988) 1.
3. D. Hoffman, / Vac. Sci. Technol., 8 (1990) 3707.
4. J. L. Cecchi, in Handbook of Plasma Processing Technology, edited by S. M. Rossnagel, J. J. Cuomo, and W. D. Westwood (Noyes, Park Ridge, NJ, 1989), chap. 2.
5. H. R. Kaufman and R. S. Robinson, in Operation of Broad Beam Ion Sources (Commonwealth Scientific, Alexandria, VA, 1987).

6. B. Chapman, *Glow Discharge Processes* (Wiley, New York, 1980).
7. S. M. Rossnagel and H. R. Kaufman, *J. Vac. Sci. Technol.*, A5 (1987) 88-91.
8. J. A. Thornton and A. S. Penfold, in *Thin Film Processes*, edited by J. L. Vossen and W. Kern (Academic Press, New York, 1978).
9. S. M. Rossnagel and H. R. Kaufman, *J. Vac. Sci. Technol.*, A5 (1987) 2276-2279.
10. S. M. Rossnagel, *J. Vac. Sci. Technol.*, A6 (1988) 3049-3054.
11. W. H. Class, *Thin Solid Films*, 107 (1983) 379-385.
12. Darryl Restaino, IBM East Fishkill, private communication (January 1996).
13. S. M. Rossnagel, *J. Vac. Sci. Technol.*, A6 (1988) 19-24.
14. B. Windows and N. Savides, *J. Vac. Sci. Technol.*, A4 (1986) 196.
15. S. Berg, I. V. Katardjiev, C. Nender, and R. Carlsson, *Thin Solid Films*, 241 (1994) 1 - 8.
16. M. S. Barnes, J. C. Forster, and J. H. Keller, U.S. Patent 5,178,739 (January 12, 1993).
17. S. M. Rossnagel and J. Hopwood, *Applied Physics Letters*, 63 (1993) 3285-3288.
18. S. M. Rossnagel and J. Hopwood, *J. Vac. Sci. Technol.*, B12 (1994) 449-453.

5.2. Плазменное травление

В. Патель, доктор наук
Sarnoff Corporation

5.2.1. Введение

Концепция использования плазмы для травления материалов была впервые применена при производстве полупроводников в 1960-х гг. для удаления органических фоторезистных материалов. Постепенно с годами процессы плазменного травления заменили большинство селективных процессов травления в обработке полупроводников благодаря своей экологической совместимости, чистоте, однородности, простоте автоматизации и способности точно передавать субмикронные образцы схем с фотолитографических масок на поверхность полупроводниковых пластин. Сегодня плазменные процессы травления являются критическими для производства полупроводниковых интегральных схем. Однако разработка процесса плазменного травления прогрессировала на эмпирических основах без значительного научного фундамента из-за интенсивного производственного спроса и связанной с этим сложностью.

Настоящий подраздел посвящается технологии плазменного травления с акцентом на различные конструкции реакторов. Кроме того, также рассматриваются некоторые основные понятия и требования к плазменному травлению.

5.2.2. Рассмотрение концепций плазмы применительно к реакторам плазменного травления

5.2.2.1. Физические процессы в высокочастотных разрядах

В плазменном травлении для создания химически реактивного компонента из подаваемого газа используется тлеющий разряд. Этот реактивный компонент реагирует с подлежащим травлению материалом и создает реактивные побочные продукты. Тлеющий разряд — это плазма (определяемая как частично ионизированный газ, состоящий из ионов и разнообраз-

ных нейтральных компонентов), которая существует в диапазоне давления, представляющем интерес для плазменного травления (10^{-4} — 10 мм рт. ст.), и содержит приблизительно равные концентрации положительно заряженных частиц (положительных ионов) и отрицательно заряженных частиц (электронов и отрицательных ионов). Особенно полезным аспектом плазмы является ее способность обеспечивать ход химических реакций высокотемпературного типа при низких температурах подложек.

Упрощенная конструкция базового плазменного реактора, используемого для травления, показана на рис. 1, а. Полупроводниковая подложка обычно помещается на электрод, на который подается высокочастотное напряжение. Стенкам камеры сообщают потенциал заземления, они действуют в качестве заземленного электрода во многих конфигурациях. На электроды подается высокочастотное напряжение достаточной величины (как правило, через конденсатор связи), вызывающее распад газа подачи и его ионизацию. Создается центральная яркая область, известная как область плазмы, которая поддерживает нейтральность заряда (равное число положительных и отрицательных ионных компонентов) и является равнопотенциальной (в этой области электрическое поле отсутствует).

Потенциал этой области называется потенциалом плазмы (V_p) и является самым высоким потенциалом в системе. Область, отделяющая область плазмы от электродов (также стенок камеры), называется оболочкой или «темным пространством». Почти весь перепад напряжения происходит в этой области. В системах с емкостной связью отрицательный потенциал постоянного тока (V_{DC}) наводится на запитанном электроде для балансировки усредненного по времени электронного и ионного тока на электродах. Упрощенная схема усредненного по времени профиля потенциала на реакторе изображена на рис. 1, б.

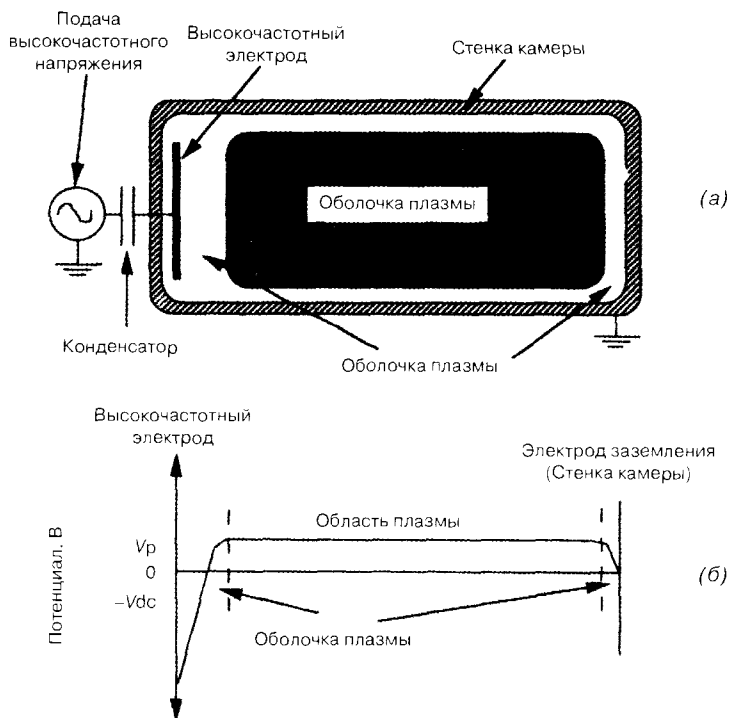


Рис. 1. Упрощенная конструкция типичного реактора плазменного травления (а) и типичный усредненный по времени профиль потенциала (б)

В аппаратуре плазменного травления плазма инициируется ускорением некоторых свободных электронов в пределах объема камеры посредством приложения электрического или магнитного поля. Газ подачи слабо ионизирован в результате неупругих столкновений между нейтральными частицами и энергичными электронами. У электронов меньшая масса, и они могут реагировать в высокочастотном поле. Электроны могут приобретать энергию, ускоряясь под действием приложенного высокочастотного поля, и в результате упругих столкновений до тех пор, пока не произойдет неупругое столкновение. Ионизация от удара электронов создает электронно-ионные пары, которые подвергаются разряду в результате потери электрона, там, где обычно преобладает диффузия из объема плазмы к электродам и стенкам реактора. Электроны обладают достаточно высокой энергией и мобильностью, чтобы избежать объема плазмы. Однако электростатические силы между электронами и положительными ионами создают так называемое «амбиполярное поле», поддерживающее нейтральность заряда в плазме. Это амбиполярное поле (если исходить из электроположительной плазмы с незначительным количеством отрицательных ионов) заставляет положительные ионы диффундировать гораздо быстрее, чем в состоянии свободной диффузии, и в то же время замедляет диффузию электронов.

Несколько процессов газовой фазы, в частности такие, как ударная ионизация, диссоциативная ионизация, рекомбинация, релаксация, прилипание электронов, а также передача резонансного разряда, также происходят в плазме. Химия плазмы, отвечающая за создание реактивных радикалов и ионов посредством этих процессов, главным образом определяется функцией распределения энергии электронов (EEDF), так как это величина, от которой зависят скорости электронов при ударе [1]. Ускорение вторичных электронов, эмитируемых с поверхности пластины/электрода оболочки, и энергия, приобретенная электронами в колеблющейся кромке оболочки посредством так называемого механизма серфинга, могут также играть значительную роль в определении точного характера EEDF [2]. Распределение энергии электрона стабильного состояния — это баланс между приобретением энергии и потерей энергии в результате неупругих столкновений или в некоторых случаях взаимодействия плазмы электронного луча.

Широкое использование плазм для активации процессов травления вытекает из двух основных особенностей низкотемпературных неравновесных разрядов. Первое из них — это существование энергичных электронов со средними уровнями энергии в диапазоне от 2 до 10 эВ (температура $\sim 10^4$ — 10^5 К) в объеме плазмы. Эти электроны разрывают связи, чтобы образовать химически активные компоненты травителя или его предшественников. Электроны также вызывают ионизацию, которая претерпевает разряд и создает ионы. Эти ионы часто являются существенными для процесса травления. Вторая важная особенность плазмы, используемой для травления, — это ускорение ионов на границе плазмы, известной под названием оболочки. Во многих конфигурациях ионы ускоряются посредством электрического поля в области оболочки между границей плазмы и пластиной. Это поле может ускорять ионы, нормально (перпендикулярно) к поверхности пластины, при этом типичные уровни энергии находятся в пределах от 50 до 1000 эВ. Бомбардировка ионами часто позволяет использовать анизотропическое травление литографических схем при незначительном боковом снятии материала или его отсутствии. Эта особенность является существенной для реализации все более высокой плотности устройств, которая встречается в современных интегральных схемах и, возможно, является основной причиной того, почему

активированное плазмой травление используется так широко. Здесь следует отметить, что ионы редко выступают в качестве травителя, а все химическое травление основано на действии нейтральных частиц [3].

Образование оболочки плазмы

Уникальной особенностью плазмы является ее способность экранировать концентрации внутреннего заряда от внешне приложенных электрических полей. Оболочки (определяемые как области, в которых не действует состояние квазинейтральности) образуются на всех заземленных и запитанных поверхностях, представляющих границы для плазмы. Оболочки изолируют плазму от потери электронов. В высокочастотных разрядах динамика оболочек является более сложной, чем в разрядах постоянного тока, и в целом она менее понятна. Самые ранние исследования оболочек высокочастотной плазмы были выполнены Бутлером и Кино [4], и с момента их работ были опубликованы многочисленные отчеты, излагающие улучшенные математические трактовки [5, 6].

Приблизительное представление оболочки высокочастотной плазмы показано на рис. 2. Ионы не могут реагировать на мгновенное поле. Вместо этого они перемешаются через квазинейтральную предоболочку и приобретают направленную среднюю скорость порядка скорости ионного звука (см. далее) на кромке оболочки S_m , где плотность электронов всегда равняется плотности ионов. Область между стенкой и S_m называется ионной оболочкой, потому что это область чистого положительного заряда на усредненной по времени основе, хотя это не является справедливым в течение всего цикла высокочастотных колебаний [7].

Когда положительные ионы движутся к стенке, они приобретают импульс в среднем поле оболочки, поэтому сохранение потока ионов приводит к падению плотности ионов в направлении электрода/стенки до величины n_m у стенки. Поскольку реакцией иона на высокочастотное поле можно пренебречь, плотность ионов в оболочке является стационарной. И наоборот, электроны реагируют на изменение напряжения в оболочке, и их движение может быть охарактеризовано наиболее просто посредством допущения о перемещающейся кромке оболочки. Профиль плотности электронов в движущейся оболочке — это ступенчатый про-

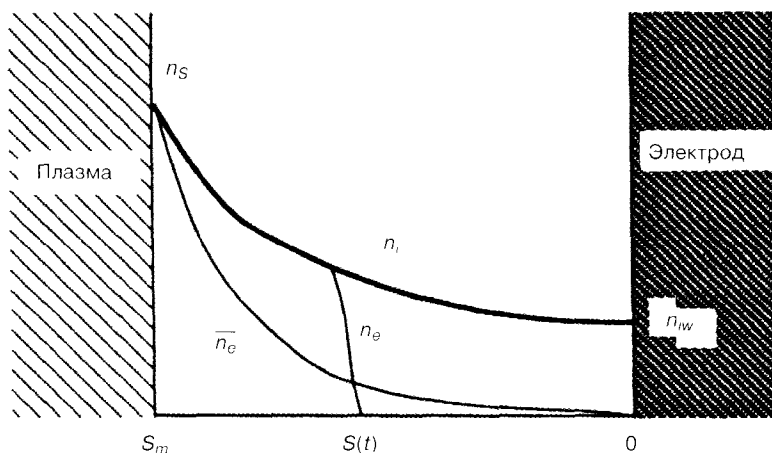


Рис. 2. Структура оболочки плазмы с изображением положительной плотности ионов (n_i), усредненной по времени плотности электрона (\bar{n}_e) и мгновенной плотности электрона в один момент времени в цикле высокочастотных колебаний (n_e)



филь [8]. Поскольку средние ионные и электронные токи к стенке в емкостно соединенных системах должны уравниваться, оболочка складывается в течение небольшой части цикла высокочастотных колебаний (высокочастотное напряжение является максимальным), позволяя электронам достигать электрода. После реверсирования поля высокочастотного напряжения, приложенного к электроду, кромка оболочки электронов перемещается в сторону от электрода. Таким образом, высокочастотное поле заставляет оболочки расширяться и распадаться, модулируя напряжение оболочки и длину. Электрон в тлеющем свечении рядом с границей оболочки подпадает под влияние отталкивающего поля у кромки движущейся оболочки и может быть отражен обратно в плазму. Это явление часто называют механизмом «серфинга» [2] или стохастического нагревания электронов [9]. Отражение электронов происходит на обеих оболочках электродов, и скорость электронов после отражения зависит от толщины оболочки и приложенного напряжения.

Критерий Бома

Существует мягкая переходная область между квазинейтральной плазмой и оболочкой, которая известна под названием области предоболочки. Эта область имеет относительно слабое электрическое поле по сравнению с электрическим полем оболочки, которое ускоряет ионы из квазинейтральной плазмы по направлению к оболочке. Это означает, что ионы, прилетающие к оболочке, будут приобретать скорость порядка ионной звуковой скорости в области предоболочки. Существование этой усиленной скорости на кромке оболочки и результирующий критерий, требующий существования предоболочки, был впервые продемонстрирован Бомом [10] на основе аргументов о сохранении момента и энергии. Необходимость ионоускоряющей предоболочки стало называться *Критерием оболочки Бома*. Чен [11] продемонстрировал физическое значение этого критерия, доказав, что ускорение ионов и отталкивание электронов в типичной оболочке должны быть такими, чтобы плотность ионов уменьшалась менее быстро по сравнению с плотностью электронов в оболочке. В этих классических теориях обычно рассматривался электроположительный газ с равной концентрацией электронов и положительных ионов в объеме плазмы. Существованием отрицательных ионов в целом пренебрегали.

Для разрядов, содержащих электротрицательные газы, как это имеет место для большинства случаев применения плазменной обработки, отрицательные ионы присутствуют в обильных количествах, и их концентрация может превышать концентрацию электронов [12]. Это вызывает значительное отклонение в математических отношениях, выводимых для электроположительных разрядов. Понятие оболочки, однако, не изменяется значительно для электроотрицательной плазмы, поскольку отрицательные ионы испытывают только усредненное по времени поле и отталкиваются от поля оболочки. Отрицательные ионы не играют значительной роли в динамике оболочки. Однако область предоболочки в электроотрицательной плазме может значительно отличаться от области предоболочки в электроположительной плазме в силу влияния отрицательных ионов на электрическое поле предоболочки. Брейтвейт [13] доказал, что по мере увеличения соотношения концентрации отрицательных ионов к концентрации электронов изменение потенциала в предоболочке становится более быстрым. При критическом значении соотношения имеет место резкий перепад потенциала между кромкой оболочки и плазмой. Это осуществляется образованием «двойного слоя» на границе между плазмой и оболочкой [14]. Этот двойной слой играет важную роль во многих видах применения плазменной обработки.

Отрицательные ионы отражаются оболочкой, и в их генерировании и потере преобладают объемные процессы, в частности такие, как прилипание, сбалансированное отлипанием, и межионная рекомбинация, а не рекомбинация на стенке. В электроотрицательной плазме плотность электронов (n_e) может быть значительно ниже плотности положительных ионов (n_i), и, таким образом, значительно большая доля произвольного потока электронов, падающего на оболочку, должна преодолевать барьер оболочки для того, чтобы уравновесить поток положительных ионов к электроду. Это обеспечивается гораздо более низким потенциалом оболочки и отсюда индуцированным смещением постоянного тока.

5.2.3. Основные требования к плазменному травлению

Различные физические и химические процессы, происходящие во время плазменного травления, являются крайне сложными и не очень хорошо понимаемыми. Однако базовые процессы, ответственные за плазменное травление, могут быть описаны в виде пяти основных этапов, как показано на рис. 3. Это следующие этапы: 1) генерация реактивных нейтральных и ионных компонентов в плазме; 2) диффузия реактивных нейтральных компонентов и ускорение положительных ионов через оболочку к подвергаемой травлению поверхности; 3) реакция этих компонентов на поверхности, приводящая к образованию летучего побочного продукта; 4) десорбция и диффузия побочного продукта с поверхности в объемную плазму; 5) удаление побочных продуктов из камеры травления посредством вакуумных насосов. Никакого травления происходить не будет, если любой из этих этапов не состоится. Обратите внимание на то, что многие реактивные компоненты могут легко реагировать с твердой поверхностью, но если побочный продукт не имеет нужного давления паров, цикл травления прекращается. Также химическая реакция на поверхности может в большой степени зависеть от массы, энергии и потока ионов, действующих на поверхность.

Слои, подлежащие травлению для изготовления полупроводниковых интегральных схем, можно определить в виде трех широких категорий: проводники, диэлектрики и маскировочные слои.

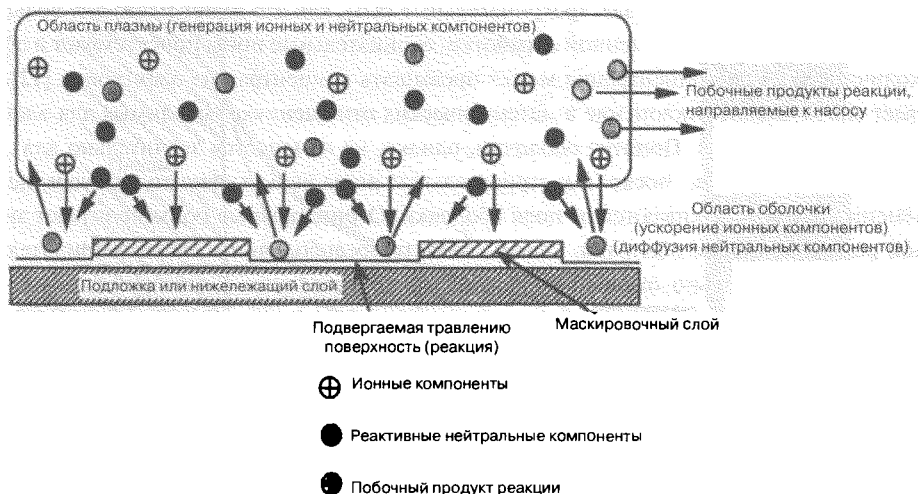


Рис. 3. Основные процессы, происходящие в процессе плазменного травления

Легированный поликремний, силициды и слои различных металлов, в частности таких, как алюминий, титан, нитрид титана, титан вольфрам и оксид индия-олова являются очень широко используемыми проводниковыми слоями. Оксид и нитрид кремния — это очень широко используемые диэлектрические слои. Маскировочный слой — это часто фоторезистивный слой, который наносится с помощью стандартных фотолитографических способов.

Для плазменного травления этих слоев газ подачи выбирается таким образом, чтобы генерировать компоненты, реагирующие химически с материалом, подвергаемым травлению, и давать наиболее летучие продукты реакции с подвергнутым травлению материалом. Одновременно удаление лежащих ниже или маскирующих слоев может быть незначительным. В полупроводниковой отрасли используется большое разнообразие плазм травления на основе фтора, хлора, брома и кислорода с обилием газовых добавок. В большинстве случаев конкретная смесь газа основана на большом количестве эмпирических данных, полученных для конкретного случая применения, а не на реальном фундаментальном понимании соответствующей химии плазмы. Тем не менее некоторые базовые представления оказались полезными для составления газовых смесей. Широко используемые химические составы газов для травления различных материалов приведены в табл. 1.

Таблица 1. Химический состав материалов, подвергаемых плазменному травлению

Материал	Химический состав
Поликристаллический кремний Si	Cl ₂ , HBr, SF ₆ /O ₂ , CF ₄ /O ₂ , BCl ₃ , SiCl ₄
Однокристаллический кремний	Cl ₂ , SF ₆ , HBr, SiCl ₄
Al, Al-Si, Al-Si-Cu	Cl ₂ , BCl ₃ , SiCl ₄ , CHCl ₃ (N ₂ или He)
TiW, TiN, Ti	CF ₄ , SF ₆ , Cl ₂
WSi, TiSi, CoSi	CF ₄ , SF ₆ , Cl ₂
SiO ₂	CHF ₃ , C ₂ F ₆ , CF ₄ /H ₂
Si ₃ N ₄	CF ₄ /O ₂ , SF ₆ /O ₂ , CHF ₃
GaAs	SiCl ₄ /SF ₆ , SiCl ₄ /NF ₃ , SiCl ₄ /CF ₄
InP	CH ₄ /H ₂ , HI

Могут также использоваться самые разнообразные первичные травители и добавки (в частности полимерообразующие газы) в виде газовых смесей, при этом конкретные формулы могут отличаться у разных потребителей и в случае разных инструментов [15].

В случае любого конкретного процесса травления должны соблюдаться ряд требований, в частности требования, касающиеся пропускной способности (высокая скорость травления), высокой избирательности, одинаковости скорости травления, контроля повергнутого травлению профиля (степень анизотропии), контроля критических размеров (контроль КР), низкого повреждения устройств, низкого содержания частиц или загрязнения, поверхности, свободной от остатков после травления, повторяемости процесса и техники безопасности.

5.2.3.1. Высокая скорость травления

Высокая скорость травления обычно необходима для того, чтобы поддерживать на высоком уровне пропускную способность (число пластин, подвергнутых травлению за единицу времени) системы плазменного травления. Обычно приходится идти на компромисс между скоростью травления и другими параметрами, в частности такими, как выборочность и повреждение. Например, более высокую скорость травления можно получить путем увеличения давле-

ния так, чтобы больше свободных радикалов было предоставлено для травления. Однако высокое давление может приводить к большему подтравливанию или образованию полимера. Более высокая мощность, как правило, также приводит к более высокой скорости травления, но это может вызывать больше повреждения для субстрата и может привести к менее избирательному процессу.

5.2.3.2. Контроль профиля травления или анизотропия

Контролирование формы и размера протравленной стенки является критическим для реализации высокоплотных схем размером менее микрона. Термина *анизотропное травление* обычно относится к травлению поверхности с вертикальными боковыми стенками без бокового снятия. Степень анизотропии (рис. 4) может быть определена путем соотношения травления в вертикальном и боковом направлениях, как указывается ниже:

$$A = 1 - l/v,$$

где v — толщина слоя, подвергнутого травлению; l — это боковое расстояние, подвергнутое травлению под маской.

Большинство процессов травления, используемых сегодня, требуют, чтобы схемы, подлежащие травлению, имели гораздо меньшие размеры, чем толщина пленки. Это требование делает необходимым, чтобы процесс травления был анизотропным. Анизотропия индуцируется энергичной реакцией, усиленной ионной бомбардировкой, образованием ингибиторного слоя на боковых стенках, снижением давления или уменьшением температуры стенок.

Энергичное травление ионной бомбардировкой

Хорошим примером травления, усиленного ионной бомбардировкой, является травление Si в хлоре. Поверхность нелегированного однокристаллического Si не подвергается травлению Cl_2 или Cl при комнатной температуре [16]. Когда поверхность одновременно находится под воздействием высокоэнергичного ионного потока, в быстрой реакции образуются хлориды кремния. Обычно чем выше энергия ионов, бомбардирующих поверхность, тем более анизотропными являются подвергнутые травлению профили. Однако более высокая энергия ионной бомбардировки может приводить к плохой избирательности и повреждению.

Ингибиторное травление ускоренными ионами

Для ингибиторного травления ускоренными ионами требуется два концептуально различных компонента: травители и ингибиторы. Ингибиторный компонент образует тонкую пленку на поверхностях, подвергаемых травлению. Только нижние поверхности испытывают энергичную бомбардировку ионами в силу направленности ионов, ускоренных оболочкой. Пленка непрерывно удаляется с нижних поверхностей посредством распыления, и происходит травление. Вертикальные боковые стенки испытывают незначительную ионную бомбардировку или не испытывают ее вообще, а на вертикальных боковых стенках не происходит травления.

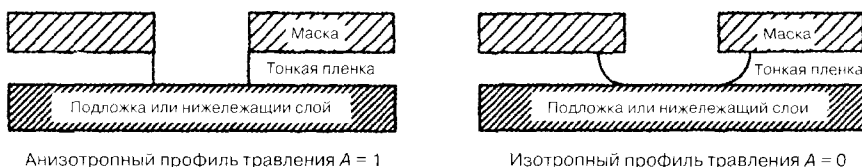


Рис. 4. Иллюстрация анизотропного и изотропного профилей плазменного травления

Результирующий профиль травления — анизотропный. Во фтороуглеродных плазмах радикалы CF_2 могут использоваться для образования тонких полимерных ингибиторных пленок [17]. Концепция ингибиторного усиленного ионами травления или «пассивации боковых стенок» для достижения высокой анизотропии иллюстрируется на рис. 5.

Травление при низком давлении

Снижение давления реактора в целом улучшает степень анизотропии. Это связано с тем, что средний свободный путь увеличивается при снижении давления. Следовательно, рассредоточение направленности ионов и энергии в области оболочки минимизируется, поэтому достигается лучшая анизотропия.

Влияние температуры пластины

Любой базовый процесс травления можно классифицировать по двум простым признакам: химической реакции посредством реактивных радикалов (изотропной) и реакции с ионной поддержкой (анизотропной). Снижая температуру подложки, а отсюда поверхности, на которой происходит реакция, может быть минимизирован химический компонент травления. При незначительной ионной бомбардировке боковой стенки результирующая скорость травления очень медленная, потому что уменьшается скорость химического травления. Концепция достижения анизотропии путем снижения температуры подложки иллюстрируется на рис. 6.

Концепция травления при низкой температуре аналогична подходу, включающему ингибиторную пленку на боковой стенке. Однако химический состав или смесь газа подачи, который может использоваться, гораздо проще. Недостатками низкотемпературного травления являются низкие скорости травления, конденсация на пластине и сложность, присущие конструкции и работе держателя пластины для поддержания высокой пропускной способности системы.

5.2.3.3. Селективность плазменного травления

Селективность определяется как соотношение скоростей травления материала, подлежащего травлению, маскирующего слоя или нижележащего материала. Процесс с высокой селектив-

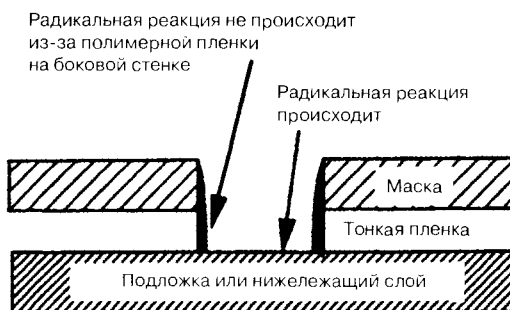


Рис. 5. Анизотропное плазменное травление с помощью полимерных ингибиторных пленок



Радикал ●

Положительный ион ⊙

Рис. 6. Анизотропия плазменного травления при более низкой температуре

ностью в некоторых случаях является критическим, где для удаления всех материалов со всех топографических особенностей требуется значительное избыточное травление (дополнительное время травления после того, как номинальная толщина слоя удалена травлением). Например, во время образования контактов с подложкой и поликристаллическими кремниевыми слоями слой стекла может иметь разную толщину в разных областях в одном маскирующем шаге. Процесс травления должен быть способным вытравить самый толстый слой, не повреждая нижележащие слои. Высокая селективность является также критической во время травления пакетов вентилях, где стопорный слой может быть очень тонким оксидом ($\sim 100\text{\AA}$) [18].

При идеальном химическом травлении единственной функцией плазмы является поддержание подачи газообразных компонентов травителя. Химическое травление является наиболее селективным механизмом, потому нежелательные реакции вообще происходить не будут, когда термодинамика является неблагоприятной. В реальности сочетание химического и физического (в частности такого, как усиленного ионной бомбардировкой) механизмов травления используется для получения желаемой скорости травления, селективности и анизотропии.

Во многих процессах травления более высокая селективность получается путем добавления газов-нетравителей к базовому химическому составу травителя. Классическим примером использования газовых добавок для получения желаемой селективности является добавка O_2 или H_2 в газ подачи CF_4 . Добавление небольших количеств O_2 в плазму CF_4 , как известно, увеличивает концентрацию F в разряде, резко увеличивая как скорость травления Si, так и селективность Si при травлении оксидом. Это вызывается реакцией кислорода с радикалами CF_4 , что приводит к образованию CO, CO_2 и COF_2 и большего количества свободного фтора в результате восстановления рекомбинации атомов F с CF_3 [19].

Когда в CF_4 добавляется H_2 , скорость травления Si монотонно уменьшается по мере повышения процента H_2 из-за образования HF посредством реакции газовой фазы между атомным H и атомным F [20]. Также добавление H_2 увеличивает выборочное осаждение полимера на поверхность Si. В этом случае скорость травления нижележащего слоя определяется балансом между осаждением полимера и травлением. Аналогичные результаты могут также быть получены в результате использования химического состава газа $\text{C}_2\text{F}_6/\text{H}_2$ или CHF_3 , и эти газы используются широко для травления SiO_2 с большей селективностью по отношению к Si.

Химические составы на основе хлора и бора также широко используются для травления Si и Al. Атомы хлора и бора имеют относительно высокую селективность в отношении нижележащих окисных слоев: хлор более широко используется потому, что он имеет гораздо более высокое давление пара, является менее коррозионным и имеет тенденцию образовывать несколько менее токсичные побочные продукты. O_2 широко не используется для удаления фоторезиста без повреждения нижележащих слоев и очистки полимеров со стенок реактора.

5.2.3.4. Однородность плазменного травления

Хорошая однородность травления (по площади пластины, а также разных пластин) — это желаемая особенность любого процесса травления. Проблемы с однородностью часто ухудшаются при увеличении размера пластины или при разработке новых процессов с высокой скоростью травления. Неоднородное травление требует обширного избыточного травления и создает жесткую потребность в процессе высокой селективности.

Неоднородность может вызываться истощением концентрации травителя или градиентами в потоке бомбардировки ионами и энергии [21]. Для того, чтобы процесс травления был

однородным, должна быть однородной диффузия реагирующих компонентов и поток ионов к поверхности пластины. Удаление летучего побочного продукта посредством насосной системы также должно быть равномерным. Во многих конфигурациях реактора неоднородность травления имеет тенденцию развиваться на границе пластины. Это широко известно под названием схемы очистки «глаза быка», когда скорость травления монотонно уменьшается от периферии пластины к ее центру. Другая проблема, связанная с неоднородностью, известна как травление, зависящее от микрозагрузки или аспектного соотношения (ARDE) [22], являющееся результатом колебания скоростей травления на пластине из-за размера особенностей поверхности и плотности. Обычно чем меньше и плотнее становится особенность поверхности, тем медленнее она подвергается травлению. Это явление возникает из-за того, что средний свободный путь компонентов травителя может быть сравним с геометрией, подвергаемой травлению. Поток компонентов травителя к поверхности и диффузия летучего побочного продукта обратно в плазму могут нарушаться особенностями поверхности с высоким аспектным соотношением (соотношение ширины к глубине).

На практике давление, мощность, межэлектродное расстояние и газовый поток интерактивно регулируются на конкретный вид применения до тех пор, пока не будет достигнута приемлемая однородность. Этот эмпирический подход взят на вооружение потому, что механизмы, лежащие в основе и ответственные за однородное травление, количественно не определены.

Еще один термин, используемый очень часто в производстве для оценки однородности, — это *критический размер* или *контроль КР* (*критического размера*). В производстве значения ширины линии подвергнутых травлению профилей измеряются регулярно, и любые значительные статистические отклонения от критического размера часто соотносятся с проблемой станка или процесса. Контроль ширины линии является критическим для производства с высоким объемом выпуска. Например, любые значительные колебания ширины линии слоя вентиля, подвергнутого травлению, может вызывать значительные колебания токов утечки или управляющих токов транзисторов со структурой металл—оксид—полупроводник (MOS).

Также обратите внимание на то, что однородный контроль температуры пластины требуется для многих видов применения для поддержания однородности и воспроизводимости скорости травления и профилей [23, 24]. Во многих конфигурациях реактора это достигается прижатием пластины к столу и подачей газа не на заднюю сторону пластины для обеспечения теплопередачи между пластиной и столом с контролируемой температурой.

5.2.3.5. Повреждения, вызванные плазменным травлением

Для производства интегральных схем в массовом производстве желательно иметь процесс травления, не вызывающий никакого повреждения или минимальное повреждение пластин. В процессах плазменного травления положительные ионы из объема плазмы ускоряются напряжением оболочки. Эти ионы могут воздействовать на поверхность полупроводниковой пластины с уровнями энергии, превышающими несколько сотен электронвольт, и могут вызывать повреждение посредством распыления. В целом смещение на пластине оптимизируется для получения желаемых результатов травления при минимальном повреждении. Также высокий уровень ультрафиолетового излучения, присутствующий в плазме, может генерировать дефекты в полупроводниковых оксидах [25].

Различные особенности поверхности полупроводниковых пластин обычно подвергаются действию плазмы напрямую и собирают заряды из плазмы. Индуцированное электростатиче-

ское напряжение на изолированных выступах в силу любой неоднородности в плазме может также ухудшить качество подзатворного оксидного слоя. Напряжение может вызывать нежелательное состояние поверхности на границе $\text{SiO}_2\text{-Si}$, а также захваченные заряды в оксиде, уменьшая напряжение пробоя и деформируя характеристики контрольной величины подзатворного оксидного слоя [26].

Точные механизмы, ответственные за повреждение, вызванное плазменным травлением, в настоящее время до конца не поняты. Специальные антенные тестовые структуры часто включаются в полупроводниковые пластины для того, чтобы содействовать развитию процесса и минимизировать потери в выходе продукции в силу повреждения, вызванного плазмой [27].

5.2.3.6. Контроль частиц или загрязнения

Частицы или загрязнение вызывают большие проблемы в современных средствах производства интегрированных схем высокой плотности. Частицы могут серьезно действовать на выходные показатели и надежность устройств. С учетом увеличения размера штампов и пластин это может выражаться в виде серьезной финансовой обеспокоенности. Плазменные процессы находятся среди самых «грязных» процессов (в частности имплантация, диффузия, фотолитография и т. д.), которые используются для производства полупроводниковых схем [28]. В аппаратуре плазменного травления пленки из побочного продукта, осаждаемые на стенки камеры и электроды, могут раскатываться и генерировать частицы. Часто между обработкой каждой пластины или определенного числа пластин для минимизации генерации частиц используется этап плазменной очистки. Частицы могут также образовываться посредством реакции газовой фазы внутри объема плазмы [29]. Частицы, присутствующие в плазме, могут приобретать отрицательный заряд от электронов и могут зависать у границы оболочки посредством электростатического отталкивания. Когда разряд будет выключен, эти частицы могут упасть на пластину. Распыление материалов от стен реактора посредством разряда — это еще одно беспокойство.

В последние годы конструкции реакторов были в значительной степени модернизированы с целью минимизации частиц. Материалы реактора подбираются таким образом, чтобы они были инертными при обработке реактивных веществ и обладали высокой устойчивостью к распылению. Ловушки частиц, в частности такие, как конструкция электродов с канавкой, также включаются в некоторые конструкции реакторов для электростатического захвата заряженных частиц [30]. Предпочтение отдается также «более чистым» химическим составам плазмы для минимизации образования частиц.

Еще одним источником загрязнения являются полимеры, образовавшиеся на боковых стенках неровностей поверхности самой пластины. Во многих случаях пластины подвергаются влажной химической очистке, за которой следует этап плазменного травления для удаления этих полимеров.

Во время травления металлизации на основе Al остаток хлора от процесса травления может вызывать серьезную коррозию после травления и может оказывать влияние на выход годных деталей, процент отказов, эффективность работы устройств и их долгосрочную надежность. Многие технологии, в частности такие, как водное полоскание или полоскание в растворе [31], пассивация с помощью фтороуглеродной плазмы [32], отжиг или окисление и обработка азотной кислотой [34], как правило, используются для уменьшения коррозии после травления.

5.2.4. Диагностика плазмы

На протяжении многих лет для выяснения некоторых основополагающих свойств плазменных процессов используются различные технологии плазменной диагностики. Некоторые из этих базовых технологий в обобщенном виде описываются ниже.

Измерение скорости травления in situ

Двумя основными технологиями, используемыми для измерений скорости травления *in situ*, являются интерферометрия лазерного отражения и эллипсометрия. В интерферометрии лазерного отражения лазерный луч отражается обратно от участка, не имеющего межэлементных соединений на пластине. Интерференционный рисунок, возникающий в результате изменения толщины подвергаемого травлению слоя, используется для измерения скорости травления [35]. Для измерения *in situ* скорости травления подвергаемой травлению пленки также применялись стандартные эллипсометрические методы.

Измерение импеданса плазмы

Датчики высокочастотного тока и напряжения также включены в конструкцию различных реакторов для измерения импеданса плазмы и истинной рассеянной мощности [36, 37]. Поскольку эти датчики установлены снаружи, их невозможно обойти, поэтому они выполняют измерения, полезные для мониторинга процесса. Для вывода характеристик плазмы из параметров, измеренных внешними средствами, необходимо учитывать паразитное полное сопротивление между точкой измерения и интерфейсом (стыком) плазмы-электрода.

Оптическая эмиссионная спектроскопия

Эмиссионная спектроскопия сыграла важную роль в плазменной диагностике [38, 39]. В оптической эмиссионной спектроскопии анализируется оптический спектр, эмитируемый плазмой травления. Это обычно осуществляется детектором и оптической системой, состоящей из монохроматора. Могут идентифицироваться различные компоненты, присутствующие в плазме, путем анализа спектра и качественно может выводиться концентрация различных компонентов.

Лазерная абсорбционная спектроскопия

Различные абсорбционные методы на лазерной основе использовались для определения концентраций различных компонентов в плазме [40]. Это достигается лазерами, перенастраиваемыми на длину волны, и мониторингом поглощающей способности при характерной длине волны конкретной молекулы. Также применялись различные схемы частотной модуляции для повышения предела обнаружения данной технологии [41].

Анализатор массы и энергии

Отбор пробы массы и энергии тлеющих разрядов предоставил богатый источник информации для развития некоторого фундаментального понимания общего поведения разряда [42, 43]. Анализатор массы/энергии обычно осуществляет забор пробы разряда через малое отверстие и предоставляет информацию о массе и энергии различных ионных и нейтральных компонентов в плазме. Эти анализаторы обычно отдельно откачиваются при использовании совместно с плазмой процесса.

Микроволновая интерферометрия

Микроволновая интерферометрия используется для вывода свойств электрона в плазме процесса посредством измерения интерференции для прилагаемых микроволн, распространяю-

шихся через плазму. В этом методе прилагаемая частота подбирается так, чтобы быть выше частоты плазмы электрона, и измеряется результирующий сдвиг фазы, пропорциональный средней плотности электрона, длине пути и длине волны [44].

Ленгмюровский зонд

Электрические измерения с использованием ленгмюровского зонда — это мощное и экспериментально простое средство определения основных внутренних параметров разряда, в частности таких, как концентрации заряженных частиц, потенциал плазмы и функция распределения энергии электрона (EEDF). С момента первой работы Ирвинга Ленгмюра почти семьдесят лет тому назад [45] были опубликованы многочисленные работы и отличные обзоры по этой теме [46, 47]. В общем виде электрический зонд, состоящий из одного или более маленьких металлических электродов, вставляется в плазму. Затем используется вольт-амперная характеристика для вывода важных параметров плазмы.

Лазерно-индуцированная флуоресценция

Лазерно-индуцированная флуоресценция используется многими исследователями для получения информации по различным компонентам, присутствующим в плазме [14]. Обычно лазер применяется для возбуждения компонентов, и обнаруживается результирующая флуоресценция. Измерение спектра флуоресценции используется для идентификации возбужденных лазером компонентов. Из спектра можно вывести состояние, температуру и плотность этих возбуждаемых компонентов.

5.2.5. Основные виды реакторов плазменного травления

5.2.5.1. Введение

Конечная цель инструмента травления заключается в том, чтобы перевести требования к травлению в соответствующие настройки параметров управления инструментом, например в мощность, давление, состав смеси газа подачи, поток газа, напряжения смещения и т. д., а затем приступить к травлению с управлением в замкнутом цикле. Однако активируемые плазмой процессы являются гораздо более сложными и включают бесчисленное множество механизмов создания дисбаланса. Получаемые в результате скорости и профили травления зависят от газа подачи, потока газа, мощности, давления, температуры подложки, геометрии реактора и многих других параметров относительно сложным и взаимосвязанным образом. В практическом процессе травления конечные результаты оптимизируются через искусный баланс этих параметров. Лежащие в основе плазменных процессов механизмы не совсем понятны, и значительно меньше понятно то, как параметры управления инструментом соотносятся с характеристиками разряда плазмы, которые фактически определяют процесс травления. Эти воздействия дополнительно усложняют определение связей между параметрами управления инструментом, параметрами разряда плазмы и характеристиками травления. В настоящее время имеет место только эмпирическое понимание того, как задавать параметры управления инструментом для достижения данного набора характеристик травления. Разработка и оптимизация различных конфигураций реактора основываются на данном эмпирическом понимании. Основные соображения и взаимодействия для разработки инструмента травления иллюстрируются на рис. 7.

Потребность в больших по размеру пластинах и более тонких оксидных слоях для современного производства интегральных схем с высокой плотностью также налагает строгие тре-

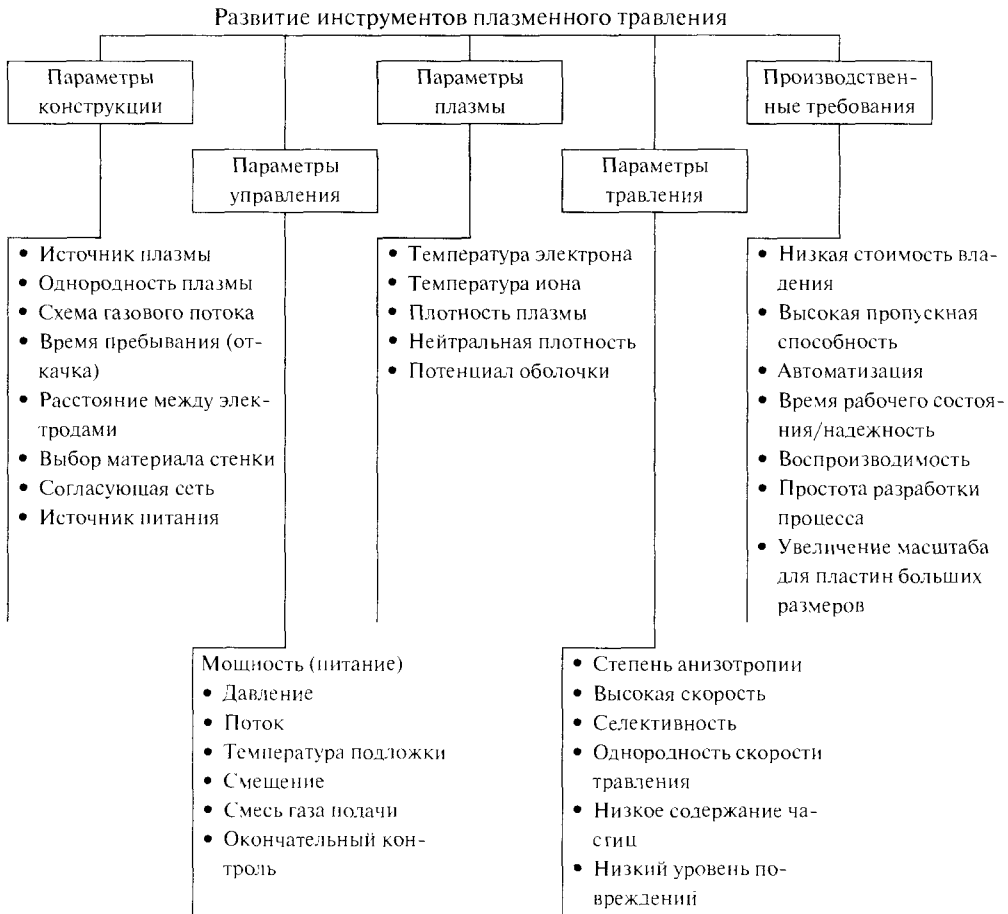


Рис.7. Главные параметры реактора плазменного травления

бования, в частности такие, как стоимость реактора, продолжительность пребывания в рабочем состоянии, надежность, управление процессом, простота разработки технологического процесса и автоматизация. Требуется, чтобы конфигурация реактора, предназначенная для производства, отвечала всем этим производственным требованиям.

Производственные системы травления могут иметь самые разнообразные конфигурации в зависимости от параметров процесса, которые должны контролироваться, а также в зависимости от видов применения системы. Конфигурации могут отличаться по частоте возбуждения (от килогерц до гигагерц), рабочему давлению и схемам электродов (внутренний, внешний, емкостный, индуктивный), а также расстоянию и схемам удержания плазмы (магнитным или немагнитным).

5.2.5.2. Цилиндрические реакторы

Наиболее простым типом реактора является цилиндрический реактор. Он характеризуется высоким рабочим давлением (более 1 мм рт. ст.) и установкой пластин в тлеющий разряд (обычно на кварцевом держателе). Этот тип реактора предназначен для травления партии пластин одновременно. Высокочастотное напряжение обычно подается в реактор через вну-

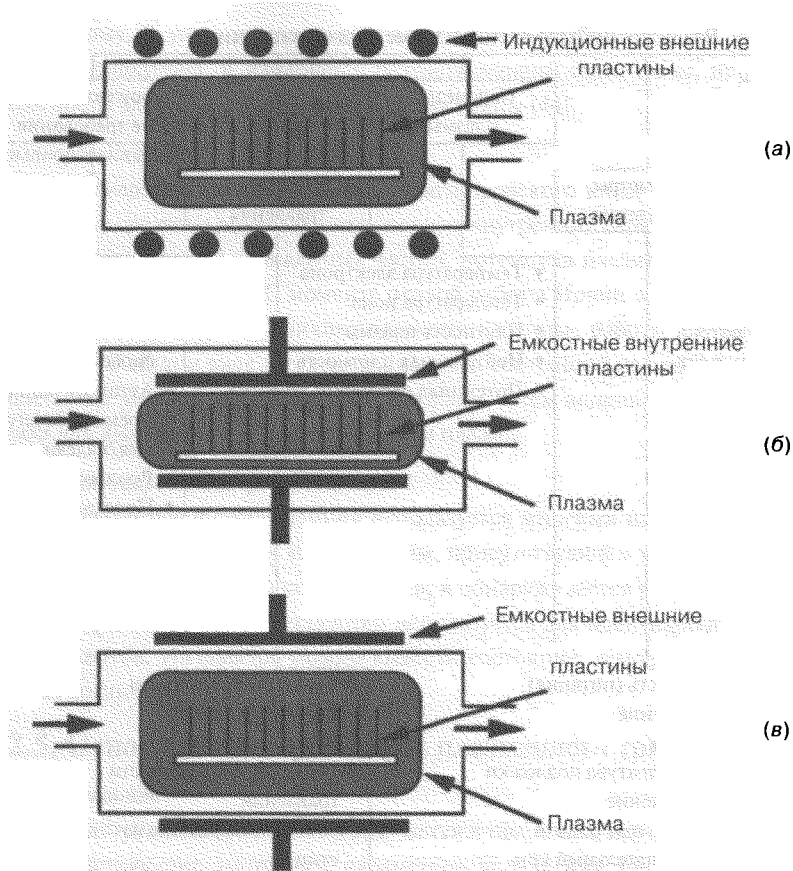


Рис. 8. Основные конструкции цилиндрических реакторов плазменного травления

тренную или внешнюю емкостную или индукционную связь. Различные конфигурации цилиндрического реактора показаны на рис. 8. Этот тип реактора главным образом использовался для плазменного травления резиста и очень широко использовался в 1970-х гг. Основное ограничение этого реактора, работающего при высоком давлении без какого-либо смещения на пластинах, касалось размерного контроля. Большинство цилиндрических реакторов производят изотропные профили травления, и их использование стало ограниченным в связи с сокращением размеров интегральных схем.

5.2.5.3. Диоды высокого давления

Другой тип очень популярной конфигурации реакторов известен под названиями «планарные диоды высокого давления», «диоды с параллельными пластинами» или «реакторы Райнбурга» [48]. Эти реакторы характеризуются относительно высоким рабочим давлением (0,3 мм рт. ст. — 10 мм рт. ст.). Пластины помещаются на заземленный электрод, и высокочастотная мощность через конденсатор подается к другой пластине диода через согласующую сеть. Часто поток газа проходит через центр заземленного электрода для создания схемы однородного потока. Большинство этих конфигураций по-прежнему предназначались для травления партий (периодического травления). Они могут производить как направленные, так и анизотропные профили травления. Схема реактора показана на рис. 9.

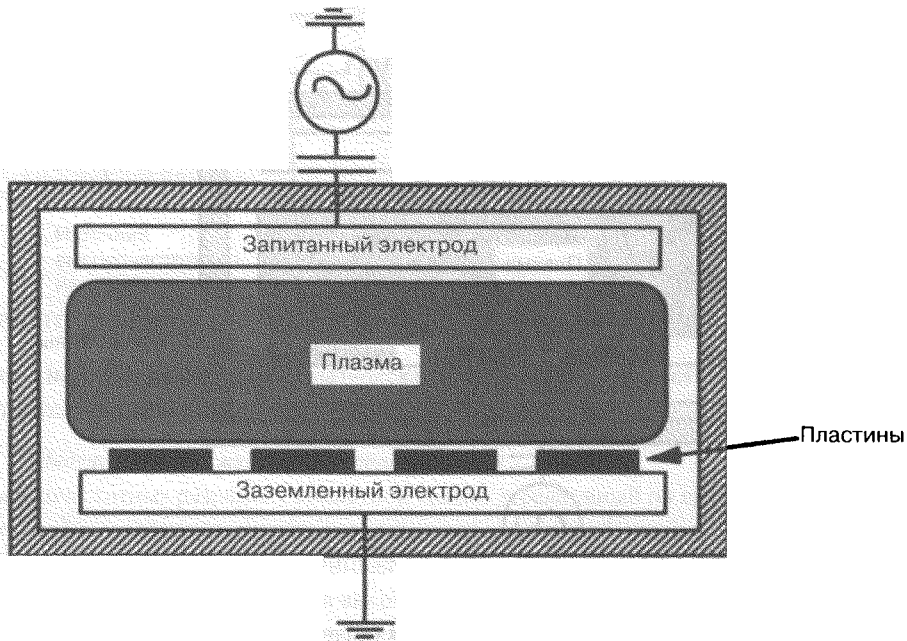


Рис. 9. Схема диодной системы высокого давления

5.2.5.4. Диоды низкого давления, или реактивно-ионные реакторы

В следующем поколении машин плазменного травления роль электродов была изменена на противоположную. Пластины были установлены на электрод, на который подавалось высокочастотное напряжение. Этот тип систем был известен под названием «диоды низкого давления» или «реактивно-ионные реакторы травления» (RIE). Название «реактивно-ионное травление» стало популярным, несмотря на то, что вклад ионов в химическую реакцию травления был незначительным. Эта конфигурация характеризовалась низким рабочим давлением (0,03 мм рт. ст. — 0,3 мм рт. ст.). Конфигурации диода низкого давления широко использовались там, где требовалось травление из-за своей простоты и способности направлять энергичные ионы по нормали к поверхности, подвергаемой травлению. Травление в данном типе реактора почти всегда по своей сути направленное. Этот тип конфигурации является на сегодняшний день самой изученной конфигурацией, он использовался широко в производстве до конца 1980-х гг. В одной из широко распространенных конфигураций высокочастотный электрод был сконструирован в виде шестигранной полый формы, а реактор был широко известен под названием «реактор-шестигранник» (HEX) [49]. Конфигурация диода RIE была первоначально разработана для видов применения, предусматривающих обработку партий деталей, и позднее была переработана для видов применения, предусматривающих травление одной пластины. Поскольку данная конфигурация стала основой для разработки нового поколения реакторов, будет полезно рассмотреть некоторые из основных понятий этой конфигурации.

Схематическое изображение конструкции реактора представлено на рис. 10.

Один электрод диодной конфигурации емкостной связью подсоединен к высокочастотному источнику питания через импеданс — согласующую сеть, а другой электрод заземлен.

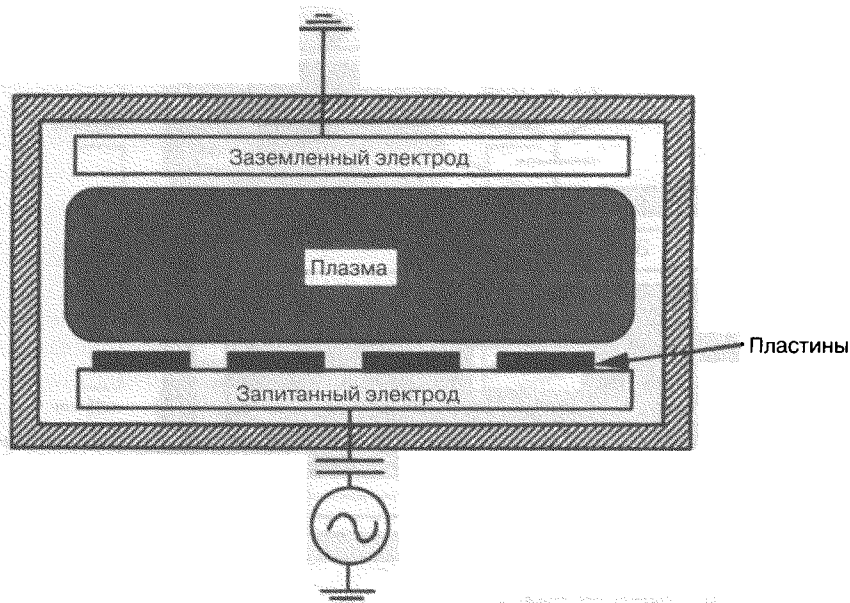


Рис. 10. Схема реактивно-ионного реактора травления (периодического действия — для обработки партий деталей)

В схемах с емкостной связью конденсатор связи заставляет ток проводимости, усредненный по времени, на возбуждаемом электроде равняться нулю. Частота источника питания может находиться в пределах от нескольких кГц до нескольких мГц [50]. Наиболее распространенной коммерчески используемой частотой является 13,56 мГц, которая является отраслевым стандартом, отражающим нормы Федеральной коммуникационной комиссии (FCC). При частоте 13,56 мГц ионы не могут следовать за электрическим полем из-за своей большой массы и реагируют только на усредненное по времени электрическое поле. Электроны могут реагировать на мгновенное поле и приобретать достаточную энергию для поддержания разряда посредством объемной ионизации. Вторичная эмиссия электронов может больше не быть существенным процессом для поддержания разряда. В отличие от разрядов постоянного тока и низкой частоты, непрерывность тока по оболочкам электродов обеспечивается переменным вытесняющим током.

Согласующая сеть

Большинство ВЧ-генераторов мощности предназначены для возбуждения чисто резистивной нагрузки 50 Ом. Высокочастотный разряд обычно имеет емкостный компонент благодаря оболочкам. Для согласования импеданса разряда с выходной мощностью генератора для подсоединения максимальной мощности к разряду согласующая сеть установлена очень близко к разряду. Типичная конфигурация согласующей сети показана на рис. 11. Реактивные компоненты сети являются настраиваемыми и регулируются до тех пор, пока импеданс согласующей сети не будет соответствовать импедансу плазмы, чтобы обеспечить подсоединение 50 Ом для генератора мощности. В этом случае отражаемая мощность переходит на нуль. Обычно ток, напряжение и фаза регистрируются чувствительными элементами и обратной связью отправляются на настраиваемые элементы для автоматической настройки сети в соответ-

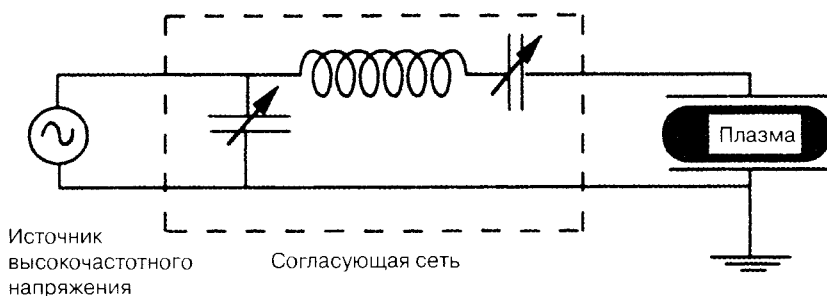


Рис. 11. Типичная высокочастотная согласующая сеть

ствии с нагрузкой плазмы. Автоматическая настройка должна достигаться всего лишь за несколько секунд, поскольку общее время травления может быть меньше минуты.

Индукционное смещение постоянного тока

В высокочастотных разрядах с емкостной связью усредненный по времени ток проводимости к запитанному электроду должен равняться нулю, и это требование осуществляется образованием самоиндуцированного потенциала постоянного тока. Образование индуцированного смещения постоянного тока V_{dc} на высокочастотном электроде можно объяснить следующим образом. Общий ток проводимости (электронов и ионов) к стенке электрода должен равняться нулю. Однако в оболочке высокочастотной плазмы эта проводимость применима только на усредненной по времени основе, т. е. усредненной на протяжении цикла. В силу меньшей массы электронов ток электронов к электроду значительно больше ионного тока во время цикла высокочастотных колебаний, если имеется смещение постоянного тока к электроду. Отрицательное смещение постоянного тока самоиндуцируется на электроде для уравнивания тока электронов и положительного тока ионов, усредненных на протяжении цикла высокочастотных колебаний. Перепад потенциала в оболочке на усредненной по времени основе — это разница между потенциалом плазмы, усредненным по времени, и самоиндуцированным смещением постоянного тока на электроде. Большой перепад потенциала в оболочке ускоряет ионы в направлении электрода и уменьшает ток электронов к электроду. В силу своей массы ионы реагируют только на усредненное по времени поле оболочки и текут к электроду почти со стабильной скоростью. С другой стороны, в течение большей части цикла потенциал стенки является сильно отрицательным относительно плазмы из-за самоиндуцированного смещения, электроны отталкиваются от стенки, и ток течет к стенке. Только рядом с пиком цикла высокочастотных колебаний, когда высокочастотный электрод является самым положительным, оболочка для электронов становится тонкой, а ее перепад потенциала малым, что позволяет этой короткой очереди электронов достичь стенки. Отрицательный заряд, переносимый этой короткой очередью электронов, равняется положительному заряду ионов, идущему к стенке непрерывно на протяжении цикла.

При обработке плазмой смещение постоянного тока (V_{dc}) обычно используется в качестве индикатора энергии ионов, воздействующих на запитанный электрод. Значение индуцированного смещения зависит от мощности, давления, характера газа, соотношения площади электродов и условий поверхности электродов. В большинстве коммерческих плазменных реакторов V_{dc} измеряется в точке, наиболее близкой к электроду, через катушку (для ослабления высокочастотного напряжения) и фильтр нижних частот.

5.2.6. Усовершенствованные реакторы плазменного травления

5.2.6.1. Основные требования

к усовершенствованным плазменным генераторам травления

Основными ограничениями машин травления партий деталей (периодического действия) были однородность и воспроизводимость травления пластин и партий. Для достижения более оптимального контроля и воспроизводимости процесса травления были сконструированы новые реакторы для травления одновременно только одной пластины. Они широко известны как установки травления одинарных пластин (SWE). Потребность в травлении одинарных пластин заставила промышленность разработать много новых конфигураций SWE, способных выполнять травление с высокой скоростью. Другой желательной особенностью инструмента плазменного травления является его способность самостоятельно контролировать многие из характеристик травления. Кроме этого, он должен обладать, если возможно, простотой конфигураций с параллельными пластинами и должен легко адаптироваться к существующим производственным линиям. Кроме травления с высокой скоростью, однородности и воспроизводимости, разработка усовершенствованных конфигураций реакторов была вызвана двумя следующими требованиями: 1) режимом низкого давления и 2) контролем смещения, не зависящим от генерации плазмы.

Потребность в травлении при низком давлении

Строгие требования анизотропии для изготовления схем субмикронного уровня предусматривают, чтобы травление выполнялось при более низких значениях давления (ниже 0,1 мм рт. ст.). Это связано с тем, что рассредоточение ионной направленности и энергии в области оболочки минимизируется и достигается лучшая анизотропия, когда средний свободный путь увеличивается при более низком давлении. В силу свойственной более низкому давлению анизотропии может использоваться более чистый химический состав, сокращая тем самым воздействие вызываемого химией загрязнения [52]. Аналогичным образом при более низком давлении побочные продукты реакции травления являются более летучими, и неоднородность, зависящая от микронагрузки или аспектного соотношения (ARDE), значительно сокращается.

Линейное уменьшение плотности газа в зависимости от давления требует, чтобы эффективность ионизации и диссоциации реактора была высокой для поддержания адекватных скоростей травления при более низких значениях давления. Режим более низкого давления также влияет на концентрацию отрицательных ионов в разряде. Как правило, относительная концентрация отрицательных ионов в плазме уменьшается в силу сокращения сечений прилипания при низком давлении [53]. Общее кинетическое поведение плазмы высокого давления значительно отличается от поведения плазмы при более высоком давлении.

Установление режима низкого давления с помощью магнитного поля

Для работы инструмента травления при очень низких уровнях давления (менее 0,01 мм рт. ст.) разработан определенный вид усиления магнитным полем. Как правило, магнитные поля используются для увеличения вероятности столкновений между электронами и нейтральными молекулами газа подачи и тем самым генерации плотной, стабильной плазмы при более низких давлениях.

Когда прилагается магнитное поле, электроны захватываются линиями магнитного поля и вращаются. Этот радиус меньше там, где плотность магнитного поля выше. Электроны могут перемещаться вдоль линии магнитного поля, а результирующий путь является спиральным.

Из-за отрицательного потенциала стенок и электродов относительно потенциала плазмы и градиента в магнитном поле электроны отражаются назад и вперед между точками, где линии входят и выходят из поверхности стенок (что называется «зеркальным эффектом») [54]. Электроны испытывают дрейф в результате лоренцевых сил. Электроны также перепрыгивают с одной линии магнитного поля на следующую по мере их столкновения с нейтральными молекулами газа. При более высоких значениях давления эти виды столкновений преобладают, и магнитное поле имеет незначительное воздействие или не имеет никакого воздействия на удержание электронов. Однако при низких значениях давления электроны захватываются в магнитном поле, и длина их пути и срок жизни в системе таким образом увеличиваются.

Ионы также встречаются с теми же силами, но из-за своей большей массы и более медленной скорости их движение весьма отличается от движения электронов. Из-за своей большей массы ионы имеют гораздо больший радиус вращения, чем электроны, и ионы плохо удерживаются в магнитных полях.

С помощью соответствующей схемы магнитного удерживания можно усилить ионизацию и эффективность диссоциации источника плазмы при низких значениях давления. Существуют две популярны́е схемы магнитного усиления. В одной схеме магниты помещаются так, чтобы создавать магнитное поле, параллельное электродам. В этой схеме очень трудно получить однородное магнитное поле, отсюда однородность плазмы ухудшается. В другой схеме используются магниты многополюсной цилиндрической формы. Многоострыйная схема создается за счет рядов постоянных магнитов с переменной полярностью. Эти многополюсные устройства характеризуются областью, относительно свободной от поля, в центре и высокоинтенсивным периферийным полем, которое «экранирует» стенки. В сущности периферийное многополюсное поле вызывает магнитное удержание электронов плазмы и обеспечивает более эффективную ионизацию газа при низких значениях давления. Многоострийное поле также приводит к гораздо лучшей однородности плазмы.

Отделение смещения подложки от генерации плазмы

Чтобы получить точную передачу схемы, желательно, чтобы реакторы работали при низких уровнях давления для минимизации, например, расселоточения ионов при создании плотной однородной плазмы, чтобы увеличить скорость травления [55, 56, 57]. Идеальный плазменный реактор травления должен обеспечивать независимый контроль смещения подложки от генерации плазмы. В этом случае генерация плазмы (плотность, однородность) и смещение подложки, которое может вызывать повреждение, возможно оптимизировать отдельно. Эта концепция иллюстрируется на рис. 12.

5.2.6.2. Дiod с магнитным усилением

Одним из наиболее распространенных подходов магнитного усиления является магнетрон. Магнетронные источники широко используются в распылении, и в ряде изданий в общих чертах дается описание геометрии различных схем магнетронов [58, 59]. Всестороннее рассмотрение этой темы приводится Воссеном и Керном [60]. Схемы, аналогичные схемам, используемым для магнетронного распыления, также широко использовались для видов применения, предусматривающих травление. В установке травления на базе магнетрона существенными являются высокооднородное магнитное поле и планарные электроды для достижения приемлемой однородности травления. На рис. 13 показана одна из наиболее распространенных конфигураций магнетрона — планарный магнетрон, в котором статическое магнитное

Магнитное
удерживание
(дополнительная
комплектация)

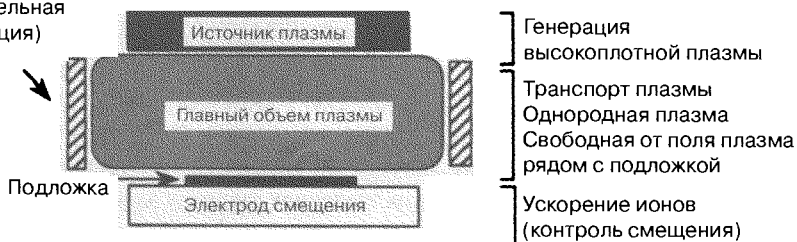


Рис. 12. Концепция отделения смещения подложки от генерации плазмы

поле подается параллельно электроду для создания интенсивной зоны плазмы [61]. Эта конфигурация широко известна под названием «магнитно-усиленная реактивно-ионная установка травления» (MERIE). Над полой областью магнита, где обычно держится пластина, образуется почти параллельное магнитное поле. Электрическое поле, образуемое оболочкой плазмы, является перпендикулярным магнитному полю, увеличивая эффективность ионизации рядом с поверхностью электрода. Магнитное поле уменьшает мобильность электронов рядом с электродом, и индуцированное смещение в магнетроне, как правило, значительно ниже, чем в обычной диодной системе для аналогичных условий эксплуатации. Однако конфигурация, показанная на рис. 13, совместно со всеми реакторами на базе магнетрона, страдает от плохой однородности плазмы и значительного уровня повреждений подложек при низких значениях давления. Для улучшения однородности магнитного поля в коммерческих системах также использовалось несколько магнетронных аппаратов.

На рис. 14 изображена одна из конфигураций, в которых используются электромагниты для вращения магнитного поля при 0,5 Гц параллельно поверхности электрода. Интенсивность магнитного поля может регулироваться в зависимости от вида применения. Преимущество вращающегося магнитного поля заключается в том, что оно уменьшает проблему неоднородной интенсификации плазмы, связанной с конфигурацией со статическим полем. В другой схеме постоянные магниты, расположенные в виде ленты гоночного трека, сканируются механически над поверхностью пластины [62].

В целом магнетронные схемы приводят к более высокой скорости травления и более низкому индуцированному смещению и могут эксплуатироваться при значительно более низких

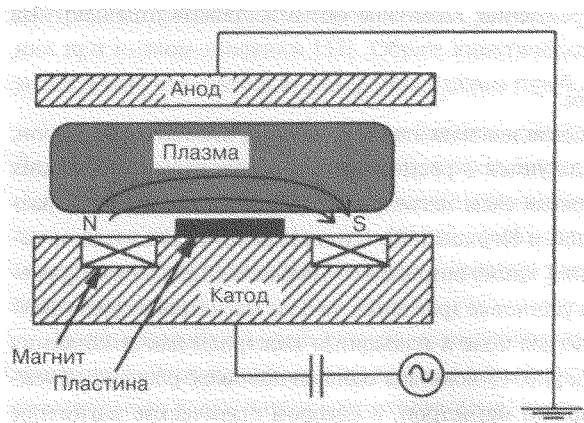
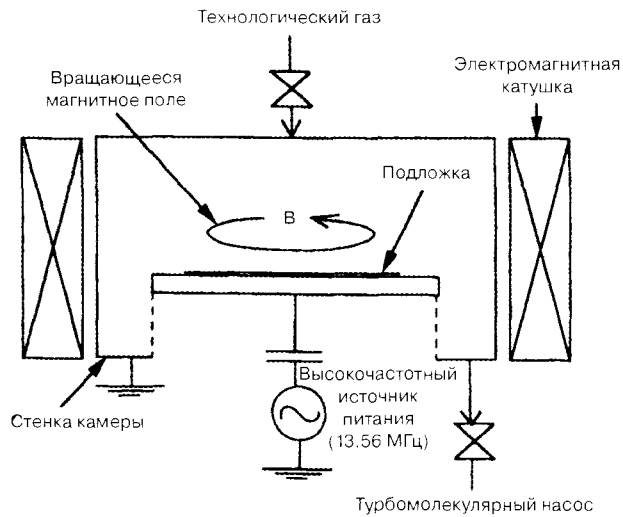


Рис. 13. Схема системы травления с планарным магнетроном и статическим магнитным полем

Рис. 14. Схема магнетронной диодной системы травления с вращающимся магнитным полем



значениях давления. Улучшение эффективности ионизации и скорости травления в целом зависит от интенсивности приложенного магнитного поля. Однако магнетронные схемы обычно страдают от того, что бывает крайне трудно получить очень однородное магнитное поле по поверхности пластины, и смещение подложки не полностью отделено от генерации плазмы. Также локальная неоднородность в плотности плазмы рядом с поверхностью пластины может ухудшить качество ползатворного оксида и показатели работы устройства [63, 64].

5.2.6.3. Триоды

Триоды с параллельными пластинами

Триоды, как указывает их название, — это трехэлектродные разрядные системы. В триодах два из трех электродов запитаны, в то время как потенциал третьего электрода обычно находится на уровне потенциала заземления. Схема базовой системы триода с параллельными пластинами показана на рис. 15. Параметры плазмы (энергия ионов, температура электронов и концентрации заряженных частиц) можно до определенной степени независимо изменять в триоде относительно эквивалентной диодной системы [65]. В некоторых случаях частота 13,56 МГц подается на оба запитанных электрода. Когда частота обоих электродов является одинаковой, относительная фаза между двумя электродами может в значительной степени влиять на свойства и распределение плазмы [66, 67].

Триоды с полым анодом

В другой коммерчески доступной конфигурации триода используется экранированный, заземленный анод между верхним и нижним электродами триода с параллельными пластинами для изоляции генерации плазмы от среды подложки [68, 69]. Эта конфигурация известна как конфигурация триода, усиленного полым анодом. Схема этой конфигурации реактора изображена на рис. 16. В этой конфигурации заземленная, экранированная сетка (называемая анодной сеткой) отделяет плазму, созданную верхним и нижним электродами, расположенными в обычной триодной конфигурации, где заземление камеры — это третий электрод. Эта конфигурация создает две области плазмы, которые позволяют смещению подложки отсоединиться от генерации плазмы. Плазма верхнего электрода может также служить для усиления выхода компонентов

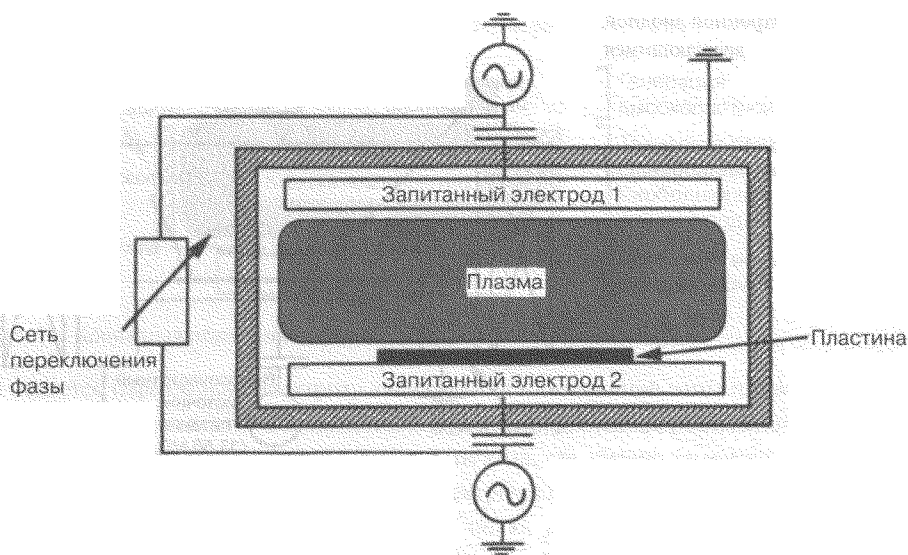


Рис. 15. Схема триода с параллельными пластинами

травителя на поверхности пластины, а нижняя плазма используется для создания управляемого смещения подложки. Интересным аспектом этой конфигурации является то, что очень интенсивная область плазмы образуется в отверстиях сепарационной сетки. Она создает плазму крайне высокой плотности со значительным увеличением компонентов травителя, возможно, вызванным обменом зарядом, а также другими эффектами. Это явление известно под названием эффекта полого анода, который возникает из-за взаимодействия оболочек стенки анода в полости, в частности такой, как отверстие, при потенциале заземления в высокочастотном разряде. Явление полого анода, по всей видимости, обеспечивает уникальный подход к одновременному усилению и отделению генерации плазмы в реакторах травления. Высокоплотная плазма в отверстиях сетки отделена от окружающих ее областей более

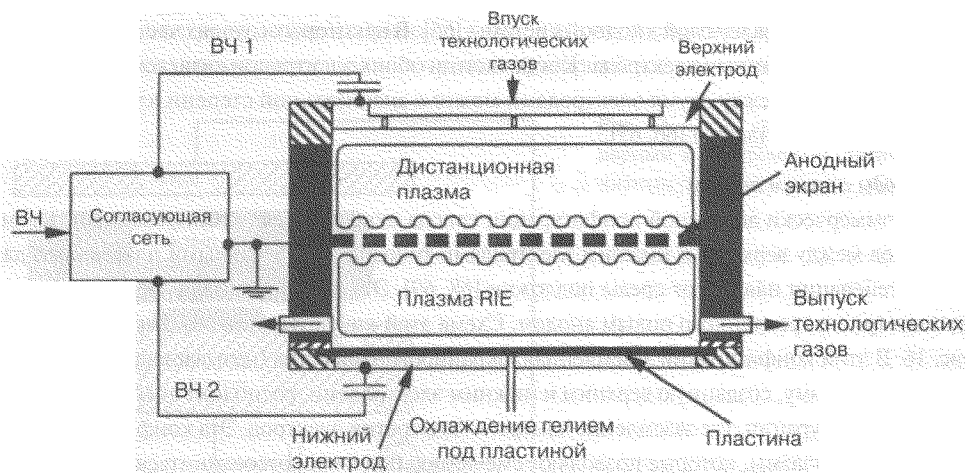


Рис. 16. Триод с полым анодом

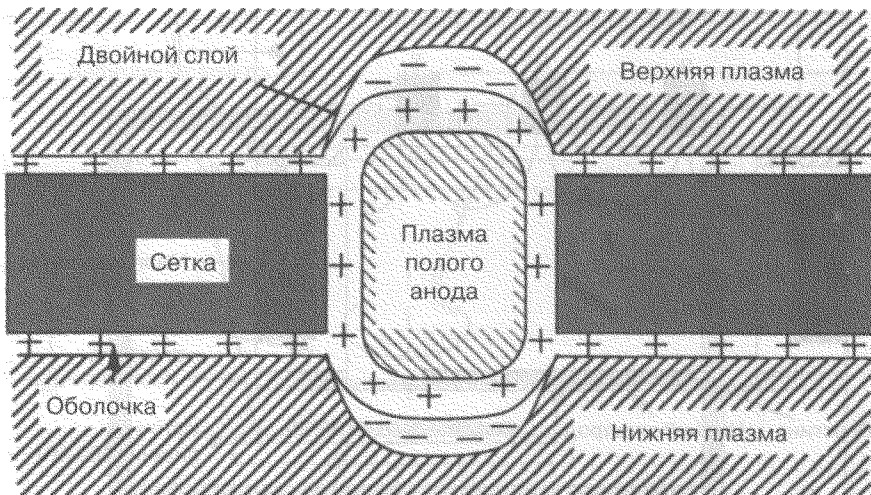


Рис. 17. Модель плазмы полового анода

низкой плотности оболочкой с двойным слоем с двух концов колонны. Плотность плазмы в области полового анода может быть выше окружающей плазмы на коэффициент 50.

Структура плазмы полового анода показана на рис. 17. Процесс подобен тому, что происходит в пространстве между двумя плазмами, как это было описано Эндрьюсом и Элденом [70], или на область, имеющую место в компрессионном электроде в дуоплазматронных ионных источниках [71]. Явление полного анода вызывается сочетанием электростатического удерживания на пограничной оболочке и ускорением частиц в двойной оболочке. Двойной слой образуется на обеих сторонах отверстия для того, чтобы поддерживать непрерывный ток разряда через отверстие. В результате плотность электронов внутри отверстия выше, чем снаружи. Комбинация ионных оболочек заземленных стенок отверстия и двойных оболочек образует электростатический потенциал. Ионы из плазмы отверстия ускоряются в направлении массы плазмы электростатического поля в двойной оболочке, и соотношение коэффициента потерь ионов к коэффициенту создания больше внутри отверстия, чем снаружи. Таким образом, для того чтобы плазма внутри отверстия была квазинейтральной, электроны, текущие в отверстие из массы плазмы, должны иметь больше энергии для того, чтобы увеличить скорость ионизации. Это достигается посредством ускорения электронов от массы плазмы в направлении плазмы отверстия, по мере того как они пересекают двойную оболочку. Для молекулярных газов, широко используемых в плазменном травлении, увеличение ионизации в плазме отверстия также ассоциируется с увеличением образования реактивного радикала. Потенциал плазмы отверстия саморегулируется для поддержания нейтральности заряда.

Присутствие сетки анода значительно увеличивает скорости травления по сравнению с обычным триодом (образующимся при удалении сетки) при тех же самых условиях смещения подложки, общей мощности и давления.

Триоды с магнитным удержанием плазмы

Идеальная схема магнитного удерживания должна быть простой и совместимой с существующими инструментами травления с параллельными пластинами. Предпочтительная конфигурация должна иметь все признаки магнитного усиления: режим низкого давления, высокую плот-

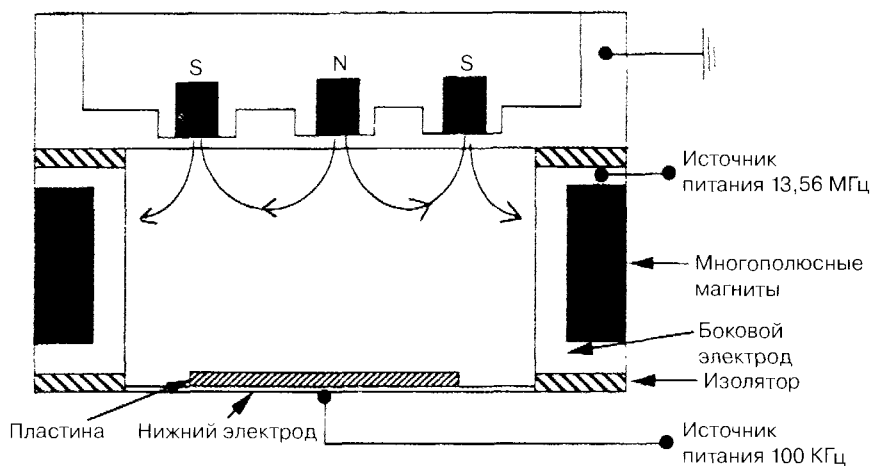


Рис. 18. Трехэлектродный реактор с магнитным удержанием плазмы

ность плазмы, низкое напряжение смещения подложки, очень низкое магнитное поле рядом с поверхностью пластины и отделение генерации плазмы (концентрация реактивных компонентов) от смещения подложки (энергия ионной бомбардировки). Было предложено много подходов для отделения генерации плазмы от смещения подложки с помощью триодной конфигурации с применением магнитного усиления для увеличения скоростей травления при более низких значениях давления. В одном коммерчески доступном подходе используется триодная конфигурация двойной частоты и с магнитным ограничением, которая показана на рис. 18 [72]. Эта конфигурация включает два запитанных высокочастотных электрода (13,56 МГц и 100 кГц) и заземленный электрод. Напряжение с частотой 100 кГц подается на электрод пластины и используется для управления энергией ионов, наддающих на пластину. Частота 13,56 МГц прилагается электроду к боковой стенки и не зависимо управляет количеством ионизации и генерации реактивных компонентов. Верхний электрод заземлен в этой геометрии реактора. Постоянные магниты, окружающие камеру, сокращают потерю заряженных частиц на стенки реактора и тем самым усиливают плотность плазмы. Магнитное поле находится в стороне от пластины и не влияет напрямую на травление на поверхности пластины.

В другом подходе используется триодная конфигурация с одной частотой (13,56 МГц), с возбуждением, управлением фазы (получившая название *супермагнетрон*) с механически вращающимися постоянными кольцевыми магнитами для генерирования магнитного поля, параллельного поверхности электрода, которая показана на рис. 19 [73]. Этот подход представляет собой сложную экспериментальную схему и также страдает неоднородностью травления и высоким повреждением подложки из-за интенсивного магнитного поля рядом с поверхностью пластины. В другом подходе магнитное поле создается многополюсным цилиндром как расширением заземляющего экрана, окружающего и тот, и другой электрод [74]. Этот подход позволяет создать очень однородную, свободную от поля область плазмы рядом с поверхностью пластины при низких значениях давления.

5.2.6.4. Индуктивно соединенные источники плазмы

Об индуктивно соединенных плазмах (ICP) известно более 100 лет. Подробное рассмотрение темы дает Дж. Хопвуд [75]. В индуктивно соединенном источнике плазмы использу-

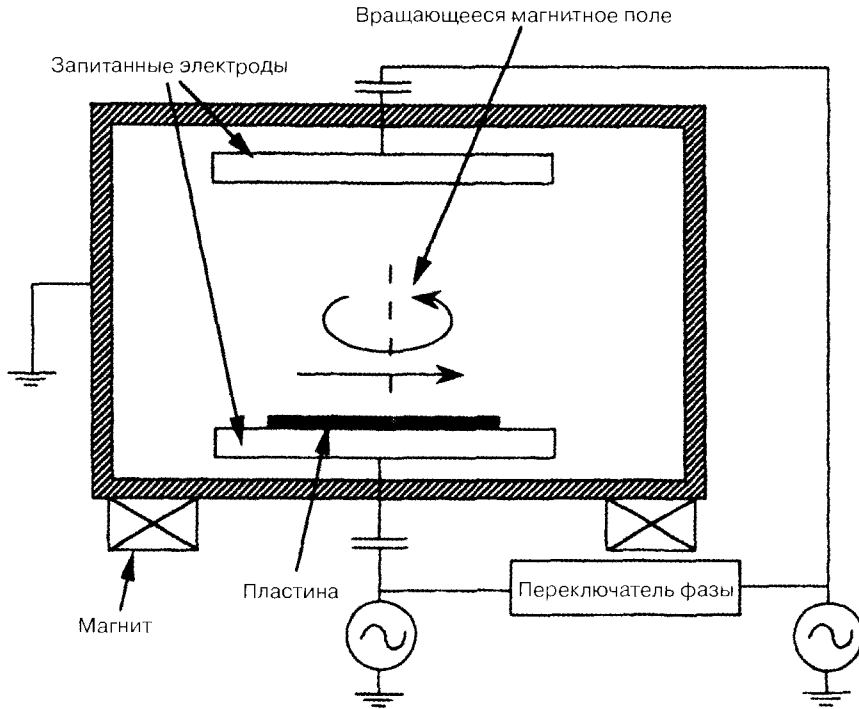


Рис. 19. Супермагнетронная установка плазменного травления

ется элемент индуктивной цепи, смежный или погруженный внутрь области разряда для подсоединения высокочастотного источника мощности к плазме. Элемент индуктивной цепи представляет собой, как правило, спиральным или подобный спирали проводник. Обычно используется внешняя цепь для генерирования резонансного состояния при возбуждающей частоте, которая вызывает большие токи, текущие по индуктивному элементу. Эти токи генерирует высокочастотный магнитный поток, проникающий через объем разряда. Изменяющийся во времени магнитный поток индуцирует соленоидальное высокочастотное электрическое поле, ускоряющее свободные электроны в разряде и поддерживающее плазму.

Индуктивно соединенные источники плазмы первоначально использовались для обработки полупроводников в конфигурации, известной под названием цилиндрического реактора (см. подраздел 5.2.5.2). В последнее время тенденция к высокоскоростной обработке одинарной пластины при низком давлении мотивировала разработку конфигураций ИСР при низком давлении. В различных конфигурациях ИСР, как сообщается в литературе, наблюдались очень высокие плотности плазмы (в диапазоне 10^{12} ионов/см³) [76]. Три наиболее распространенные конфигурации ИСР — это винтовые индуктивные соединители, винтовые резонаторы и спиральные индуктивные соединители.

Винтовой индуктивный соединитель

Схематическое изображение реактора с винтовым ИСР показано на рис. 20. Плазма генерируется внутри диэлектрического цилиндра, на который намотана катушка. Линии магнитного поля, генерируемые этой конфигурацией, параллельны центральной оси цилиндра. Индуци-

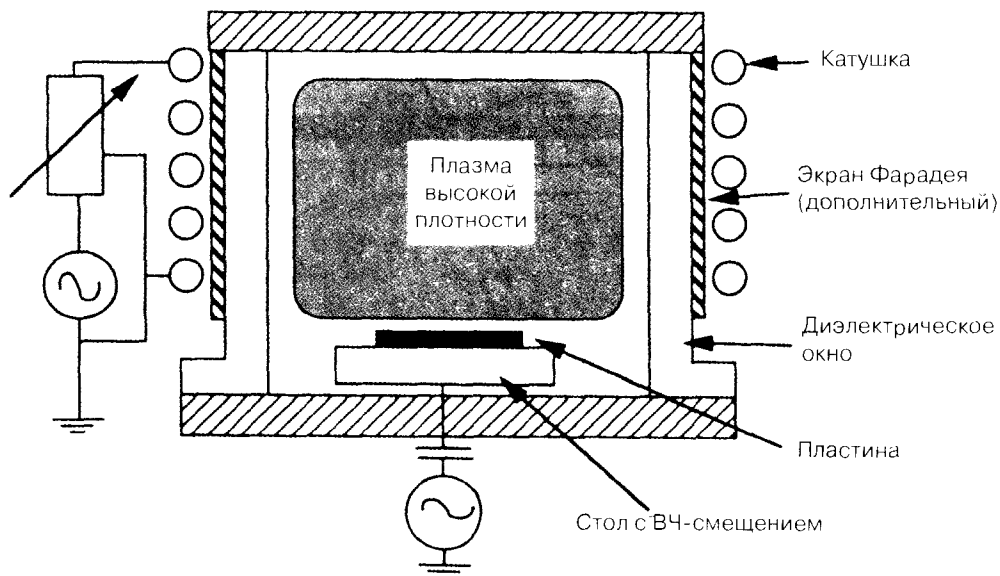


Рис. 20. Реактор с винтовым ICP

рованное электрическое поле является азимутальным и образует замкнутый контур вокруг оси. Индукционное поле является максимальным рядом со стенкой цилиндра и уменьшается монотонно в направлении центра. При более низком давлении процессы диффузии преобладают в массовых рекомбинационных процессах, и плазма распределяется более равномерно. Поскольку между двумя концами индуктивного соединителя благодаря высокой разнице потенциала очень высокое емкостное осевое электрическое поле, ни один ICP не является полностью индуктивно подсоединенным. Степень индуктивного соединения в разрядах ICP является высокой при более низкой мощности и уменьшается по мере того, как мощность ICP увеличивается [77, 78]. При высокой мощности вклад емкостной связи в общий разряд незначительный по сравнению с компонентом индуктивной связи.

Во многих конфигурациях ICP проводящий экран Фарадея ставится вокруг камеры для того, чтобы закоротить осевое электрическое поле [79]. Обратите внимание на то, что экран должен быть таким, чтобы не предотвращать соединение индуцированного электрического поля к разряду.

Одним из самых ранних видов применения этого типа конфигурации в обработке плазмой был цилиндрический реактор. В цилиндрических реакторах пластины загружаются в центре цилиндра. Это не оптимизированная конфигурация, поскольку пластины и держатель пластин в значительной степени нарушают индукционные поля.

Для этого типа конфигурации, предназначенной для видов применения низкого давления, пластины обычно помещаются в удаленную камеру по ходу потока на стол с независимым ВЧ-смещением. Эта конфигурация основывается на диффузии плазмы, генерируемой источником ICP.

Винтовые резонаторы

Источник плазмы винтового резонатора отличается от источника обычного винтового соединителя конструкцией катушки. Катушка устанавливается вокруг цилиндрической камеры.

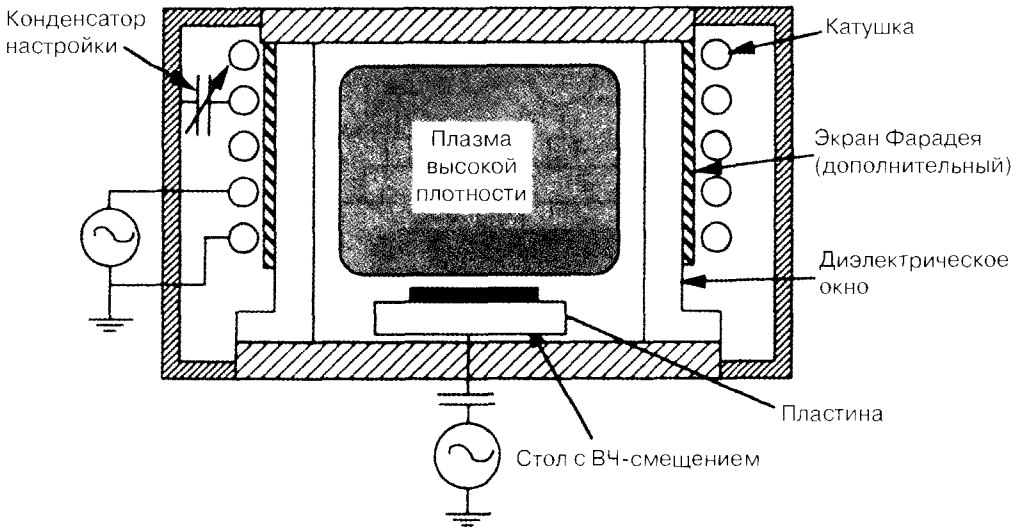


Рис. 21. Реактор с винтовым резонатором

аналогично источнику винтового соединителя. Однако катушки имеют электрическую длину $(\lambda/4 + n\lambda/2)$ или $(\lambda/2 + n\lambda/2)$, где $n = 0, 1, 2, \dots$, а λ — это длина волны частоты возбуждения. Когда электрическая длина катушки составляет $(\lambda/4 + n\lambda/2)$, конфигурация — четвертьволновый резонатор и когда электрическая длина катушки равняется $(\lambda/2 + n\lambda/2)$, конфигурация представляет собой полуволновый резонатор. Катушка закрыта в металлической (проводящей) полости, как показано на рис. 21. Эта конфигурация обеспечивает паразитную емкость от катушки в землю. Поскольку условия плазмы могут оказывать влияние на резонансное состояние катушки, настраиваемый конденсатор обычно добавляется между катушкой и землей для поддержания резонанса.

Спиральные индуктивные соединители

В плазменной обработке необходимо генерировать однородную плотную плазму над большой площадью. В широко используемой конфигурации, которая призвана достичь эту цель, используется подобная спирали планарная катушка [80]. Типичная планарная конструкция показана на рис. 22. Планарная катушка отделена от камеры диэлектрическим окном. Согласующая сеть предназначена для того, чтобы генерировать резонанс в катушке. Большие токи, текущие в катушке в силу резонансного состояния, генерируют колебательное магнитное поле вокруг катушки, проникающее в плазму и индуцирующее азимутальное электрическое поле. В идеальном реакторе азимутальное электрическое поле равняется нулю на периферии, а также в центре, доходя до пика в кольцевой области почти на полрадиуса. Для максимизации однородности плазмы, генерируемой спиралеобразной планарной катушкой, геометрия катушки (расстояние, размер, форма) обычно оптимизируется для данной конфигурации реактора и данного плазменного процесса.

Поскольку глубина наружного слоя индукционного поля частотой 13,56 МГц составляет приблизительно 1–2 см в плазмах с плотностями электронов порядка 10^{11} ионов/см³, подложка может помещаться в непосредственной близости к индукционной катушке. Как правило, катушка отделена от плазмы диэлектрическим окном толщиной 1–3 см, и подложка устанавли-

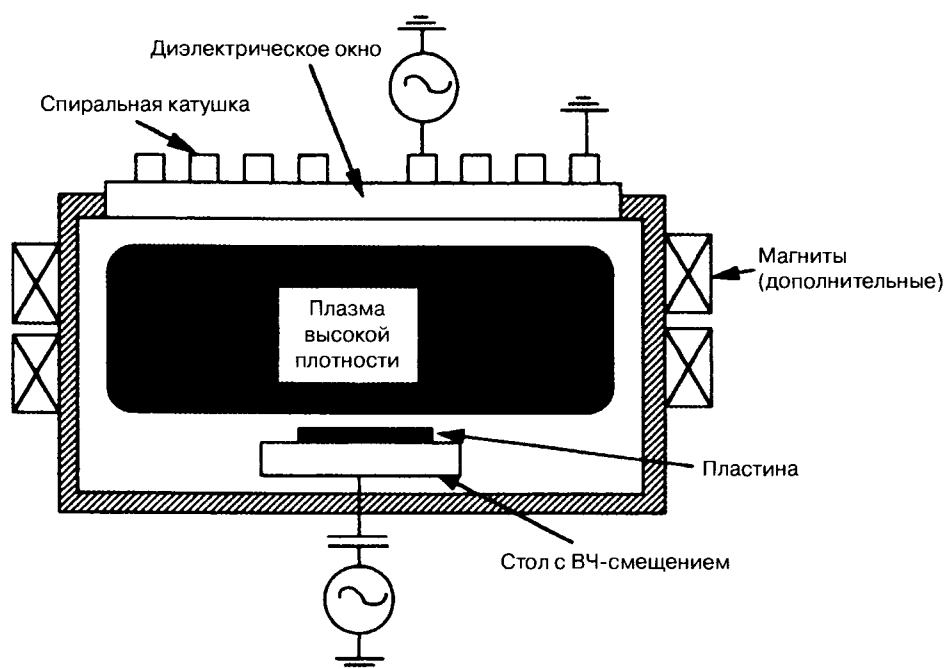


Рис. 22. Реактор со спиральным планарным ICP

ливается на 5—10 см ниже окна. Индуцированное электрическое поле и, отсюда, скорость генерации ионов, затухают в геометрической прогрессии в зависимости от расстояния, и обычно по расстоянию установки пластины заключается компромисс между поддержанием высокой плотности плазмы рядом с подложкой и обеспечением достаточного расстояния диффузии для однородности плазмы.

Согласующая сеть в реакторах с ICP

Согласующая сеть для индуктивно соединенных источников должна быть способной создавать резонансное состояние, заставляющее большой ток течь через катушку. В то же самое время конструкция не должна позволять генерировать очень высокие напряжения в узловых точках. Она должна также иметь возможность легко зажигать плазму и должна иметь широкое согласующее окно для большого диапазона параметров. Согласующая сеть должна также иметь возможность обрабатывать высокую мощность, поскольку плотность плазмы не насыщается мощностью свыше 2—3 кВт для источников ICP.

5.2.6.5. Источники плазмы с электронным циклотронным резонансом

Источники плазмы с электронным циклотронным резонансом (ECR) привлекают большое внимание благодаря своей способности создавать очень интенсивный разряд при очень низких значениях давления. В источниках ECR используются микроволновые схемы возбуждения (в основном возбуждение частоты 2,45 мГц) для создания плазмы низкого давления. Источники ECR характеризуются очень низким рабочим давлением (10^{-4} мм рт. ст. — 10^{-3} мм рт. ст.). В различных схемах ECR микроволновая мощность генерируется удаленно и соединена с камерой травления через волновод и диэлектрическое окно. Магнитное поле соответствующей величины подается вокруг камеры для создания резонансного состояния. Микроволно-

вое поле колеблется в резонансе с движением электронного циклотрона вокруг магнитных полей. Поглощение мощности локализовано резонансной зоной. Существует две широко используемых конфигурации ECR: дисковый источник плазмы и источник диффузии.

Дисковые источники плазмы

В подходе, предусматривающем дисковый источник плазмы (рис. 23), микроволны непосредственно связаны и настроены на плазменную камеру через внутренние настройки и удерживаются комплектом электромагнитов или постоянных магнитов в многоострийном массиве [81, 82]. Источник далее настраивается через подвижный короткозамыкатель для получения состояния резонансной полости. Магниты обычно расположены так, чтобы ускоряющее поле, отклоняющее плазму в направлении подложки, было минимальным, таким образом поддерживая низкий уровень энергии и направленность компонентов от источника к подложке.

Источник диффузионной плазмы

В конфигурации источника диффузионной плазмы (рис. 24) плазма высокой плотности генерируется в области источника, где поддерживается электронный циклотронный резонанс [83, 84]. Пластина обычно помещается в область внизу по ходу потока, и плазме из области источника позволяет диффундировать в эту область. Ионная энергия и поток к подложке обычно управляется приложенным смещением высокой частоты к электроду пластины. Обратите внимание на то, что плотность диффузионной плазмы рядом с подложкой является крайне высокой. Однако плотность диффузионной плазмы рядом с подложкой может быть на порядок ниже. Поскольку однородность и направленности заряженных частиц рядом с поверхно-

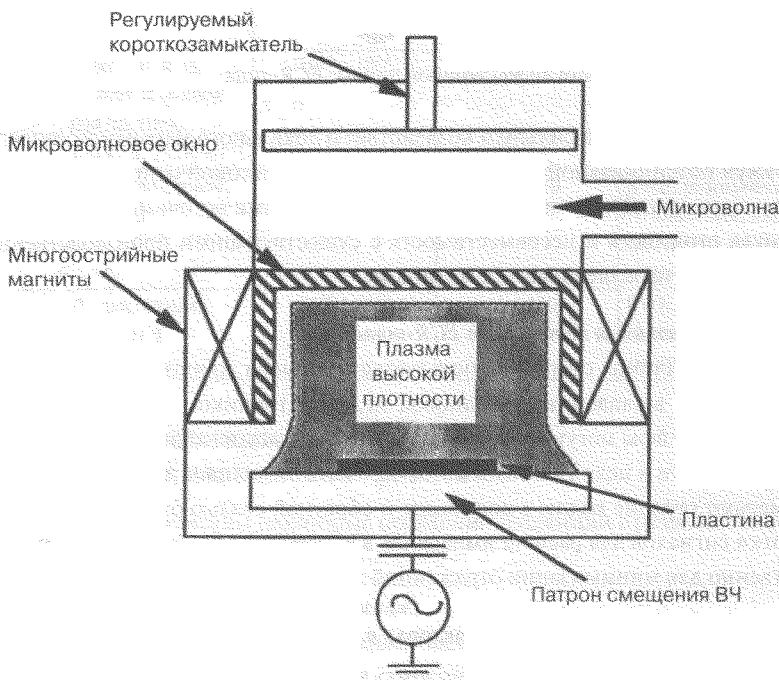


Рис. 23. Реактор с дисковым источником плазмы ECR-типа

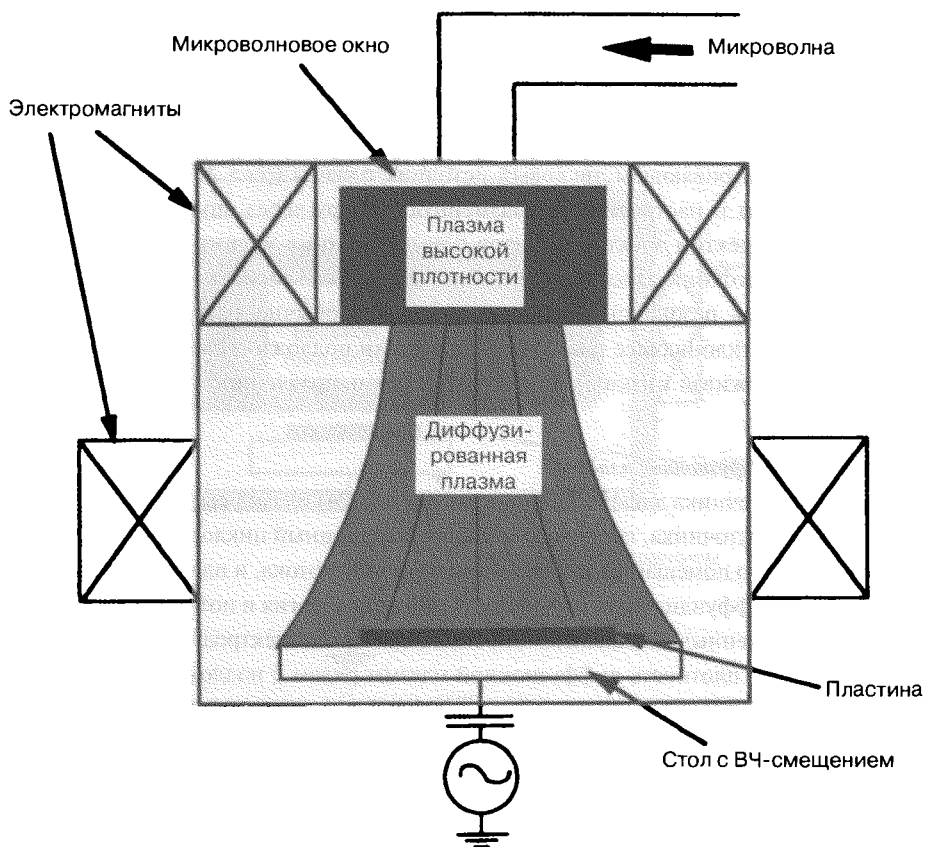


Рис. 24. Реактор с источником диффузионной плазмы ECR-типа

стью пластины находятся под сильным воздействием локального магнитного поля, эти схемы характеризуются потенциальной проблемой достижения высокой однородности над подложкой большего диаметра. Другие проблемы, связанные с этими источниками, — это свойственная им высокая стоимость и несовместимость с существующими производственными установками травления с параллельными пластинами.

Согласующая сеть для источников ECR-типа

В микроволновых системах обычно используется от одного до четырех цилиндрических настроечных шлейфов, вставленных в волновод между источником питания и нагрузкой [85]. Эти настроечные шлейфы могут регулироваться либо автоматически, либо вручную. Для автоматической настройки в целях минимизации отражаемой мощности вставленные в волновод датчики измеряют стоячие волны в волноводе и обратной связью отправляют информацию в блок обработки сигналов для расчета импеданса в камере. Настроечные шлейфы регулируются соответственно для минимизации отраженной мощности.

5.2.6.6. Обобщенные сведения о реакторах плазменного травления различных конструкций

Информация о различных конструкциях реакторов сведена в табл. 2.

Таблица 2. Характеристики реакторов плазменного травления

Тип	Схема возбуждения ВЧ-колебаний	Плотность плазмы (ионы/см ³)	Диапазон давления (10 ⁻³ мм рт. ст.)	Примечания
Цилиндрический	Индуктивная или емкостная, 13,56 мГц	Менее 10 ¹⁰	Более 1000	Установка травления периодического типа, главным образом используется для выжигания
Диодный	Емкостная, 13,56 мГц	Менее 10 ¹⁰	300—10 000	Установка травления периодического действия, с изотропным или направленным действием
RIE	Емкостная, 13,56 мГц	Менее 10 ¹⁰	30—300	Установка травления периодического действия или SWE (установка травления одинарной пластины), анизотропное действие, отличная однородность, легко наращивается объем
MERIE	Емкостная, 13,56 мГц	10 ¹⁰ —10 ¹¹	10—50	SWE, анизотропное действие, приемлемая однородность, трудно наращивать объем
Триод с полым анодом	Емкостная, 13,56 мГц	10 ¹⁰ —10 ¹²	10—100	SWE, высокая локализованная плотность плазмы, отличная однородность, легко наращиваются объемы
Триод с магнитным усилением	Емкостная одинарная или двойная частота, 100 кГц, 13,56 мГц	10 ¹⁰ —10 ¹¹	10—50	SWE, анизотропное действие, приемлемая однородность, трудно наращивается объем
ECR	Микроволновая, 2,45 ГГц	10 ¹⁰ —10 ¹²	0,1—10	SWE, режим очень низкого давления, высокая плотность на источнике, трудно наращивать объем
ICP	Индуктивная, 13,56 мГц	10 ¹⁰ —10 ¹²	1—100	SWE, высокая плотность плазмы, относительно легко наращивается объем

5.2.7. Новые тенденции в разработках реакторов плазменного травления

В данном разделе кратко описаны некоторые последние тенденции в разработках технологии плазменного травления.

Регистрация окончания процесса травления

Регистрация окончания данного процесса травления стала очень критической, так как очень тонкие слои (менее 100Å), используемые для современных цепей VLSI (сверхбольшие интегральные схемы) и ULSI (ультрабольшие интегральные схемы) не терпят избыточного травле-

ния. Ранее для обнаружения окончания травления использовалась интерферометрия лазерного отражения [86]. В настоящее время в производстве для контроля окончания травления широко используется технология оптической эмиссионной спектроскопии (OES). В OES окончание травления определяется путем следования временной зависимости избранной длины волны оптического спектра, эмитируемого плазмой, представляющего либо реактивное вещество, либо побочный продукт. Путем наблюдения за изменением оптического сигнала, связанного с выполнением реакции травления, может быть обнаружено окончание травления и его процесс прекращен.

Имеющееся в настоящее время оборудование для регистрации окончания травления OES подходит к пределу для видов применения травления, предусматривающих травление очень небольших открытых участков (<2%) на пластине (в частности сквозное травление) в силу очень низкого соотношения сигнал-помехи. Значительный упор делается на оптимизацию способности обнаружения оборудования OES [87, 88]. Параллельно исследуется несколько других приемов, в частности, таких как эллипсометрия [89], мониторинг импеданса плазмы [90], спектроскопия инфракрасного поглощения [91] и нейронные сети.

Многоинструментальная обработка

За последние несколько лет многие камеры травления были интегрированы на одной и той же платформе в виде многоинструментальной установки. Концепция многоинструментальной установки была разработана для того, чтобы улучшить производительность путем сокращения уровня частиц посредством автоматизированного вакуумного транспорта между модулями травления. Пропускная способность также увеличивается потому, что многие операции могут выполняться параллельно. Многоинструментальная обработка, однако, предъявляет строгие требования к надежности оборудования в силу взаимной зависимости комплекта оборудования и характерного отсутствия гибкости [93, 94].

Электростатические столы

Электростатические столы интегрируются на проверенных платформах травления почти всеми поставщиками оборудования в качестве замены обычным гелиевым задним или криогенно охлаждаемым зажатым электродом [95]. Электростатический стол фиксирует пластину без переднего бокового контакта, обеспечивая значительное улучшение общего количества кристаллов, которое может быть обработано. Кроме того, исключение движущихся деталей зажима позволяет уменьшить генерацию частиц и упростить конструкцию камеры.

Поддержка конечных производителей

В последние несколько лет рабочее состояние и надежность оборудования приобрели очень важное значение в силу финансовых ограничений в массовом производстве полупроводниковых схем. Программное обеспечение и роботизированные системы, используемые в реакторах плазменного травления, постоянно модернизируются. Также во многих случаях оборудование травления подсоединяется к конечному производителю по телефонной линии с тем, чтобы работу установки можно было контролировать в онлайн-режиме, и потенциальные проблемы можно было диагностировать и решать, не направляя специалиста-наладчика на место работы оборудования.

Гарантия эффективности процесса плазменного травления

На заре истории полупроводниковой промышленности большинство процессов травления было разработано инженерами производственного предприятия на реакторе, созданном са-

мым предприятием или предоставленном поставщиком. За прошедшие несколько лет тенденция сместилась в сторону разработки оборудования конечным производителем. В настоящее время большинство производственных установок продается с гарантированной эффективностью процесса для конкретного вида применения.

Литература

1. A. T. Hell, Spatial distribution of electron density and electric field strength in a high-frequency discharge, *Ind. Chem. Eng. Fundam.*, 9 (1970) 160—166.
2. M. J. Kushner, Mechanisms for power deposition in Ar/SiH₄ capacitively coupled RF discharges, *IEEE Trans. on Plasma Sci.*, PS-14 (1986) 188—196.
3. D. Flamm and G. Herb, *Plasma Etching: An Introduction*, edited by D. Mannos and D. Flamm (Academic Press, San Diego, 1989), chap. 1, p. 37.
4. H. S. Butler and G. S. Kino, Plasma sheath formation by radio-frequency fields, *Phys. Fluids*, 6 (1963) 1346—1355.
5. K. Riemann, Theoretical analysis of the electrode sheath in RF discharges, *J. Appl. Phys.*, 65 (1989) 999—1004.
6. M. A. Liberman, Dynamics of a collisional, capacitive RF sheath, *IEEE Trans. on Plasma Sci.*, PS-17 (1989) 338—341.
7. D. Vender and R. Boswell, Electron-sheath interaction in capacitive radio-frequency plasmas, *J. Vac. Sci. Technol.*, A10(4) (1992) 1331—1338.
8. P. M. Vallinga, P. M. Meijer, and F. J. de Hoog, Sheath properties of RF plasmas in a parallel plate etch reactor; the high frequency regime, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 22 (1989) 1650—1657.
9. G. R. Misium, A. J. Lichtenberg, and M. Liberman, Macroscopic modeling of radio frequency plasma discharges, *J. Vac. Sci. Technol.*, A7(3) (1989) 1007—1013.
10. D. E. Bohm, Minimum ionic kinetic energy for a stable sheath, in *The Characteristics of Electrical Discharges in Magnetic Fields*, edited by A. Guthrie and R. K. Walkerling (McGraw-Hill, New York, 1949).
11. F. F. Chen, *Introduction to Plasma Physics and Controlled Fusion*, vol. 1, 2nd ed. (Plenum Press, New York, 1984).
12. J. Meichsner, H. U. Poll, and K. H. Wixkleder, Negative ions in a glow discharge of tetrafluoromethane, *Contrib. Plasma Phys.*, 25(5) (1985) 503—512.
13. N. St. J. Braithwaite and J. E. Allen, Boundaries and probes in electronegative plasmas, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 21 (1988) 1733—1737.
14. R. Gottscho, Glow-discharge sheath electric fields: Negative-ion, power, and frequency effects, *Phys. Review*, A36(5) (1987) 2233—2240.
15. Laura Peters, Plasma etch chemistry: The untold story, *Semiconductor International* (May 1992) 66—71.
16. J. W. Coburn and H. F. Winters, Ion and electron assisted gas surface chemistry—An important effect in plasma processing, *J. Appl. Phys.*, 50 (1979) 3189—3194.

17. E. Kay, J. Coburn, and A. Dilks, Plasma chemistry of fluorocarbons as related to plasma etching and plasma polymerization, *Topics Current Chem.*, 94 (1980) 1 - 9.
18. J. Cook and K. Donohoe, Etching issues at 0.35 μm and below, *Solid State Technology* (April 1991) 119—124.
19. R. d'Agostino, F. Cramarossa, S. DeBenedictis, and G. Ferraro, Spectroscopic diagnosis of $\text{CF}_4\text{-O}_2$ plasmas during Si and SiO_2 etching processes, / *Appl. Phys.*, 52 (1981) 1259—1265.
20. L. Ephraïm, Dry-etching for VLSI—A review, / *Electrochem. Soc.*, 129 (1982) 2282—2287.
21. D. Economou, E. Aydi, and G. Barna, In situ monitoring of etching uniformity in plasma reactors, *Solid State Technol.*, 34(4) (1991) 107 -111.
22. P. Singer, Plasma etch: A matter of fine-tuning, *Semiconductor International*, 12 (1995) 65—68.
23. Y. Liu and M. Flowers, Kinetics of triode mode reactive ion etching of Si (100) wafers by chlorine plasmas: Temperature and DC self-bias effects, *Vacuum* 42(18) (1991) 1213—1217.
24. A. Watts and W. Varhue, Low temperature etching of silicon trenches with SF_6 in an electron cyclotron resonance reactor, *J. Vac. Sci. Technol.*, A10(4) (1992) 1313—1330.
25. A. De Dios, E. Castan, L. Bailon, J. Barbolla, M. Lozano, and E. Lora-Tamayo, RHE-induced damage in MOS structures, *Solid-State Electronics*, 33(11) (1990) 1419—1423.
26. D. Misra, W. Zhong, R. Bartynski, V. Patel, and B. Singh, Etch induced damage in high density inductively coupled plasma etching reactors, *Semicond. Sci. Technol.*, 11 (1996) 816—821.
27. X. Li, T. Brozek, F. Preuninger, D. Chan, and C. Viswanathan, Evaluation of Plasma Damage Using Fully Processed MOS Transistors, *J. Vac. Sci. Technol.*, B14(1) (1996) 571—576.
28. V. Menon, Fine Particle Society Annual Meeting, Santa Carla, CA (July 1991).
29. S. J. Choi and M. J. Kushner, The role of negative ions in the formation of particles in low pressure plasmas, *Appl. Phys. Letters*, 62 (1993) 2562—2564.
30. G. Selwyn, A phenomenological study of particulates in plasma tools and processes, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 32(6B) (1993) 3068—3073.
31. J. Maa, H. Gossenberger, and R. Paff, Effect of post-etch treatment on chlorine concentration of AlSi and Ti capped AlSi films, *J. Vac. Sci. Technol.*, B8(5) (1990) 1052—1057.
32. N. Parekh and J. Price, VLSI Multilevel Interconnection Conference Proceedings, Phoenix, AZ (IEEE, New York, 1989), pp. 506—511.
33. S. Pearson, M. Wilders, and A. Chambers, Reactive ion etching of AlSiCu alloy films, *Semiconductor International* (February 1987), pp. 97—100.
34. T. Y. Fok, *Electrochemical Society Extended Abstracts* 80—1, 1980 (Electrochemical Society, Pennington, NJ, 1980), Abstract No. 115.
35. H. Busta, R. E. Lajos, and D. Kiewit, Plasma etch monitoring with laser interferometry, *Solid State Technol.*, 22(2) (1979) 62—65.



36. V Godyak and R. Piejak, In situ simultaneous radio frequency discharge power measurements, *J. Vac. Sci. Technol.*, A8(5) (1990) 3833—3837.
37. B. Andries, G. Ravel, and L. Peccoud, Electrical characterization of radio frequency parallel plate capacitively coupled discharges, *J. Vac. Sci. Technol.*, A7(4) (1989) 2774—2783.
38. G. Selwyn and E. Key, Spatially resolved optical emission studies of fluorocarbon RF plasma through the use of UV-transmitting optical fibers, *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, 5(2) (1985) 183—199.
39. T. Chau and K. Kao, Optical emission spectra of microwave oxygen plasmas and fabrication of SiO₂ films, *J. Vac. Sci. Technol.* B14(1) (1996) 527—532.
40. K. Maruyama, K. Ohkouchi, Y. Ohtsu, and T. Goto, CF₃, CF₂ and CF radical measurements in RF CHEF3 etching plasma using infrared diode laser absorption spectroscopy, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 33(7B) (1994) 4298—4302.
41. H. C. Sun, E. Whittaker, Y. Bae, C. Ng, V. Patel, W. Tam, S. McGuire, B. Singh, and B. Gallois, Combined wavelength and frequency modulation spectroscopy: A novel diagnostic tool for materials processing, *Applied Optics*, 32(6) (1993) 885—893.
42. J. Coburn, A system for determining the mass and energy of particles incident on a substrate in a planar diode sputtering system, *Rev. Sci. Instrum.*, 41(8) (1970) 1219—1223.
43. D. W. Grave, T. J. Knight, X. Cheng, B. Krogh, M. Gibson, and J. LaBrosse, Process control based on quadrupole mass spectroscopy, *J. Vac. Sci. Technol.*, B14(1) (1996) 489—493.
44. H. Hermansdorfer, Microwave diagnostic techniques, in *Plasma Diagnostics*, edited by W. Lochte-Holtgreven (North-Holland, Amsterdam, 1968).
45. I. Langmuir and H. Mott-Smith, *Collected works of Irving Langmuir*, Vol. 4 (Pergamon Press, Long Island City, NY (1961), pp. 99—132.
46. P. Chung, L. Talbot, and K. Touryan, Electrical probes in stationary and flowing plasma: Part 1, Collisional and transitional probes; Part 2, Continuum probes, *AIAA Journal*, 12(2) (1974) 133—154.
47. B. E. Cherrington, The use of electrostatic probes for plasma diagnosis —A review, *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, 2(2) (1982) 113—140 and references therein.
48. A. R. Reinberg, Plasma processing with a planar reactor, *Circuits Mfg.* (April 1979) 25—31.
49. G. K. Herb, D. Rigger, and K. Shields, Silicon trench etch in a hex reactor, *Solid State Technology* (October 1987) 109—115.
50. V. Donnelly and D. Flamm, Effects of frequency on optical emission, electrical ion, and etching characteristics of a radio frequency chlorine plasma, *J. Appl. Phys.*, 58(6) (1985) 2135—2144.
51. S. Schultheis, Single-wafer high rate RIE employing magnetron discharge, *Solid State Technol.*, 28(4) (1985) 233—237.
52. R. Hill, Characterization of a low pressure, high ion density, plasma metal etcher, *J. Vac. Sci. Technol.*, B14(1) (1996) 547—551.

53. D. Sheehan and N. Rynn, Negative ion plasma sources. *Rev. Sci. Instrum.*, 59(8) (1988) 1369—1375.
54. B. Singh and P. R. Denton, The magnetron: Many gains and more to come. *Optical Spectra*, 15(10) (1981) 77—81.
55. J. W. Coburn, *Plasma Etching and Reactive Ion Etching* (American Vacuum Society, New York, 1982), and references therein.
56. C. M. Melliar-Smith and C. J. Mogab, in *Thin Film Processes*, ed. by J. L. Vossen and W. Kern (Academic Press, New York, 1979).
57. R. Kraft, T. Boonstra, and S. Prengle, Etching 0.35 μm polysilicon gates on a high density helicon etcher. *J. Vac. Sci. Technol.*, B14(1) (1996) 543—546.
58. R. Waits, Planar magnetron sputtering. *J. Vac. Sci. Technol.*, 15(2) (1978) 179—187.
59. J. Thornton, Magnetron sputtering: Basic physics and application to cylindrical magnetrons. *J. Vac. Sci. Technol.*, 15(2) (1978) 171—177.
60. J. Vossen and W. Kern, eds., *Thin Film Processes* (Academic Press, New York, 1978).
61. H. Kinoshita, T. Ishida, and S. Ohno, Highly uniform magnetron etching system using an annular permanent magnet. *Appl. Phys. Lett.*, 50(25) (1987) 1838—1841.
62. H. Okano, T. Yamazaki, and Y. Horiike, High rate reactive ion etching using a magnetron discharge. *Solid State Technol.*, 25(4) (1982) 166—170.
63. A. Hoff, T. Esry, and K. Nauka, Monitoring plasma damage: A real-time, noncontact approach. *Solid State Technol.*, 39(4) (1996) 139—148.
64. W. En, B. Linder, and N. Cheung, Modeling of oxide charging effects in plasma processing. *J. Vac. Sci. Technol.*, B14(1) (1996) 552—556.
65. G. J. Gorin, U.S. Patent No. 4,464,223 (August 1984).
66. J. H. Thomas III and B. Singh, Effect of the radio-frequency voltage phase in a balanced triode plasma etching reactor. *J. Vac. Sci. Technol.*, A10(5) (1992) 3070—3075.
67. V. Patel, *Characterization of Advanced Etching Reactors Using Novel Diagnostic Tools*, unpublished doctoral thesis, New Jersey Institute of Technology, 1993.
68. E. Bogle-Rohwer, D. Gates, L. Hayler, H. Kurasaki, and B. Richardson, Wall profile control in a triode etcher. *Solid State Technol.*, 28 (1985) 251—255.
69. J. F. Donohue, M. Kent, and A. Sampson, Geometric focusing technology applied to SiO_2 etching. *J. Vac. Sci. Technol.*, B14(1) (1996) 466—470.
70. J. Andrews and J. Allen, Theory of a double-sheath between two plasmas. *Proc. Roy. Soc. Lon.*, A320 (1971) 459—472.
71. B. Singh, unpublished doctoral thesis. *Investigation of Some of the Physical Processes Occurring in High Current Ion Sources*. University of Aston, Birmingham, UK, 1978.
72. P. Laporte, Y. Melaku, and M. Goethals, Magnetically confined dry etching for silylated resist development. *Solid State Technol.*, 34(4) (1991) 69—73.

73. H. Kinoshita and O. Matsumoto, A new supermagnetron plasma etcher remarkably suited for high performance etching, *J. Vac. Sci. Technol.* B9(2) (1991) 325—333.
74. B. Singh, J. H. Thomas, III, and V. Patel, Magnetic multipole based reactive ion etching reactor, *Appl. Phys. Lett.*, 60(19) (1992) 2335—2337.
75. J. Hopwood, Review of inductively coupled plasmas for plasma processing, *Plasma Sources Sci. Technol.* 1(2) (1992) 109—116.
76. J. Givens, S. Geissler, J. Lee, O. Cain, J. Marks, P. Keswick, and C. Cunningham, Selective dry etching in a high density plasma for 0.5 μm CMOS technology, *J. Vac. Sci. Technol.* B12(1) (1994) 427—432.
77. R. B. Piejak, V. Godyak, and B. Alexandrovich, A simple analysis of an inductive RF discharge, *Plasma Sources Sci Technol.* 1(2) (1992) 109—116.
78. A. Perry, D. Vender, and R. Boswell, The application of the helicon source to plasma processing, *J. Vac. Sci Technol.* B9(2) (1991) 310—317.
79. H. Sugai, K. Nakamura, and K. Suzuki, Electrostatic coupling of antenna and the shielding effect in inductive RF plasmas, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 33(4B) (1994) 2189—2193.
80. J. Carter, J. Holland, E. Peltzer, B. Richardson, E. Bogle, H. Nguyen, Y. Melaku, D. Gates, and M. Ben-Dor, Transformer coupled plasma etch technology for the fabrication of subhalf micron structures, *J. Vac. Sci Technol.* A11(4) (1993) 1301—1306.
81. P. Singer, Trends in plasma sources: The search continues, *Semiconductor International* (July 1992), pp. 52—58.
82. S. Samukawa, Highly selective and highly anisotropic SiO_2 etching in pulse-time modulated electron cyclotron resonance plasma, *Jpn. J. Appl Phys.*, 33(4B) (1994) 2133—2138.
83. J. Cook, D. Ibbotson, P. Foo, and D. Flamm, Etching results and comparison of low pressure ECR and RF discharge sources, *J. Vac. Sci Technol.* A8(3) (1990) 1820—1824.
84. M. Goeckner, J. Meyer, G. Kim, J. Jenq, J. Taylor, and R. Breun, Role of contaminants in ECR plasmas, *J. Vac. Sci Technol.* A14(5) (1996) 2543—2547.
85. J. D'Ignazio, Microwave power helps ignite plasma processing, *Semiconductor International* (November 1995), pp. 99—104.
86. M. Sternheim, W. van Gelder, and A. Hartman, A laser interferometer system to monitor dry etching of patterned silicon, *J. Electrochem. Soc: Solid-State Science and Technology*, 130(3) (1983) 655—658.
87. M. Welch, P. Luscher, Z. Sui, and B. Lee, Breaking the 0.5 percent exposed area endpoint barrier, *Semiconductor International* (July 1996), pp. 269—273.
88. H. Litvak, End point control via optical emission spectroscopy, *J. Vac. Sci. Technol.* B14(1) (1996) 516—520.
89. S. Henck, In process thin film thickness measurement and control, *Proceedings of the SPIE Symposium on Process Module Metrology, Control and Clustering*, 1594 (1991) 216—221.

90. V. Patel, J. H. Thomas, and B. Singh, Reactive ion etching endpoint determination by plasma impedance monitoring, *Applied Phys. Letters*, 61(16) (1992) 1912—1914.
91. H. C. Sun, V. Patel, E. Whittaker, B. Singh, and J. Thomas, III, Measurements of neutrals species in low pressure C₂F₅ discharge using diode laser absorption spectroscopy, *J. Vac. Sci. Technol.*, A11(4) (1993) 1193—1197.
92. R. Allen, R. Moore, and M. Whelan, Application of neural networks to plasma etch endpoint detection, *J. Vac. Sci. Technol.*, B14(1) (1996) 498—503.
93. G. Gibson and D. Hemker, Integrated stack etching using a helicon plasma source, *Semiconductor International* (May 1996), pp. 193—200.
94. A. S. Bergendahl, D. Horak, R. E. Bakeman, and D. Miller, Cluster tools. Part II: 16M DRAM processing, *Semiconductor International* (September 1990), pp. 94—102.
95. H. Shan, B. Pu, H. Gao, K. Ke, J. Lewis, M. Welch, and C. Deshpande, Process kit and wafer temperature effects on dielectric etch rate and uniformity of electrostatic chuck, *J. Vac. Sci. Technol.*, B14(1) (1996) 521—526.

5.3. Ионно-лучевая технология

Майкл Дж. Пауэр

Commonwealth Scientific Corporation

5.3.1. Введение

Процессы с использованием ионного луча включают широкий диапазон уникальных видов применения. Способность независимо контролировать энергию, размер и массу ионов в пределах нескольких порядков придает этим процессам большую степень гибкости. Уровень энергии луча может находиться в пределах от мегаэлектронвольт, который обычно используется в спектроскопии резерфордовского рассеяния быстрых ионов (RBS) для композиционного анализа материалов [1] и вплоть до всего нескольких электронвольт для обработки плазмой [2]. Размеры луча могут колебаться от микронов (μм) в системах фокусированного ионного луча [3] до десятков сантиметров в установках для ионной имплантации [4] и технологии широкого ионного луча, как это рассматривается в настоящем подразделе. Масса ионов луча может также колебаться от массы протонов (ионизированный водород) до теоретически массы самого тяжелого элемента периодической таблицы. Рамки настоящего подраздела ограничиваются широкими лучами ионов низкой энергии (50эВ — 2 кэВ), которые используются для травления и осаждения тонких пленок в исследованиях и производственных условиях.

Источник широкого ионного луча был первоначально разработан в рамках космических систем электрического двигателя НАСА [5], для этого вида применения активные исследования продолжаются и в настоящее время [6]. Производство тонких пленок с тех пор адаптировало технологию для удовлетворения потребностей широкого спектра видов применения. Промышленные источники широкого ионного луча состоят из двух главных компонентов: разрядной камеры, где образуется плазма, некоторого вида экстракционной оптики, ускоряющего и направляющего положительные ионы из плазмы в направлении подложки или ми-

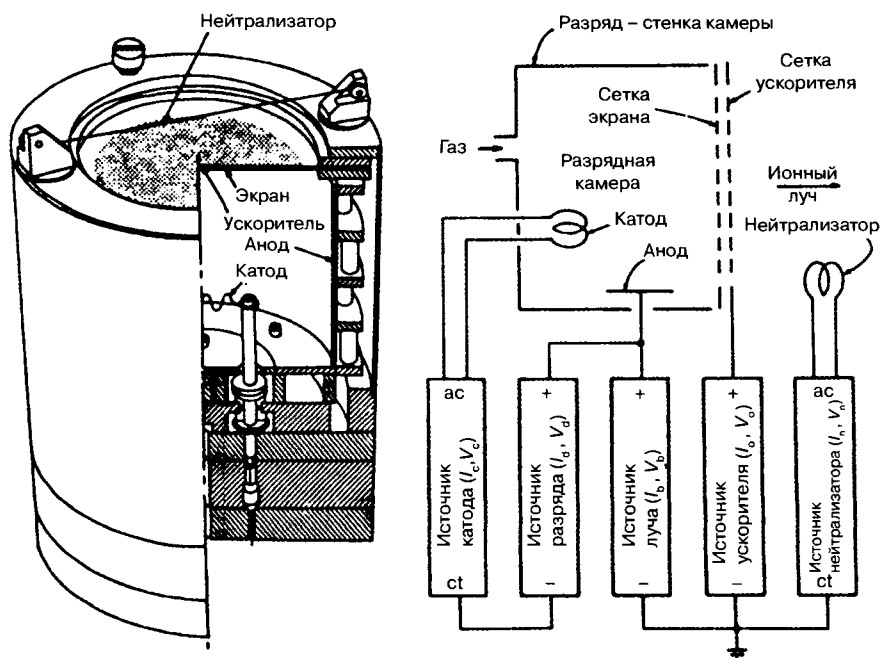


Рис. 1. Ионный источник постоянного тока Кауфмана (а) и схема его источника питания (б)

шени. Значительным отличием обработки ионным лучом и другими плазменными процессами является то, что плазма поддерживается удаленно от камеры обработки. Диаметр оптики (и лучей) в коммерческих источниках находится в пределах от 1 см до приблизительно 40 см [7]. Два наиболее широко используемых метода генерации плазмы определяют два типа ионных источников: ионный источник постоянного тока Кауфмана [8] и ионный высокочастотный источник. Оптика для каждого является почти идентичной и во многих случаях взаимозаменяемой.

В ионном источнике Кауфмана, который показан на рис. 1, термоэлектронные катоды (нагреваемые вольфрамовые нити) излучают электроны, которые ускоряются внутри камеры разряда в направлении анода посредством напряжения постоянного тока. Плазма образуется за счет электронной ударной ионизации атомов или молекул газа (как правило, аргона) в разрядной камере. Поток газа от 1 до 50 стандартных см³/мин (в зависимости от размера источника и откачки системы) поддерживает разрядную камеру под давлением приблизительно 0,001 мм рт. ст. Экстракционная оптика ограничивает проводимость потока и позволяет давлению системы находиться в низком диапазоне 10^{-4} мм рт. ст., на несколько порядков меньше того давления, которое встречается в системах плазменной обработки [2]. Часто для образования слабого магнитного поля (10–100 Г) внутри источника используются электромагниты или постоянные магниты для увеличения плотности и однородности плазмы путем изменения траекторий электронов при ускорении в направлении анода.

На рис. 2 изображена типичная конфигурация высокочастотного ионного источника. Плазма генерируется путем ускорения электронов с помощью высокочастотного электромагнитного поля вместо напряжения постоянного тока анода—катода, присутствующего в ионном источнике Кауфмана. Наиболее широко используемой частотой является 13,56 мГц в силу ши-

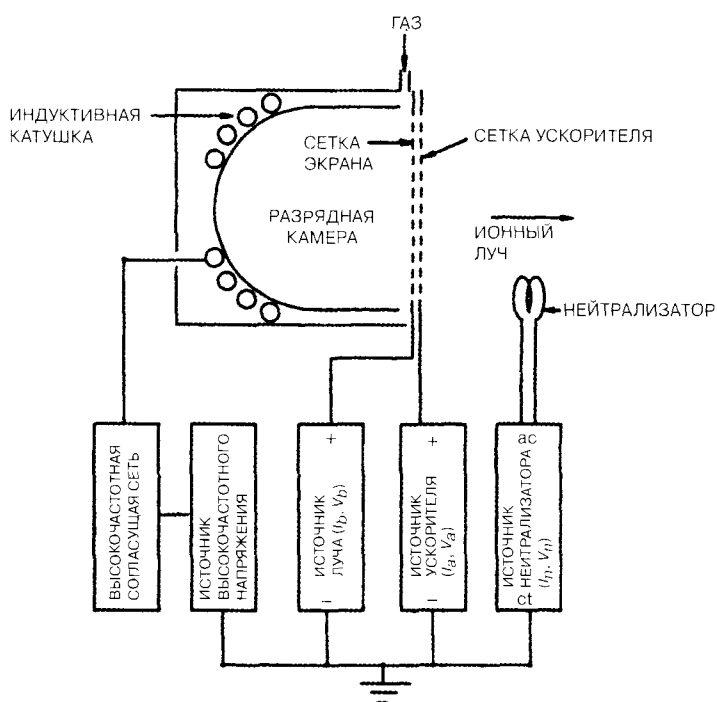


Рис. 2. Схема высокочастотного индуктивного ионного источника

рокой доступности коммерческих ВЧ-генераторов с этим уровнем частоты. Также используются другие частоты, от нескольких сотен килогерц до микроволнового режима гигагерц, в частности такие, как в электронных циклотронных резонансных источниках (ECR). В большинстве конструкций спиральная ВЧ-антенна индуктивно подсоединяет энергию ВЧ-колебаний к плазме через диэлектрическое окно. Для усиления плазмы в этих источниках может также использоваться магнитное поле.

При выборе ионного источника постоянного или ВЧ-тока следует учитывать несколько практических отличий. Основным преимуществом использования высокочастотных источников для возбуждения плазмы является легкость обращения с реактивными газами, в противном случае они бы отравили электронную эмиссию от нитей в источнике постоянного тока. Однако вопросы технического обслуживания не исключаются, поскольку нити приходится менять. Материал, подвергнутый обратному катодному распылению из камеры системы, от мишени и компонентов ионного источника, покрывает диэлектрическое окно и стремится блокировать ВЧ-энергию, делая необходимым чистить окно с регулярной периодичностью. При определенных видах применения, в частности таких, как осаждение распылением или травление металлов, количество металла, подвергшегося обратному катодному распылению, может легко сделать объем технического обслуживания на ионном источнике радиочастоты равным, если не превышающим, объем технического обслуживания на источнике постоянного тока.

Как только образовалась плазма, обычно используется две или три близко расположенные друг от друга сетки для экстракции контролируемого луча. Материал сетки — это, как правило, пиролизический графит или молибден в зависимости от вида применения. Графит в целом используется в среде реактивного газа и для более мелких ионных источников; его следует из-

бегать, если будет использоваться кислород, поскольку графит будет быстро подвергаться травлению. Высокая прочность и жесткость молибдена делают его материалом, который следует выбрать для источников большого размера в условиях массового производства. Сетки могут конфигурироваться на расходящийся, коллимированный (параллельный) или сфокусированный ионный луч путем смещения схем отверстий в сетках, а в случае молибдена сеткам может придаваться вогнутая или выпуклая форма, обеспечивающая желаемую форму луча. Расходящиеся и коллимированные сетки подбираются для видов применения, предусматривающих травление, в которых основные проблемы вызывает однородность луча. Сфокусированные сетки, как правило, выбираются для видов применения, предусматривающих осаждение ионным лучом, где луч фокусируется и направляется на мишень.

Двумя факторами, определяющими основные характеристики обработки, является энергия луча и сила ток. Кинетическая энергия ионного луча — это разница потенциалов плазмы и заземления, которая задается источником питания напряжения луча. Ток луча или поток ионов определяется интенсивностью плазмы в источнике. В источнике постоянного тока плотность плазмы контролируется током разряда, а в ВЧ-источнике она контролируется высокочастотным напряжением. Важно отметить, что эти два параметра могут независимо варьироваться в пределах широкого диапазона.

5.3.1.1. Бессеточные ионные источники

Другой тип источника широкого ионного луча, который используется главным образом при осаждении и предварительной очистке с помощью ионов, — это источник ионов с постоянным магнитом [9], показанный на рис. 3. Этот тип источника ионов был первоначально разработан в бывшем Советском Союзе в рамках программы исследований в области космических

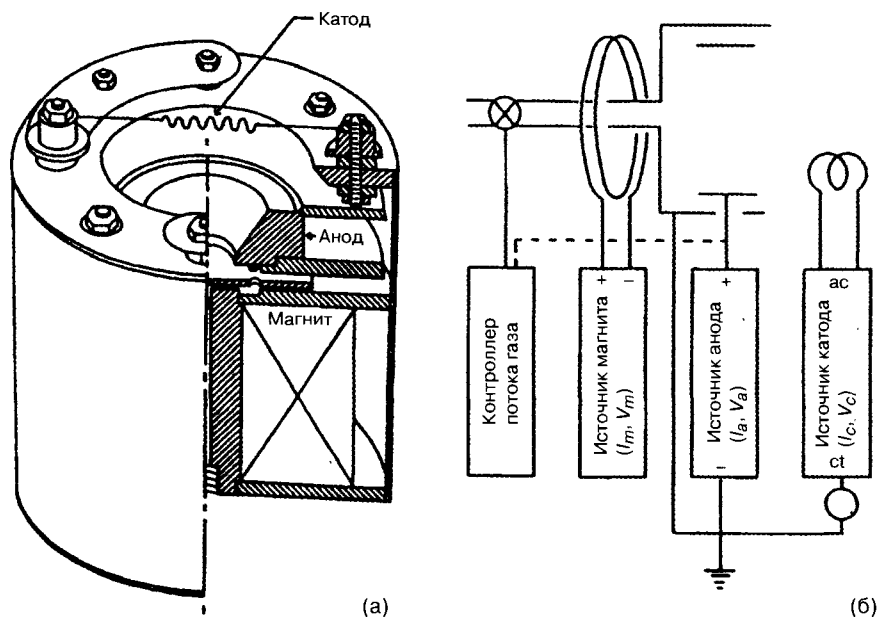


Рис. 3. Ионный источник с постоянным магнитом (а) и схема конфигурации источника питания. Обратите внимание на то, что источник магнита часто исключается благодаря использованию постоянных магнитов

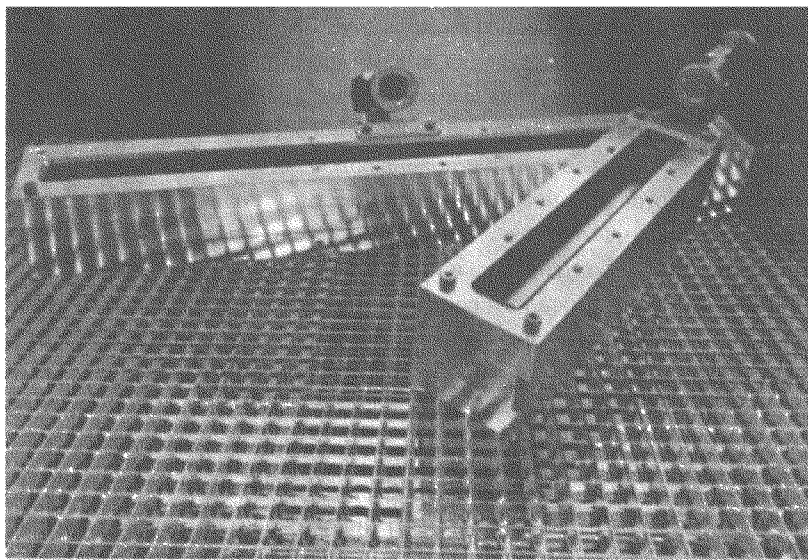


Рис. 4. Ионные источники с постоянным магнитом длиной 50 см и 20 см соответственно с полым катодом в качестве источника электронов

систем двигателей для преодоления текущих ограничений по плотности при низких уровнях энергии, налагаемых экстрационной оптикой в сеточном источнике ионов. Потенциал ускорения для ионов в источнике с постоянным магнитом развивается циркулирующим током в магнитном поле. Постоянный магнит с высокой точкой кюри обеспечивает магнитное поле в ныне действующих коммерческих конструкциях, позволяя источнику ионов и источнику питания быть простым и надежным. Источник электронов может представлять собой либо нагреваемую вольфрамовую нить, либо источник электронов типа полого катода, который рассматривается ниже.

Типичными характеристиками луча является высоко расходящийся луч (полуугол $\sim 45^\circ$), высокие плотности тока (несколько $\text{мА}/\text{см}^2$ на источнике) и низкие уровни ионной энергии (30—120 эВ). Кроме круглых источников с постоянным магнитом, как показано на рис. 3, источники могут конструироваться в виде линейной конфигурации для непрерывной подачи. Линейные источники длиной 20 см и 50 см соответственно показаны на рис. 4, существуют также источники длиной до 1 метра.

5.3.1.2. Нейтрализация ионного луча

Когда ионный луч проходит от ионного источника к мишени или подложке, имеет место интенсивное отталкивание пространственных зарядов между положительными ионами, которое стремится нарушить луч. Помещая поблизости источник электронов, можно получить чистый заряд, равный нулю на единицу объема (нейтрализация заряда) в луче, т. е. равные плотности положительных и отрицательных зарядов. Кроме нейтрализации заряда луча, достаточное количество электронов должно поставляться для достижения общей нейтрализации тока на субстрате, т. е. равные скорости прибытия положительных и отрицательных зарядов. Если мишенью является изолятор или мишень электрически изолирована от земли, недостаточная ней-

трализация тока будет приводить к созданию положительных напряжений на поверхности. Если не предусмотрен источник электронов, окружающие поверхности в системе будут подавать их в виде коротких дуг и вспышек, которые могут наблюдаться через смотровое окно, если таковое имеется. Это неконтролируемое дугообразование может вызывать повреждение, либо прямое, если дуга исходит от мишени или подложки, либо косвенное, когда частицы, выталкиваемые из дуги, приземляются на чувствительные поверхности. Колебания напряжения в луче ионов в силу неадекватной нейтрализации могут вызывать колебания процесса в течение цикла. Для обеспечения нейтрализации ток электронной эмиссии, как правило, устанавливается на 10% выше заданной точки тока луча.

Внешний источник электронов необходим только для ионных источников с сеткой. Поскольку эмиттер электронов для бессеточных источников ионов является внешним по конструкции, он подает электроны как для образования плазмы, так и для нейтрализации ионного луча.

Широко используется несколько методов нейтрализации луча ионов. Самый простой подход заключается в погружении в луч ионов нагреваемой вольфрамовой нити, которая термоэлектрически выпускает достаточное количество электронов для аннуляции положительных зарядов в луче. Размещение или симметрия нити в луче не имеет критического значения, поскольку мобильность электронов на несколько порядков больше, чем у более массивных ионов. Нить распыляется лучом ионов, что ограничивает ее срок службы, и материал распыляемой нити может представлять проблему, если загрязнение осаждающейся пленки имеет критическое значение. В этом случае имеется два других типа нейтрализатора: нейтрализатор плазменного моста и нейтрализатор полого катода.

В полом катоде [10] эмиссия электронов происходит от функциональной вставки, как показано на рис. 5. Эмиссия является главным образом термоэлектронной в силу высокой температуры вставки, хотя она обычно усиливается интенсивными электрическими полями на поверхности вставки. Вставка нагревается бомбардировкой ионами из внутренней плазмы. Плазма подсоединяет окружающую среду через маленькое отверстие в конце полого катода.

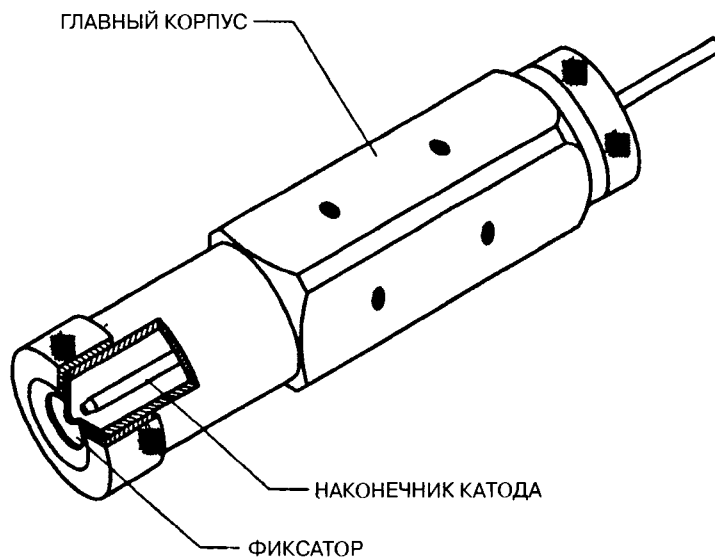


Рис. 5. Полый катод в качестве источника электронов

Внутреннее давление, подаваемое на полый катод, составляет от 1 до 10 мм рт. ст., и поверхность электронной эмиссии является чувствительной к загрязнению, таким образом, газ, текущий через наконечник должен быть высокочистым благородным газом, в частности таким, как аргон, криптон или ксенон.

Концепция плазменного моста [11] очень похожа на полый катод, за исключением того, что эмиттер электронов — это нагреваемая вольфрамовая нить, закрытая внутри разрядной камеры, имеющей небольшое отверстие. На устройстве создаются соответствующие напряжения смещения, так чтобы из плазменного моста можно было извлечь полный пучок электронов. Как устройство с полым катодом, так и устройство с плазменным мостом, как правило, устанавливаются в пределах нескольких сантиметров от края луча для обеспечения соответствующей связи нейтрализации. Потоки газа, как правило, составляют порядка нескольких стандартных кубических сантиметров в минуту (стандартных см³/мин.) как в полном катоде, так и в плазменном мосте.

5.3.2. Ионно-лучевое травление

Распыление лучом ионов — это по сути своем процесс обмена моментом движения между падающими ионами и атомами-мишенями. Выход выбивания — это число распыленных атомов на один падающий ион. Выход выбивания — это функция энергии ионов, ионных компонентов и компонентов атомов-мишеней по массе, а также собственно массы и угла падения [12—15]. Для выбивания атома из поверхности-мишени атому должна быть придана кинетическая энергия больше энергии химической связи атома. Пороги энергии ионов для придания этого количества энергии находятся в пределах от 10 до 100 эВ [13] в зависимости от материала. Выход выбивания от материала к материалу демонстрирует тенденцию энергии связи внутри периодической таблицы и увеличивается в зависимости от энергии ионного луча приблизительно до 10 кэВ в случаях, где начинает доминировать имплантация [12].

Скорость травления $R(\theta)$ может быть записана как функция выхода выбивания $S(\theta)$, англ-стрем/мин:

$$R(\theta) \cong 9.6 \cdot 10^{-25} \cdot J \cdot \frac{S(\theta)}{n} \cdot \cos(\theta), \quad (1)$$

где J — это текущая плотность в мА/см²; n — атомная плотность атомов/см³; θ — это угол падения относительно нормали.

По мере увеличения θ от нуля увеличивается выход выбивания благодаря более эффективной передаче момента между ионами и атомами-мишенями. Выход выбивания как функция угла $S(\theta)$ в большей степени зависит от распыляемого элемента, и для некоторых материалов, в частности золота, зависимость от угла практически исчезает [14]. По мере того, как θ увеличивается свыше 50—60°, выражение $\cos(\theta)$ в уравнении (1), которое учитывает уменьшение плотности потока ионов на поверхности, начинает преобладать, и скорость травления падает до нуля при 90°. Шероховатость поверхности может оказывать влияние на выход выбивания, давая эффективный угол падения на микроскопическом уровне, который отличается от падения макроскопического уровня. Зависимости скорости травления нескольких материалов от энергии и угла падающего луча показаны в рис. 6 и 7. В табл. 1 перечислены некоторые приблизительные скорости травления широко распространенных материалов посредством аргонного ионного луча.

Рис. 6. Зависимости скорости травления различных материалов от энергии ионного луча

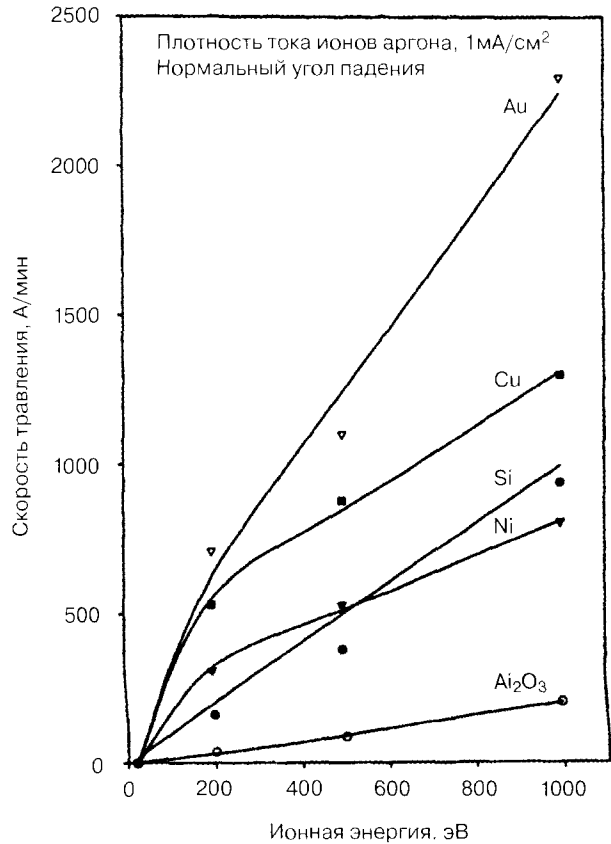


Рис. 7. Зависимости скорости травления различных материалов от угла падения ионного луча

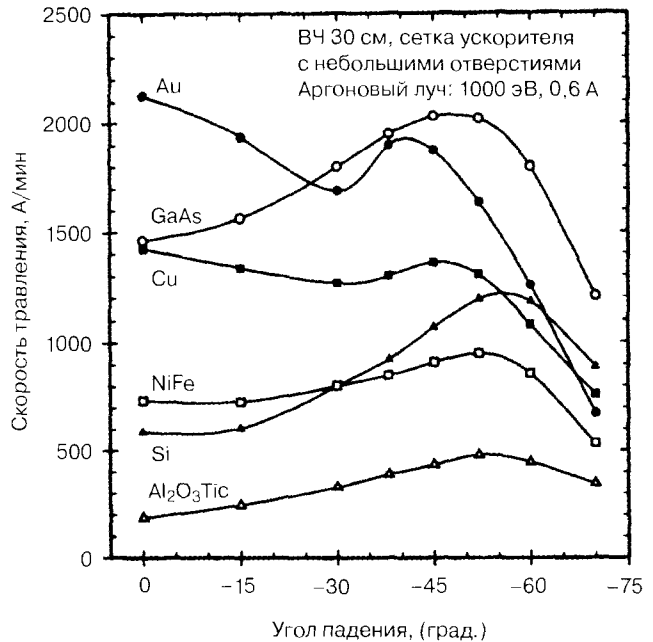


Таблица 1. Скорости травления аргоновым ионным лучом некоторых материалов при нормальном падении (падении по нормали)*

Материал	200 эВ	500 эВ	1000 эВ
C	13	44	80
Si	160	380	700
Fe	260	530	660
Ni	310	660	810
Cu	530	1000	1200
Mo	240	540	730
Au	710	1700	2300
SiO ₂	—	400	520
Al ₂ O ₃	30	85	180
GaAs (110)	780	1600	—
GaP (111)	690	1600	—

* Плотность тока — 1 мА/см² во всех случаях.

Формирование рисунка с помощью травления ионным лучом осуществляется путем использования маски, обычно изготовленной из фоторезиста в силу легкости нанесения и удаления. Существует множество типов фоторезиста, при этом наиболее распространенными являются AZ 1350H и Кодак 5214. Линии шириной менее 100 Å можно генерировать с помощью травления ионным лучом [16], а качество маски — это то, что ограничивает достижимую разрешающую способность во всех практических видах применения.

Поскольку травление ионным лучом — это по сути дела процесс передачи момента и только небольшая доля кинетической энергии иона уносится распыленными атомами, охлаждение подложки представляет трудности и часто является ограничительным фактором в определении максимальной скорости травления в данной системе. Расчет плотности мощности (в ваттах/см²) на подложке можно получить умножением энергии ионного луча (в эВ) на плотность тока (в А/см²). Большинство рисунков отделяются друг от друга посредством фоторезиста, который, как правило, имеет максимальную рабочую температуру, равную приблизительно 100 °С. Значительное излучение теплоты (1 Вт/см²) не происходит до тех пор, пока идеальный излучатель не достигнет 300—400 °С, поэтому передача теплоты должна выполняться за счет теплопроводности или конвекции. Поскольку ионы бомбардируют переднюю сторону пластины, задняя сторона подложки должна использоваться для удаления теплоты. Некоторые распространенные методы (и приблизительные полезные уровни мощности) следующие:

- Теплопроводные пасты (~ 1/4 Вт/см²)
- Теплопроводные эластомеры (~ 1/2 Вт/см²)
- Сплавы с низкой точкой плавления, в частности такие, как индий и галлий (1 Вт/см²)
- Статический или текущий поток гелий (более 1 Вт/см²).

Охлаждение подложки в настоящее время осуществляется с помощью последнего метода, в котором используется газ He под низким давлением (5—10 мм рт. ст.) в качестве теплопередающей среды между водной задней частью и водоохлаждаемым держателем подложки. Этот метод позволяет использовать уровни мощности свыше 2 Вт/см².

Ионы не останавливаются на поверхности, а проникают приблизительно на 20—100 Å в глубину в диапазоне энергии 100—1000 эВ. Повреждение в полупроводниках, подвергнутых ионному травлению, изучалось в Si, GaAs и других электронных материалах, и были установ-

лены пороги повреждения в пределах от 50 эВ до нескольких сотен электронвольт. Хотя поврежденный слой, как правило, является вредным в полупроводниковых устройствах, на поверхности он может иногда быть полезным и благоприятным для формирования хороших омических контактов.

Наиболее распространенным видом газа, используемым для неактивного травления ионным лучом, является аргон благодаря сочетанию низкой стоимости и относительно высокой атомной массы. Скорости травления могут быть увеличены для некоторых материалов за счет использования реактивного газа для генерирования плазмы и экстракции ионизированных реактивных веществ. Этот процесс называется *реактивным травлением ионным лучом* (RIBE). Реактивный газ может также вводиться рядом с подложкой, хемосорбироваться в поверхность, а инертный ионный луч может обеспечивать энергию для завершения химической реакции. Это называется *травлением посредством ионного луча с химическим ассистированием* (CAIBE). В системе чисто химического травления материалы соединений часто не могут быть успешно подвергнуты травлению из-за крайне различной реактивности и значений давления пара составляющих элементов. Сложные газовые смеси часто используются в плазмах реактивного ионного травления (RIE) для достижения желаемой селективности травления и анизотропии [20]. При травлении ионным лучом в механизме удаления материала всегда присутствует физический компонент, и многие осложнения, встречающиеся в обработке RIE, исчезают.

Посредством методов RIBE и CAIBE можно достичь увеличения скорости травления 50:1 по сравнению с инертным ионным фрезерованием на различных материалах [21–29]. Преимущества химически усиленного ионного фрезерования, в частности такие, как более высокие скорости, селективность травления и контроль профиля, необходимо взвесить в отношении к увеличению себестоимости и сложности обращения с реактивными газами, такими как Cl_2 и CF_4 по сравнению с чистым аргонном. Было доказано, что субмикронные особенности в GaAs могут подвергаться травлению при аспектных отношениях свыше 40:1 с помощью ионного луча с аргонном и вводом газа Cl_2 на поверхности подложки [25]. Методы CAIBE представляются перспективными [30, 31] в усилиях, направленных на травление нитридов III–IV, представляющих интерес для новых оптоэлектронных устройств, где химические методы и методы RIE столкнулись с сопротивлением.

Травление ионным лучом с аргонном демонстрирует некоторые уникальные возможности в оптических видах применения. Сюда входят такие виды применения, как микролинзы на InP и Si для использования в инфракрасных устройствах [32, 33] и, наконец, «фигурная обработка» ионным лучом высококачественных оптических поверхностей на больших участках, где наблюдается ограниченность механической полировки [34].

Ионное фрезерование также полезно для использования в травлении сложных соединений, таких как волноводы LiNbO_3 [35] и сверхпроводниковые устройства Y-Ba-Cu-O [36, 37], где трудно определить оптимальный процесс в чисто химическом травлении. Кроме материалов соединений, часто используется фрезерование ионным лучом для травления многослойных групп контактов, в частности Ti/Pt/Au, в один этап процесса, не требуя изменения параметров, таких как смесь газа, при переходе с одного материала на другой.

Востребованным видом применения источников ионного луча является «предварительная очистка» подложек перед процессом осаждения. Источник ионов позволяет производить высококонтролируемое удаление верхних нескольких мономолекулярных слоев на поверхности,

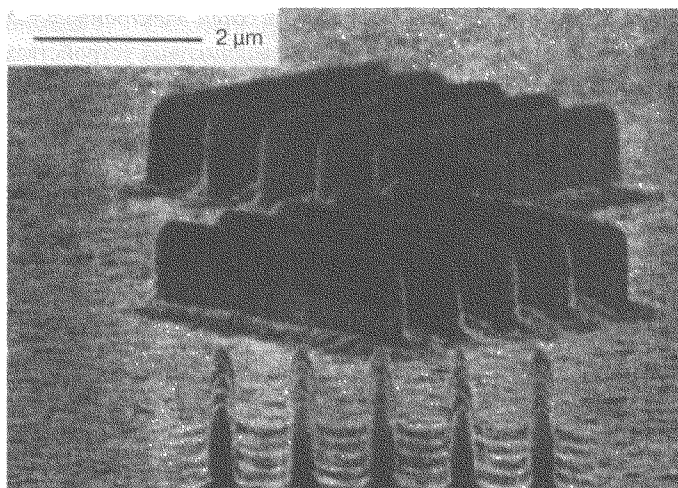


Рис. 8. Тестовый рисунок размером $0,25\ \mu\text{m}$, выполненный травлением золота аргоновым ионным лучом. Передний план изображения содержит квадратные посты $0,25\ \mu\text{m}$. Скорость травления $\sim 1500\text{Å/мин}$

которая может содержать примеси и/или загрязняющие вещества. Наблюдались резкие улучшения свойств, таких как адгезия и электрический контакт впоследствии осажденных слоев [39].

Травление ионным лучом используется почти в каждой производственной линии, выпускающей магнитные запоминающие устройства. Виды применения включают процессы, начиная от травления магнитных соединений, в частности сплавов Ni, Fe, Co, Cr, в постоянно уменьшающихся в размерах головках считывания/записи и заканчивая формированием аэродинамических воздушных несущих поверхностей и композитов Al_2O_3 TiC [39—41].

Микрозаточка посредством травления ионным лучом, как было доказано, позволяет формировать сверхострые наконечники из молибдена [42] и алмаза [43] с радиусом кривизны менее 10Å . Эти наконечники нашли применение в наконечниках поверхностного профилометра, игл для фонографа, аппаратуры для испытания твердости и сканирующих туннельных микроскопов.

Травление ионным лучом часто выбирается для травления золота в силу его высокого выхода выбивания и низкой химической реактивности. При использовании ионных лучей с инертным аргонem могут достигаться скорости травления, достигающие до нескольких 1000Å/мин . На рис. 8 изображен субмикронный тестовый образец золотых линий, полученных травлением с помощью ионного луча и аргона.

5.3.3. Осаждение с ионно-лучевым распылением

В осаждении с ионно-лучевым распылением ионный луч направляется на мишень, и распыленные атомы осаждаются на поверхность ближайшей подложки. Типичная компоновка системы осаждения ионным лучом представлена на рис. 9. Несколько свойств осаждения ионным лучом, в частности такие, как энергия, отличают этот метод от других методов осаждения.

Энергия распыленных атомов, по мере того как они покидают мишень, колеблется в пределах от единиц до десятков электронвольт [45]. В силу обработки ионным лучом в режиме

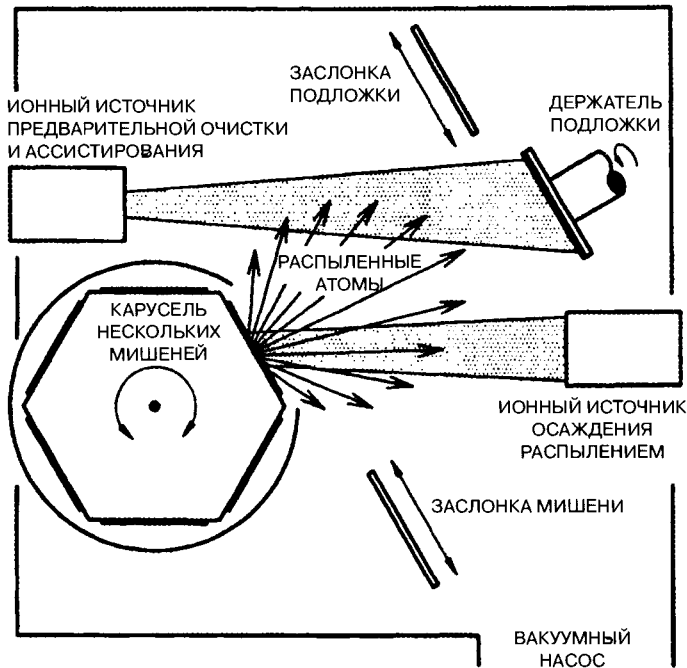
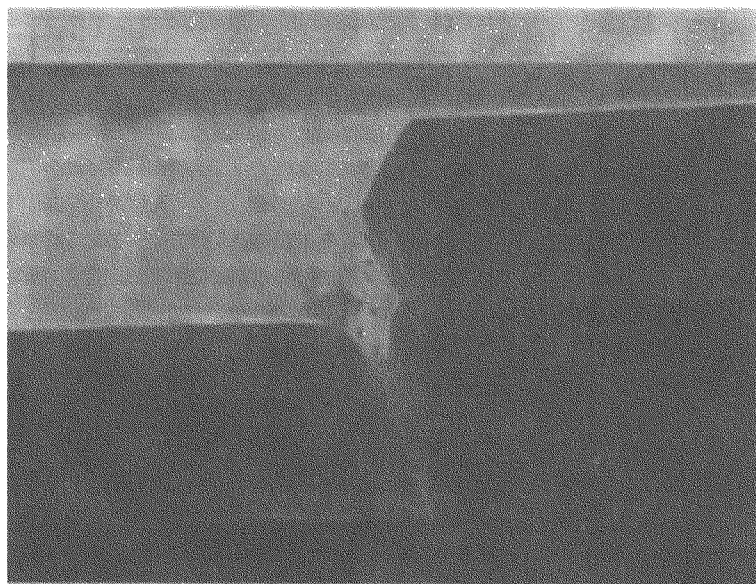


Рис. 9. Типичная конфигурация системы осаждения ионно-лучевым распылением (IBSD) с возможностью производить осаждение с ассистированием ионным лучом (IBAD)

низкого давления (10^{-4} мм рт. ст.), где средняя длина свободного пути составляет порядка метра, эти распыленные атомы прибывают на подложку, имея большую часть, если не всю свою первоначальную кинетическую энергию. Это контрастирует с режимом более высокого давления магнетронного распыления, где распыленные атомы термализуются (замедляются до тепловой энергии) посредством фонового газа до достижения подложки. Это отсутствие рассеяния имеет два прямых последствия. Во-первых, более высокая кинетическая энергия, с которой прибывают атомы, придает высокую степень мобильности растущей пленке, давая хорошее покрытие при очень малых значениях толщины, более гладкие пленки [46] и усиленную микроструктуру. Во-вторых, распыленные атомы сохраняют свой вектор направления от мишени к субстрату, обеспечивая угол падения атома на субстрате, который может дать отличное покрытие геометриями высокого аспектного соотношения. На рис. 10, а показан типичный результат шагового покрытия от магнетронного распыления, а на рис. 10, б показано шаговое покрытие того же самого материала пленки осажденного посредством распыления ионным лучом.

Растущая пленка также получает дополнительную энергию посредством отраженных нейтральных частиц, которая была подробно изучена [45, 47, 48]. Более высокая энергетика распыления ионным лучом делает ненужным нагревание подложки, что часто требуется в других системах осаждения тонкой пленки для получения желаемой микроструктуры пленки.

Количество энергии, переносимое на подложку распыленными атомами и отраженными нейтральными частицами, может контролироваться более чем на один порядок путем регулирования энергии луча и видов ионов. Именно в этом заключается и истинная элегантность обработки ионным лучом, где параметры процесса могут независимо управляться в пределах



(a)

5 μm



(б)

1 μm

Рис. 10. Типичное шаговое покрытие для магнетронного осаждения распылением (а) и шаговое покрытие с помощью осаждения ионно-лучевым распылением. Материал подложки SiO_2 и осажденная пленка «Сендаст» (85% Fe/10% Si/5% Al) в обоих случаях

широких диапазонов для оптимизации желаемых свойств пленки. В системах осаждения на базе тлеющего разряда, в частности в магнетронах, трудно и даже невозможно разделить эти параметры, которые взаимосвязаны сложным образом [49, 50].

Основные источники загрязнения в осаждении ионно-лучевым распылением связаны несфокусированностью луча на мишени и распыленным материалом от источника ионов. Соот-

ветствующая конструкция системы и эффективная работа источника ионов [51] должны давать уровни загрязнения менее $1:10^4$ для переходных металлов. Загрязнение мишени бывает самым высоким от нейтрализатора погружного типа и минимизируется с помощью эмиттеров плазменного моста и полого катода.

До недавнего времени распыление ионным лучом часто использовалось только для процессов, требующих низких скоростей осаждения и маленьких размеров подложки. В то время, как низкие скорости осаждения ($\sim 1 \text{ \AA}/\text{сек.}$) часто являются желательными для контроля осаждения сверхтонких пленок, недавно было продемонстрировано осаждение Fe посредством распыления ионным лучом [44] при скорости более $20 \text{ \AA}/\text{сек.}$ на пластинах диаметром более 200 мм при отличной однородности. В целом скорость осаждения у разных материалов следует той же самой тенденции, что и скорость травления, поскольку и та, и другая скорости выводятся из выхода выбивания.

Было доказано, что пленки Al_2O_3 , осажденные с помощью ионно-лучевого распыления, обладают более совершенными свойствами по сравнению с пленками, полученными электронно-лучевым напылением [52]. Эти свойства включают: напряжение пленки (на порядок меньше, чем у пленок после высокочастотного распыления), почти двойную электрическую пробивную силу, характерную для Al_2O_3 , и более высокий показатель рефракции.

Современной областью интенсивных исследований является осаждение новых типов магнитных тонких пленок для записи более высокой плотности. Мягкие магнитные материалы с высоким насыщением намагничивания и проницаемости, в частности Fe-N и Fe-C, представляют интерес для использования в записывающих головках высокой плотности потока; они являются предметом изучения с помощью осаждения ионным лучом [53, 54] в силу ранее рассмотренных преимуществ, в особенности для конформного покрытия нерегулярных топологий. Тонкопленочные магниторезистентные (MR) головки считывающего устройства — это последнее слово науки и техники в области цифровых магнитных записывающих устройств; они являются предметом подробного изучения в рамках исследований распыления ионным лучом [55—57]. Эффект MR — это изменение электрического сопротивления материала в присутствии магнитного поля, который используется в головке в считывающих устройствах магнитной записи и хранения данных. Гигантское магнитное сопротивление (GMR), открытое в 1988 году [58], наблюдалось в сверхтонких ($\sim 10 \text{ \AA}$) многослойных (5—20) стопках магнитных и немагнитных материалов [59—66], известных под названием «спин клапанов». Эти типы структур имеют вероятность использоваться в следующем поколении магнитных записывающих устройств. Способность распыления ионным лучом размещать эти многослойные стопки точным и контролируемым образом посредством использования нескольких мишеней делает их привлекательным инструментом для исследований и возможного производства.

5.3.4. Осаждение с ассистированием ионным лучом

Многие преимущества в силу конденсации энергии растущей пленки, которые можно найти в осаждении ионно-лучевым распылением, можно также получить путем бомбардировки растущей пленки энергичным ионным лучом. Этот процесс известен под названием «осаждение с ассистированием ионным лучом» (IBAD), и он может использоваться совместно с разнообразными методами осаждения, включая ионно-лучевое распыление, испарение электронным лучом, эпитаксию молекулярного луча и импульсное лазерное осаждение. Типичная компоновка испарительной системы с возможностью IBAD показана на рис. 11.

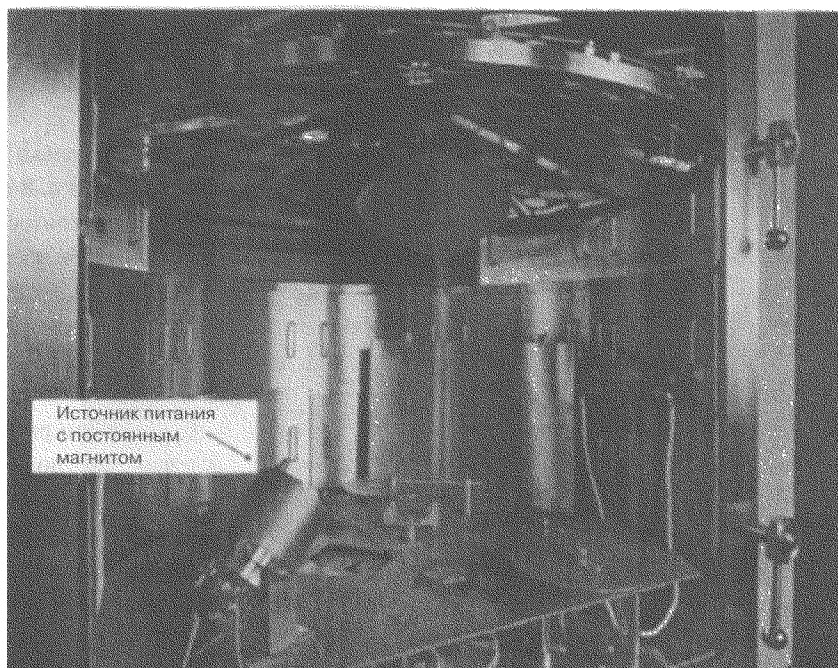


Рис. 11. Установка источника ионов с постоянным магнитом в коммерческой электронно-лучевой испарительной системе для предварительной очистки подложки и осаждения с ассистированием ионным лучом (IBAD)

Несколько отличных обзоров IBAD было написано в последнее время [67—71]. Двумя параметрами в росте пленки с ассистированием ионным лучом, которые оказывают наибольшее влияние на свойства пленки, являются следующие: ионная энергия и соотношение скорости прибытия иона/атома. Когда энергия и скорости прибытия ион/атом изменяются, различные механизмы вводятся в действие во время роста пленки. При низких уровнях энергии 1—10 эВ преобладает поверхностная десорбция адсорбированного и хемосорбированного фоновых газа. На этом уровне энергии также происходит некоторое вытеснение поверхностных атомов (адсорбированных атомов), которые могут оказывать действие на поверхностную морфологию. Диапазон энергии, наиболее широко используемый в IBAD, составляет от 50 до 500 эВ, где достигается значительное усиление свойств пленки. Преобладающий механизм в этом режиме часто называется «денсификация» (уплотнение) в силу количества измененных свойств пленки, которые относятся к ее плотности. При еще более высоких уровнях энергии воздействия от повторного распыления осажденных атомов и имплантация ионов станут более важными. При изменении скорости прибытия ионов/атомов могут включаться в действие различные механизмы. Например, уровень денсификации, происходящей при 20 эВ для соотношения прибытия иона/атома, равного 0,1, будет значительно меньше уровня денсификации для соотношения 1. В целом представляется, что высокие соотношения иона/атома в сочетании с низкой ионной энергией больше всего подходят для минимизации имплантации и производства дефектов под поверхностью [71].

Само по себе испарение имеет тенденцию производить пористые пленки со столбчатой структурой кристалла, что только увеличивается при ионном ассистировании. Обработка под-

ложки при более высокой температуре может улучшить эти свойства, но недостатки, связанные с нагреванием образцов до температуры в несколько сотен градусов Цельсия, делает это непривлекательным в производственных системах. Когда подложка находится при температуре, близкой к комнатной температуре, прибывающие атомы имеют коэффициент прилипания, близкий единице, и очень низкую поверхностную подвижность в силу низких уровней своей тепловой энергии ($\sim 0,1$ эВ). По мере того, как ионы сталкиваются с поверхностью, слабо упакованные сгустки атомов будут диссоциироваться и получать достаточно энергии для диффузии вдоль поверхности и приближения к более идеальной плотности упаковки.

Внутренне свойственное напряжение может развиваться в растущей пленке в силу химических механизмов, в частности, таких как завершение реакций окисления, происходящих под поверхностью, и изменения в микроструктуре, вызванные генерацией дефектов или ослаблением под поверхностью. Индуцированное химически напряжение может быть либо компрессионным, либо разрывающим в зависимости от реакции, но эволюция дефектов и микропустот, как правило, вызывает растягивающее напряжение. Бомбардировка растущей пленки ионами низкой энергии вводит компрессионное напряжение на поверхности за счет принудительного перемещения атомов в более непосредственную близость друг к другу, т. е. в состояние, отличающееся от их расслабленного состояния. Это аналогично дробеструйной обработке, выполняемой в металлообработке для наведения компрессионного (сжимающего) напряжения. Этот эффект иногда называют «ионоструйной обработкой»; он используется для того, чтобы противостоять внутренне присущему растягивающему напряжению, которое развивается в растущей пленке. Соответствующая регулировка параметров ионного луча может эффективно нейтрализовать напряжение пленки.

Эта дестабилизация кластеров поверхностных атомов способствует росту шагового потока, и могут быть получены гораздо более гладкие морфологии поверхности [72]. Этот механизм также усиливает способность получения эпитаксиального роста при низких температурах подложки. Кристаллографическое текстурирование растущей пленки может контролироваться в некоторых случаях с помощью IBAD путем предпочтительного распыления кристаллов одной ориентации. Это в последнее время стало важным видом применения в осаждении сверхпроводящих пленок. В этом процессе во время осаждения буферного слоя циркония, стабилизированного иттрием (YSZ), IBAD используется для достижения плоскостного текстурирования осаждающегося YSZ. Высококачественные сверхпроводящие пленки могут выращиваться на однокристалльном YSZ, который выступает в качестве слоя-затравки. Это текстурирование во время IBAD позволяет слою-затравке YSZ выполнить осаждение на различных материалах до осаждения сверхпроводящей пленки [73, 74].

Контроль плотности пленки имеет большое воздействие на такие свойства, как показатель преломления, твердость и коррозионная стойкость. Оптические покрытия, производимые IBAD, имеют более высокие показатели преломления и лучшую временную стабильность в воздухе, чем покрытия, полученные другими методами. Производители установок нанесения покрытий испарением электронного луча в настоящее время предлагают IBAD в качестве либо стандартного, либо дополнительного оборудования на своих системах [75].

При осаждении оксидов, в частности таких, как Al_2O_3 , TiO_2 , Ta_2O_5 или SiO_2 , может использоваться кислородный ионный катализатор низкой энергии для поддержания соответствующей стехиометрии осаждаемой пленки. Реактивный IBAD может использоваться для осаждения нитридов, таких, в частности, как Si_3N_4 , TiN или BN , где атомный элемент осаждается с

одновременной бомбардировкой азотным ионным лучом для завершения химической реакции. Новые кристаллические соединения, такие, в частности, как кубический BN [76] и C-N [77], оба из которых имеют твердость наравне с алмазом, были изучены в результате использования IBAD.

Однородное покрытие нерегулярных особенностей поверхности, такое, в частности, как на рис. 10, выполненное с помощью осаждения ионно-лучевым распылением, может быть сделано и с IBAD. Соответствующий выбор угла падения ионов на образец может перераспределить осажденные атомы на особенностях поверхности и перераспылить высокие пятна осаждения.

В заключение можно отметить, что IBAD позволяет производить высококачественные пленки, обеспечивая пользователя хорошо управляемым методом изменения энергетики на поверхности растущей пленки. Для данного вида применения используются как сетчатые, так и бессетчатые источники ионов, при этом бессетчатые источники идеально подходят в силу их высокого выхода по току при низких уровнях энергии ионов.

5.3.5. Прямое ионно-лучевое осаждение

В последнее время нашло применение использование источников широкого ионного луча для осаждения углерода, подобного алмазу (DLC). В этом процессе углеродный газ, такой как метан, подается в ионный источник, и луч низкой энергии (50—400 эВ) направляется на подложку, образуя пленку DLC [78—82]. Термин «прямое осаждение» используется потому, что не присутствует никакой мишени распыления. В табл. 2 обобщенно представлены некоторые свойства пленок DLC, выращенных посредством этого метода, и делается сравнение их с алмазом и графитом. Пленки, как правило, имеют высокую твердость, крайне низкие статические и динамические коэффициенты трения, высокую прозрачность по отношению к инфракрасному и видимому спектру и высокие показатели преломления. Низкие скорости осаждения, аналогичные тем, которые встречаются в распылении посредством ионного луча, характеризуют этот метод. Поскольку плотность мощности, которую испытывает подложка в этом методе, низкая, с минимальным охлаждением легко достигается осаждение пленки при температуре, близкой к комнатной. Зачастую этого не происходит в плазменных реакторах CVD, где субстрат погружен в плазму. Процесс прямого осаждения DLC может выполняться как с помощью источников типа ионного с постоянным магнитом, так и с помощью сетчатых источников постоянного тока и радиочастоты.

В настоящее время этот процесс широко используется для нанесения покрытия на головки считывающих/записывающих устройств для отрасли, производящей магнитные средства

Таблица 2. Близкие алмазу свойства углеродной пленки (DLC), полученной путем прямого ионно-лучевого осаждения*

Свойство	Алмаз	DLC	Графит
Твердость (GPa)	100	15—30	—
ν^3 связи ($^{\circ}\text{C}$)	100	40—50	0
Содержание водорода ($\%$)	0	30—50	0
Оптическая щель (эВ)	5,45	1,2—4,0	0
Коэффициент трения	0,05	0,05—0,1	0,1
Показатель преломления	2,4	2	—

* Свойства чистого алмаза и графита приводятся для сравнения.



записи данных, для обеспечения твердой поверхности с низким трением, которая может также выступать в качестве барьера химической диффузии для предотвращения коррозии головки. Поскольку плавающий зазор (зазор между головкой и носителем) головки в зоне жесткого диска в настоящее время составляет порядка 500 Å, покрытие DLC составляет порядка 100 Å или меньше и становится все меньше по мере того, как уменьшается плавающий зазор.

Другим расширяющимся видом применения покрытий DLC посредством прямого осаждения с помощью ионного луча являются офтальмологические покрытия. Покрытия на оптических компонентах от солнечных очков до окон сканирования супермаркета успешно покрываются DLC для обеспечения высокопрозрачного, устойчивого к царапинам покрытия.

5.3.6. Заключение

Широкий диапазон типов и размеров источников ионов является коммерчески доступным для ряда процессов с использованием ионного луча. В силу широких рамок ионно-лучевой технологии невозможно охватить многие другие типы источников ионного луча и виды применения. Технология широкого ионного луча применительно к травлению тонкой пленки позволяет подвергать травлению различные по составу материалы и геометрии особенностей поверхности в рамках одного и того же процесса в силу присущего ему физического характера. В этот процесс может добавляться реактивный компонент для усиления скорости и выборочности (избирательности) травления в процессе RIBE или CAIBE.

Независимый контроль параметров ионного луча позволяет выделить основные положительные показатели в процессах осаждения тонкой пленки. Это отличает данные технологии от других методов, таких как высокочастотное дуговое распыление, где из-за взаимосвязанности параметров трудно определить важность различных механизмов. Такое разделение переменных параметров позволяет обеспечить точный контроль свойств пленки. Увеличение энергии роста пленки в осаждении распылением с помощью ионного луча и осаждении с асистирующим ионным лучом часто может дать превосходные результаты с точки зрения различных свойств по сравнению с другими методами осаждения.

Литература

1. W. K. Chu and G. Langouche, *MRS Bull.* January (1993), p. 32.
2. Donald L. Smith, *Thin film deposition: Principles and practice* (McGraw-Hill, New York, 1995), pp. 453–555.
3. *Proceeding of 2nd Japan-U.S. Seminar on Focused Ion Beam Technology and Applications*, *J. Vac. Sci. Technol.*, B9 (1991) 2461–2732.
4. *Handbook of Ion Implantation Technology*, edited by J. F. Ziegler (North-Holland, Amsterdam, 1992).
5. H. R. Kaufman, *NASA Technical Note TND-585* (NASA, Washington, D.C., January 1961).
6. Charles E. Garner, *NASA Tech Briefs* (May 1995), p. 48.
7. H. R. Kaufman, W. E. Hughes, R. S. Robinson, and G. R. Thompson, *Nuclear Instr. and Meth. in Phys. Research*, B37/38 (1989) 98.
8. H. R. Kaufman and R. S. Robinson, *American Institute of Aeronautics and Astronautics J.*, 20 (1982) 745.

9. Harold R. Kaufman, Raymond S. Robinson, and Richard Ian Seddon, *J. Vac. Sci. Technol.*, A5 (1987)2081.
10. J. Reece Roth, *Industrial Plasma Engineering*, vol. 1 (Institute of Physics Pub., Philadelphia, 1995), pp. 167—170.
11. R D. Reader, D. R White, and G. C. Isaacson, *J. Vac. Sci. Technol.*, 15 (1978) 1093.
12. R Sigmund, *Phys. Rev.*, 184 (1969) 383.
13. E. Henshke, *Phys. Rev.*, 106 (1957) 737.
14. G. Wehner, *J. App. Phys.*, 30 (1959) 1762.
15. N. Laegreid and G. K. Wehner, *J. Appl. Phys.*, 32 (1961) 365.
16. A. N. Broers, W. W. Molzen, J. J. Cuomo, and N. D. Wittels, *Appl. Phys. Lett.*, 29 (1976) 596.
17. W. D. Sawyer, J. Weber, G. Nabert, J. Schmalzlin, and H.-U. Habermeier, *J. Appl. Phys.*, 68 (1990)6179.
18. M. Miyao, T. Sukegawa, and M. Hagino, *J. Appl. Phys.*, 48 (1977) 1383.
19. J. M. Millunchick, L. Hultman, and S. A. Barnett, *J. Vac. Sci. Technol.*, A13 (1995) 1155.
20. H.-C. Scheer, *Rev. Sci. Instrum.*, 63 (1992) 3050.
21. Ch. Steinbruchel, *J. Vac. Sci. Technol.*, B2 (1984) 38.
22. R. B. Jackman, *Vacuum*, 44 (1993) 239.
23. M. Geis, S. W. Pang, N. E. Efremow, G. A. Lincoln, G. D. Johnson, and W D. Goodhue, in *Handbook of Ion Beam Processing Technology: Principles, Deposition, Film Modification and Synthesis*, edited by Jerome J. Cuomo, Stephen M. Rossnagel, and Harold R. Kaufman (Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey, 1989), pp. 219— 240.
24. J. D. Chinn, I. Adesida, and E. D. Wolf, *Appl. Phys. Lett.*, 43 (1983) 185.
25. G. A. Lincoln, M. W. Geis, S. Pang, and N. N. Efremow, *J. Vac. Sci. Technol.*, B1 (1983) 1043.
26. S. W. Pang, M. W. Geis, N. N. Efremow, and G. A. Lincoln, *J. Vac. Sci. Technol.*, B3 (1995) 398.
27. S. W. Pang, G. A. Lincoln, R. W. McClelland, R D. DeGraff, M. W. Geis, and W. J. Piacentini, *J. Vac. Sci. Technol.*, B1 (1983) 1334.
28. Haruo Okano and Yasuhiro Horiike, *Japanese J. of Appl. Phys.*, 21 (1982) 696.
29. M. A. Bosch, L. A. Coldren, and E. Good, *Appl. Phys. Lett.*, 38 (1981) 264.
30. L Adesida, A. T. Ping, C. Youtsey, T. Dow, M. A. Khan, D. T. Olson, and J. N. Kuznia, *Appl. Phys. Lett.*, 65 (1994) S59.
31. A.T. Ping, L Adesida, and M. A. Khan, *Appl. Phys. Lett.*, 67 (1995) 1250.
32. R. Congxin, X. Deyuan, C. Guoliang, L. Xianghuai, and Z. Shichang, *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res.*, B96(1995) 401.
33. O. Wada, *J. Electrochem. Soc.*, 131 (1984) 2373.
34. T. W. Drueding, S. C. Fawcett, Scott R. Wilson, and T. G. Bifano, *Optical Engineering*, 34 (1995)3565.
35. Ren Congxin, Yang Jie, Zheng Yanfang, Chen Lizhi, Chen Guoliang, and Tsou Shichang, *Nuclear Inst. and Meth. in Phys. Res.*, B19 (1987) 1018.
36. S. Matsui, N. Takado, H. Tsuge, and K. Asakawa, *Appl. Phys. Lett.*, 52 (1987) 69.
37. J. Gao, Y. Boguslavskij, B. B. G. Klopman, D. Terpstra, G. J. Gerritsma, and H. Rogalla, *Appl. Phys. Lett.*, 59 (1991) 2154.
38. J. Baglin, in Reference 23, pp. 279—297.

39. T. Nakanishi, T. Toshima, K. Yanagisawa, and N. Tsusuki, *IEEE Trans. on Magnetics*, 15 (1979) 1060.
40. T. Nakanishi, K. Kogure, T. Toshima, and K. Yanagisawa, *IEEE Trans. on Magnetics*, 16 (1980) 785.
41. T. Toshima, T. Nakanishi, and K. Yanagisawa, *IEEE Trans. on Magnetics*, 15 (1979) 1637.
42. S. Morishita and F. Okuyama, *J. Vac. Sci. Technol.*, A9 (1991) 167.
43. L. Miyamoto, S. T. Davies, and K. Kawata, *Nuclear Inst. and Meth. in Phys. Res.*, B39 (1989) 696.
44. M. J. Powers, personal communication, 1995.
45. H. Coufal, Harold F Winters, H. L. Bay, and W. Eckstein, *Phys. Rev.*, B44 (1991) 4747.
46. O. Auciello, S. Chevacharoenkul, M. S. Ameen, and J. Duarte, *J. Vac. Sci. Technol.*, A9 (1991) 625.
47. E. Kay, F. Parmigiani, and W. Parrish, *J. Vac. Sci. Technol.*, A5 (1987) 44.
48. Harold F Winters, H. Coufal, C. T. Rettner, and D. S. Bethune, *Phys. Rev.*, B41 (1990) 6240.
49. J. A. Thornton, *J. Vac. Sci. Technol.*, 11 (1974) 666.
50. J. A. Thornton, *Annu. Rev. Mater. Sci.*, 7 (1977) 239.
51. H. R. Kaufman, *J. Vac. Sci. Technol.*, A4 (1986) 764.
52. M. Tan, *Data Storage*, 3(1) (1996) 35.
53. T. Kobayashi, R. Nakatani, and N. Kumasaka, *J. of Magnetism and Magnetic Mat.*, 81 (1989) 259.
54. H. Jiang, Q. L. Wu, K. Tao, and H. D. Li, *J. Appl. Phys.*, 78 (1995) 3299.
55. Yasuhiro Nagai and Tomoyuki Toshima, *J. Vac. Sci. Technol.*, A4 (1986) 2364.
56. Masaki Ueno and Shuji Tanoue, *J. Vac. Sci. Technol.*, A13 (1995) 2194.
57. Yasuhiro Nagai and Masakatsu Senda, *J. Appl. Phys.*, 64 (1988) 4108.
58. M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen van Dau, F. Petroff, P. E. Etienne, G. Creuzet, A. Friedrich, and J. Chazelas, *Phys. Rev. Lett.*, 61 (1988) 2472.
59. C. Kim, S. B. Qadri, H. Y. Yu, K. H. Kim, B. Maruyama, and A. S. Edelstein, *J. Vac. Sci. Technol.*, A8 (1990) 1407.
60. C. Kim, S. B. Qadri, M. Twigg, and A. S. Edelstein, *J. Vac. Sci. Technol.*, A8 (1990) 3466.
61. K. Inomata, Y. Saito, and S. Hashimoto, *J. of Magnetism and Magnetic Mat.*, 111 (1993) 350.
62. R. Nakatani, T. Dei, T. Kobayashi, and Y. Sugita, *IEEE Trans. on Mag.*, 28 (1992) 2668.
63. Y. Wang, F. Z. Cui, W. Z. Li, and Y. D. Fan, *J. of Magnetism and Magnetic Mat.*, 102 (1991) 121.
64. S. B. Qadri, C. Kim, M. Twigg, P. Lubitz, and M. Rubinstein, *J. Vac. Sci. Technol.*, A9 (1991) 512.
65. T. Hamaguchi, H. Aida, S. Nakaqawa, and M. Naoe, *J. Appl. Phys.*, 73 (1993) 6444.
66. F. Z. Cui, Y. Wang, H. Cui, W. Z. Li, and Y. D. Fan, *J. of Phys. D: App. Phys.*, 27 (1994) 2246.
67. E. Kay and S. M. Rossmagel, in Reference 23, pp.170—218.
68. J. E. Greene, *Solid State Technology* (April, 1987), p. 115.
69. D. V. Vechten, G. K. Hubler, E. R. Donovan, and F. D. Correll, *J. Vac. Sci. Technol.*, A8 (1990) 821.

70. G. K. Hubler, D. V. Vechten, E. R. Donovan, and C. A. Carosella, *J. Vac. Sci. Technol.*, A8 (1990) 831.
71. J. S. Colhoun, *J. Vac. Sci. Technol.*, A13 (1995) 1649.
72. B. K. Kellerman, E. Chason, J. A. Floro, and S. T. Picraux, *Appl. Phys. Lett.*, 67 (1995) 1703.
73. X. D. Wu, S. R. Foltyn, R. Arendt, J. Townsend, C. Adams, L. H. Campbell, R. Tiwari, Y. Coulter, and D. E. Peterson, *Appl. Phys. Lett.*, 65 (1994) 1961.
74. Paul C. McIntyre, Kevin G. Ressler, Neville Sonnenberg, and Michael J. Cima, *J. Vac. Sci. Technol.*, A14 (1996) 210.
75. Satis Vacuum Corp., 10510 Olympic Dr., Dallas, TX 75220.
76. D. J. Kester, K. S. Alley, D. J. Lichtenwalner, and R. F. Davis, *J. Vac. Sci. Technol.*, A12 (1994) 3074.
77. K. J. Boyd, D. Marton, S. S. Todorov, A. H. Al-Bayati, J. Kulik, R. A. Zuhre, and J. W. Rabalais, *J. Vac. Sci. Technol.*, A13 (1995) 2110.
78. J. Robertson, *Surface and Coatings Tech.*, 50 (1992) 185.
79. M. J. Mirtich, D. M. Swec, and J. C. Angus, *Thin Solid Films*, 131 (1985) 245.
80. Dan Nir and Michael Mirtich, *J. Vac. Sci. Technol.*, A4 (1986) 560.
81. S. Aisenberg and R. Chabot, *J. Appl. Phys.*, 42 (1971) 2953.
82. M. J. Mirtich, D. M. Swec, and J. C. Angus, NASA Technical Memo, TM-83743, (NASA, Washington, D.C., 1984).

5.4. Импульсное лазерное осаждение

Джеффри Т. Чеун
Rockwell Science Center

5.4.1. Введение

Физический процесс парового осаждения должен включать три основных компонента: материал-источник, подложку и источник энергии для транспортировки материала от источника к подложке во время осаждения пленки. Из этих трех компонентов форма энергии и связанный с ней механизм передачи массы — это то, что отличает одну методику от другой. Фактически методы осаждения тонкой пленки часто называются по этим механизмам, в частности осаждение распылением и распыление электронным лучом. Импульсное лазерное осаждение (PLD), как свидетельствует само название, предполагает использование импульсного лазера высокой энергии в качестве внешнего источника питания для абляции источника или материала-мишени [1, 2]. Взаимодействие является коротким, но интенсивным и вызывает абляцию в результате каскада сложных событий. Теоретические и экспериментальные исследования этого явления всегда были предметом интенсивного интереса и давали жизнь новым идеям в лазерных видах применения. Одна такая идея — импульсное лазерное осаждение — была впервые продемонстрирована Турнером и Смитом [3] почти три десятилетия назад и сегодня стала широко используемой технологией.

Несмотря на свое раннее появление и демонстрацию, разработка PLD шла медленно и даже находилась в застое вплоть до 1980-х гг. Причина этого была двойственной: отсутствие ниши для того, чтобы эта методика конкурировала с другими более разработанными технологиями.

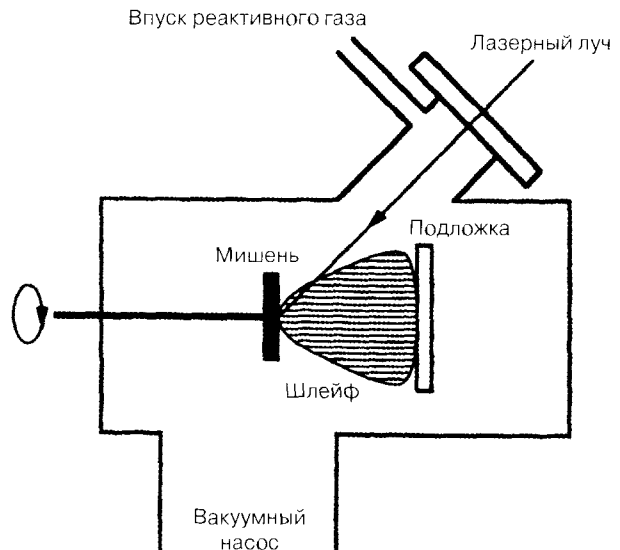
ми выращивания тонкой пленки и отсутствие надежных и экономически доступных лазеров высокой энергии. В течение почти двух десятилетий эта технология оставалась малоизвестным инструментом исследований. Ее первый взрывоподобный рост был вызван успешным осаждением высококачественных сверхпроводящих пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ посредством PLD [4]. В то же самое время были совершены прорывы в лазерной технологии и стабильно сокращались операционные затраты, в особенности для ультрафиолетового эксимерного лазера (который считается системой, предпочтительной для PLD). Это технологическое достижение сыграло важную роль в превращении PLD из лабораторного экспоната в магистральную технологию выращивания материала.

5.4.2. Импульсная лазерная система осаждения

Среди всех физических процессов парового осаждения аппаратура PLD является самой простой и наиболее гибкой. На рис. 1 показано ее схематическое изображение. Центральным компонентом является импульсный лазер высокой энергии, помещенный за пределами вакуумной камеры.

Лазерный луч сфокусирован на поверхности-мишени. Тип лазера, используемого для PLD, претерпел со временем свою эволюцию. В ранних исследованиях использовались рубиновые лазеры и лазеры на неодимовом стекле. Они были заменены более надежными лазерами Nd:YAG (лазерами на иттрий-алюминиевом гранате с неодимом) [7] и TEA- CO_2 [8] в 1970-х гг. В 1980-х гг. тенденция изменилась в направлении использования лазеров с короткой длиной волны для создания абляционных шлейфов с более высокой температурой плазмы и тонкими пленками с лучшей кристалличностью. Следовательно, для технологии были выбраны ультрафиолетовые эксимерные лазеры. На сегодняшний день в большинстве систем PLD используется либо эксимерный лазер 248 нм KrF, либо эксимерный лазер ArF 193 нм. За последние 10 лет показатели работы эксимерного лазера улучшились значительно. Этот инженерный триумф сделал PLD конкурентоспособной технологией по сравнению с другими методами осаждения тонкой пленки.

Рис. 1. Система импульсного лазерного осаждения (PLD)



Во избежание глубокого питтинга поверхности, вызываемого повторяющейся абляцией, сфокусированный луч постоянно изменяет местоположение посредством поворачивания мишени, раstra луча или посредством сочетанием того и другого. В наиболее популярной конфигурации используются вращающиеся диски-мишени, установленные на карусельный множественный держатель для многослойного выращивания. У ряда поставщиков имеется коммерческий держатель-мишень подобной конструкции.

Специальные держатели подложки используются для решения специальных экологических требований при выращивании оксидных пленок. Эти держатели должны выдерживать жесткие условия высокой рабочей температуры (до 850 °C) в окисляющей среде. В наиболее успешных конструкциях используются галогенные кварцевые лампы высокой мощности или нагреватели с нихромовой проволокой, заложенной внутри устойчивой к окислению инконелевой оболочки. Последняя доказала свою особую компактность и долговечность.

Геометрия мишени/подложки — это ключевой параметр, который оказывает сильное влияние на качество пленки. Обычно подложка и мишень помещаются поверхностями друг к другу на расстоянии нескольких сантиметров таким образом, что подложка едва касается кончика абляционного шлейфа, как показано на рис. 2, а. Также используются и другие конфигу-

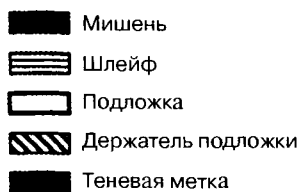
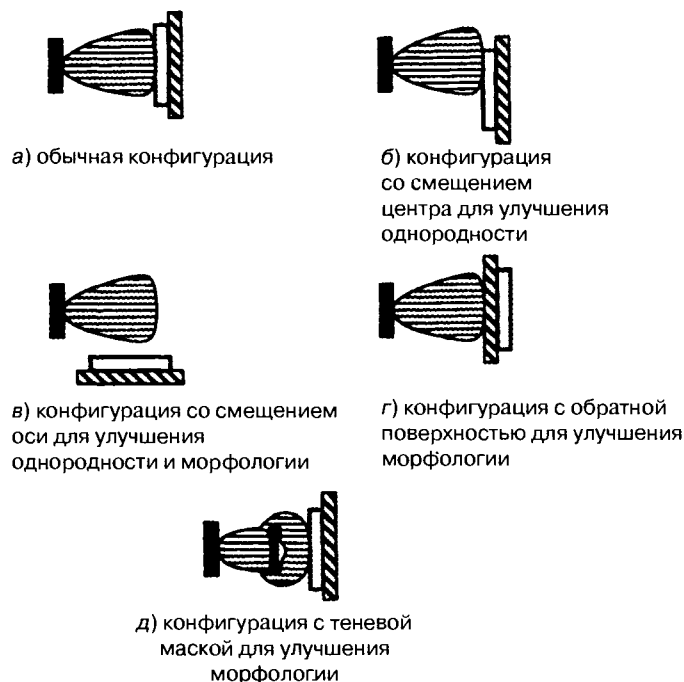


Рис. 2. Пять различных конфигураций мишени/подложки в системах PLD



рации для конкретных целей. На рис. 2, б показана конфигурация «со смещением центра» для улучшения однородности толщины. На рис. 2, в показана геометрия «со смещением оси», в которой подложка вращается вдоль направления абляционного шлейфа [9]. Осаждение пленки происходит, когда радиально диффундирующий компонент приземляется на подложке, в то время как тяжелые частицы продолжают свой путь. На рис. 2, г представлен крайний случай, когда подложка направлена в сторону от шлейфа для уменьшения разбрызгивания [10]. Наконец на рис. 2, д показано использование теневой маски, помещаемой между подложкой и мишенью для отвода потока шлейфа и предотвращения попадания распыленных частиц на подложку [11].

Важной способностью PLD является осаждение пленок в реактивной среде. Впускные отверстия газа обычно располагаются сразу же за вакуумным окном, через которое проходит лазерный луч. Это служит двойной цели: введению реактивного газа и предотвращению конденсации испаряемых веществ на окне, которое может уменьшить его оптическую передачу. В отличие от любых других физических технологий парового осаждения, PLD может выполняться в любом фоновом состоянии от высокого вакуума до атмосферного давления [12].

Гибкость PLD обеспечила множество модернизаций системы. Большинство этих модернизаций предназначаются для активации реактивного газа в целях достижения лучшей стехиометрии и более низкой температуры роста. Примеры включают использование разрядного кольца в абляционном шлейфе для снижения температуры роста сверхпроводящих пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (YBCO) [13], микроволновый разрядный водородный источник для выращивания алмазной пленки из графитовой мишени [14] и микроволновый разрядный азотный луч по соплу и с затравкой для синтеза нитридных пленок углерода β (CN_β) [15].

Другим заметным примером является комбинированное использование импульсного лазерного источника испарения с эпитаксией молекулярного луча для проведения «проектирования запрещенной энергетической зоны» [16].

Разрешающая способность глубины состава двух мономолекулярных слоев может достигаться посредством модулирования плотности потока осаждения с частотой повторений лазера.

В литературе также сообщается об экспериментах с использованием двух синхронизированных лазеров [17]. В этих экспериментах один лазер используется для абляции мишени, а другой, с более низкой плотностью энергии, — для освещения пленки в том виде, в котором она осаждена, для содействия нуклеации и усиления кристалличности.

Список вариантов PLD ни в коем случае нельзя считать полным. Гибкость PLD по-прежнему используется для того, чтобы дополнительно улучшить возможности технологии.

5.4.3. Механизм абляции

Абляция материала, вызываемая лазерным излучением высокой мощности, — это очень сложный процесс, который может быть описан как серия разнородных событий. Последовательные шаги представлены на рис. 3. Выполнение полного цикла занимает приблизительно одну микросекунду.

Вначале материал-мишень поглощает передовой фронт лазерного импульса. Если плотность энергии выше порога абляции, будет поглощено достаточное количество фотонов для плавления и испарения поверхностного материала. При типичных экспериментальных условиях PLD поток энергии составляет несколько Дж/см² в течение импульсов длительностью 10⁻⁸ с.

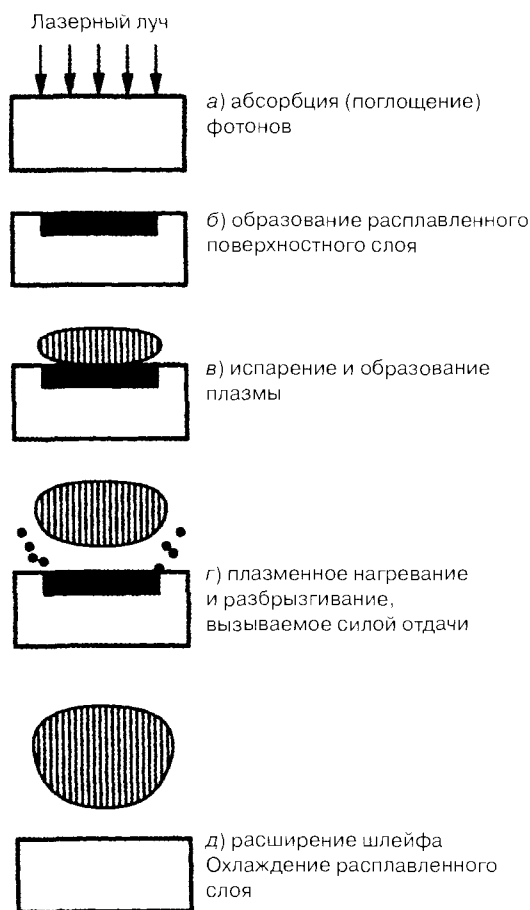


Рис. 3. Схематическое изображение различных стадий взаимодействия лазера — твердого вещества, ведущего к образованию абляционного шлейфа

Это почти на порядок выше порогов абляции большинства материалов. Пиковая плотность мощности при этом условии превышает 10^8 Ватт/см². Электрическое поле внутри абсорбирующей среды в этих условиях можно рассчитать из следующего отношения:

$$E = (2\Phi / c E_0 n)^{1/2}, \quad (1)$$

где E — напряженность электрического поля; Φ — плотность мощности; E_0 — диэлектрическая постоянная в вакууме; n — показатель преломления среды; c — скорость света.

Для материала с $n = 1,5$ при плотности излучения мощности $5 \cdot 10^8$ Вт/см² соответствующее электрическое поле внутри массы достигает $5 \cdot 10^5$ В/см² достаточно высокое для того, чтобы вызвать локальный диэлектрический пробой. Поэтому расплавленный поверхностный слой испаряется и образует плотную плазму. На ранних стадиях режим потока плазмы является гидродинамическим и расширяется изохотропически в вакуум подобно лучу сверхзвукового сопла. Он абсорбирует оставшуюся часть лазерного импульса для достижения более высокой температуры. Температура плазмы, как было установлено, находится в пределах 10 000 К по оптической эмиссионной спектроскопии.

Во время быстрого сверхзвукового расширения генерируется ударная волна. Ее давление отдачи оказывает усилие, которое является достаточно большим для создания возмущения в

расплавленном поверхностном слое. Колебательное движение этой поверхностной ряби распространяется по поверхности и прерывается на границе жидкость — твердое вещество на крае расплавленной массы. Непрерывное распространение ударяется о стык твердого вещества и выгоняет капли жидкости в вакуум. Это основная причина «разбрызгивания».

По мере увеличения давления реактивного газа также увеличивается и частота столкновений различных компонентов. Множественные столкновения происходят и способствуют конденсации среди молекулярных и атомных компонентов, образуя сгустки, начиная от десятичных до субмикронных. Их плотность и распределение являются чувствительными к давлению фонового газа и расстоянию до поверхности-мишени. В целом концентрация сгустков в шлейфе увеличивается вместе с давлением фонового газа и расстоянием от мишени.

Данное описание является упрощенным вариантом сложного процесса. Проведено множество экспериментов с использованием ряда диагностических инструментов *in situ*, в частности, таких как оптическая эмиссионная спектроскопия, индуцированная лазером флуоресценция, камера ССД, ионные зонды и времяпролетная масс-спектрометрия (TOFMS) для наблюдения за этим процессом и для его понимания [18]. Однако даже при использовании такой мощной диагностической аппаратуры физика лазерной абляции по-прежнему далека от полного понимания. Несмотря на простоту экспериментальной схемы PLD, ее абляционный механизм, несомненно, является самым сложным среди всех физических методов парового осаждения.

5.4.4. Преимущества и ограничения импульсного лазерного распыления

Уникальный подход PLD имеет свои преимущества и ограничения. Преимущества стимулировали быстрый рост, а ограничения помешали ему стать крупномасштабным производственным инструментом в технологическом арсенале.

5.4.4.1. Преимущества

Когда мишень, состоящая из нескольких компонентов, нагревается на своем пути к испарению, отдельные составляющие элементы разделяются в твердом веществе (или в расплаве) и из-за различия своей летучести. Элементы с самым высоким давлением паров будут испаряться, и прежде всего за ними будут следовать менее летучие. Иными словами, материал-источник не расплавляется и испаряется «конгруэнтно», и тонкая пленка, осаждаемая в этих условиях, не сохраняет стехиометрию мишени. К сожалению, многие материалы ведут себя таким образом, начиная от полупроводника GaAs и заканчивая сверхпроводником $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Для выращивания тонких пленок этих материалов посредством простого теплового испарения должны использоваться индивидуальные источники для компенсации различных отдельных значений давления. В PLD короткий термический цикл, индуцированный лазерным импульсом, обеспечивает простое решение этой проблемы. Объем, нагреваемый каждым импульсом, характеризуется размером лазерного пятна, помноженного на глубину проникновения, $L = 2(D \cdot \tau)^{1/2}$, где D — это тепловая диффузивность, а τ — это длительность лазерного импульса. Если L меньше толщины материала, подвергаемого абляции за один импульс, тогда стехиометрия шлейфа будет той же самой, что и мишень, позволяя использовать один источник. Этот критерий удовлетворяется многими материалами.

Улучшение кристалличности

Абляционные компоненты — это энергетические частицы с кинетической энергией до нескольких килоэлектронвольт и потенциальной энергией в виде высокой температуры плаз-

мы (т.е. электронное возбуждение). В присутствии фоновых газа для реактивного осаждения кинетическая энергия замедляется столкновениями до всего нескольких электронвольт, что является идеальным для усиления кристалличности пленки. Сравнение кристалличности тонких пленок ZnO , осажденных при двух различных конфигурациях мишень—подложка, дает убедительные доказательства этого эффекта. Если подложка повернута и обращена к мишени, как на рис. 2, а, где она в полной мере можно использовать воздействие энергетических частиц в абляционном шлейфе, пик рентгеновской дифракции (0002) тонкой пленки имеет ширину FWHM, равную 0.21° . Если подложка установлена параллельно шлейфу, как на рис. 2, в, где она полностью избегает прямого воздействия шлейфа, пик дифракции FWHM равен 0.43° .

С другой стороны, роль потенциальной энергии в форме электронного возбуждения не является столь ясной. Ее значение заключается в активации реактивного фоновых газа посредством индуцированных столкновениями передачи энергии.

Реактивное осаждение

Высокая температура плазмы абляционного шлейфа выступает в качестве резервуара энергии для активации реактивного фоновых газа. Поэтому PLD в определенной степени походит на магнетронное распыление. Однако в осаждении магнетронным распылением оксидов качество пленки является очень чувствительным к парциальному давлению кислорода в смеси газа для распыления Ag/O_2 . Избыточный кислород вызывает повторное распыление, в то время как недостаточный кислород дает в результате пленки с высоким дефицитом кислорода. Оптимальное окно парциального давления кислорода является узким. У PLD этот недостаток отсутствует. Кроме оксидов, PLD эффективно зарекомендовал себя в выращивании нитридных пленок в азотной среде [19].

Выращивание многослойных пленок

Из-за сохранения стехиометрии посредством PLD для выращивания пленок химически сложного состава необходим только один источник. Поэтому многослойные структуры, в частности сверхпроводниковые [20] и ферроэлектрические устройства памяти [21], могут легко выращиваться посредством нескольких абляционных источников.

Короткий производственный цикл

PLD требуется только очень небольшое количество материала-мишени, если мишень больше лазерного пятна. Поэтому это идеальный способ выращивания тонких пленок экзотических материалов, когда имеется всего лишь небольшое количество. В силу экспериментальной простоты PLD также знаменито своим коротким производственным циклом при выращивании тонкой пленки нового материала, начиная от его порошковой формы. Эта технология дает ученым, занимающимся материаловедением, возможность быстро посмотреть свойства нового материала с минимальными усилиями и затратами времени. Фактически PLD иногда считается для материаловедов тем же, чем было «быстрое создание прототипов» для инженеров-механиков.

5.4.4.2. Ограничения и их разрешение

PLD имеет определенные ограничения. Ниже следует перечень наиболее распространенных ограничений и их решений:

Отсутствие однородности на большой площади

Трудность достижения однородности на большой площади всегда была главным недостатком PLD. Для этого имеется несколько причин. Во-первых, лазерный абляционный шлейф не яв-

ляется ламбертианским. Его пространственный профиль следует дистрибуции $(\cos \theta)^n$, где показатель n колеблется от $n = 3$ до $n = 11$ и выше. Кроме узкого углового профиля шлейфа, разделение между мишенью и подложкой составляет всего несколько сантиметров для того, чтобы воспользоваться в полной мере индуцированной лазером плазмой. Оба ограничения представляют собой сложные проблемы при увеличении масштаба до большой площади.

Для того чтобы найти решение данной проблемы, предпринимались многочисленные попытки. Решения заключаются в установке подложки со смещением центра, установке подложки со смещением по оси и растре лазерного пятна на протяжении большой площади [22]. Еще предстоит высказать окончательный приговор для решения вопроса наибольшей целесообразности и привлекательности какого-то из подходов.

Шероховатость поверхности в силу разбрызгивания

Крупной проблемой в связи с PLD является присутствие микронных частиц на осажденных пленках в силу разбрызгивания, являющихся следствием интенсивного взаимодействия лазер—мишени.

Существует три основные причины разбрызгивания.

1. *Эксплозияция.* Во время лазерной абляции материалы удаляются с предпочтительной ориентацией вдоль направления падающего лазерного луча. Покинувший поверхность материал оставляет на ней глубокие каналы и тонкие колонны. Такие микроструктуры являются механически слабыми и легко разрушаются от тепловых ударов [23]. Обломки попадают на поверхность подложки, приводя к созданию шероховатой морфологии. Визитной карточкой такого типа разбрызгивания является появление микронных частиц нерегулярной формы.

2. *Подповерхностное кипение.* Подповерхностное кипение первоначально было названо Редди [24] «истинным разбрызгиванием». Оно происходит, если время, необходимое для передачи лазерной энергии в теплоту, короче времени испарения поверхностного слоя с толщиной порядка глубины абсорбции. В этих условиях подповерхностный слой перегревается до полного испарения материала поверхности. Кипящий подповерхностный материал взрывается из-под поверхности и выбрасывает микронные расплавленные капли. Туртеллот [6] рассчитал пороговую плотность мощности для подповерхностного кипения металлической мишени, которая составляет $5 \cdot 10^8$ Вт/см², и более высокое значение для диэлектрических материалов. Этот диапазон плотности мощности выше диапазона, как правило, встречающегося в PLD. Поэтому подповерхностное кипение играет незначительную роль, за исключением нескольких материалов, содержащих очень летучие компоненты, такие как Hg_{1-x}Cd_xTe (высокое давление Hg) [25].

3. *Выбивание капель, вызванное ударной волной.* В отличие от подповерхностного кипения, в котором сила, выбивающая капли жидкости, происходит изнутри массы, вызванное ударной волной выбивание капель возникает в результате давления отдачи, создаваемого ударной волной убывающего шлейфа. Характерной чертой этого типа разбрызгивания также являются сконденсировавшиеся расплавленные капли, аналогичные подповерхностному кипению, но значительно меньшие по размеру, как правило, относящиеся к субмикронному уровню. В противовес подповерхностному кипению, пороговая плотность мощности для того, чтобы имел место данный механизм, является низкой, почти такой же низкой, как абляционный порог. Поэтому вероятность его полного устранения очень мала. У некоторых соединений, таких, в частности, как CdTe, ZnTe и ZnSe, выращенные посредством PLD пленки имеют глад-

кий вид без следов разбрызгивания. Это находится в соответствии с моделью взаимодействия давления отдачи/плавления поверхности, поскольку у этих материалов фаза плавления отсутствует. В испарении этих материалов преобладает сублимация.

Решение проблемы разбрызгивания

С момента появления PLD идет постоянная борьба, направленная на предотвращение разбрызгивания. Были предприняты многочисленные эксперименты. Некоторые из них можно отнести к принципу грубой силы, в то время как другие полагаются на более тонкие принципы. Здесь мы приводим только наиболее широко распространенные решения этой проблемы.

1. *Кондиционирование поверхности-мишени.* Использование плотных целей, механически полированной поверхности или абляция посредством лазерных импульсов низкого потока перед выращивании пленки может уменьшать эксфорляцию.

2. *Фильтр частиц.* Принцип фильтра частиц основан на том, что частицы в абляционном шлейфе движутся гораздо более медленно (приблизительно 10^3 см/с), чем атомные и молекулярные компоненты (10^5 см/с и выше). Поэтому частицы могут удаляться синхронной механической заслонкой [26], роторным лопастным фильтром [27] (как показано на рис. 4) или многодисковым скоростным фильтром [28]. Эти методы являются эффективными для удаления частиц из шлейфа, но их практическая ценность ограничена из-за громоздкости и низкой производительности.

В другом типе фильтра частиц используется второй лазер или синхронная импульсная газовая струя, перпендикулярная шлейфу, для «сдувания» более медленных частиц [29]. Однако эффективность такого подхода является низкой.

3. *Специальная геометрия мишени-подложки.* По данным литературы, две специальные конфигурации сокращают образование частиц: конфигурация поперечного шлейфа и конфигурация со смещением по оси.

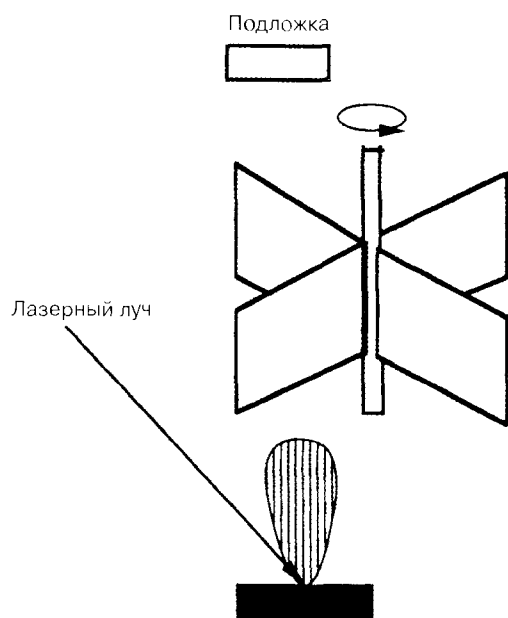
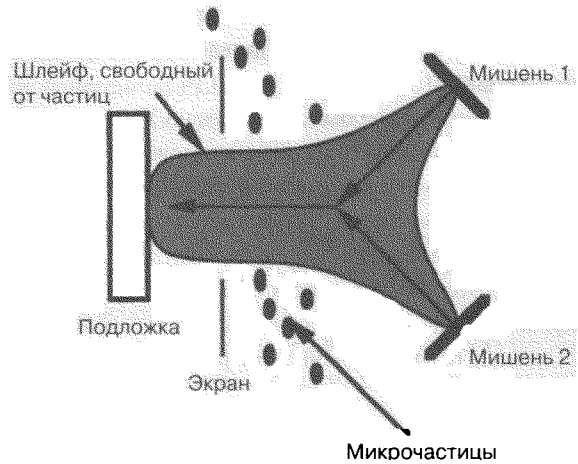


Рис. 4. Роторный лопастной фильтр частиц [27]

а. Конфигурация поперечного шлейфа.

О конфигурации поперечного шлейфа впервые было написано в 1975 г. [30], и позднее она была модернизирована Гапоновым [31]. В этом подходе, показанном на рис. 5, два шлейфа прибывают одновременно и пересекаются в области, близкой к мишеням. Из-за высокого значения плотности в шлейфах частота столкновений внутри зоны пересечения высокая. Кинематическое ограничение направляет разбросанные атомные и молекулярные газовые компоненты вперед, в то время как микронные частицы от разбрызгивания продолжают свои траектории из-за своей большой массы и поэтому удаляются. Этот подход применим ко всем материалам, но поперечное сечение разбросанного шлейфа слишком мало для того, чтобы иметь практический смысл.

Рис. 5. Поперечное сечение шлейфа [31]



6. Конфигурация подложки со смещением по оси.

Поток абляционного шлейфа является гидродинамическим и имеет радиальный компонент благодаря большому количеству столкновений; однако траектории тяжелых частиц курс своего движения не изменяют. Поэтому в конфигурации со смещением по оси радикально выделенные диффузией компоненты могут осаждаться на подложки [9]. Таким образом могут выращиваться пленки, свободные от частиц. Этот метод страдает слишком низкой скоростью осаждения, и, что самое важное, он сводит на нет некоторые преимущества, обеспечиваемые PLD. В осаждении PLD с помощью конфигурации со смещением по оси может выращиваться свободная от частиц пленка с однородностью толщины лучше 5% на площади диаметром 3 дюйма [32]; однако ее кристалличность хуже кристалличности пленок, выращенных в традиционной межповерхностной конфигурации. Если используется подложка с совпадающей кристаллической решеткой, тогда преобладающей движущей силой для нуклеации и сращивания является энергия кристаллической решетки между пленкой и совпадающей подложкой, а не энергия действия шлейфа на поверхность. При таких обстоятельствах с помощью этой конфигурации могут выращиваться высококачественные эпитаксиальные пленки.

4. *Жидкая мишень.* Основным источником разбрызгивания — это выделение расплавленных капель с поверхностного расплава посредством давления отдачи убывающего шлейфа. Выделение имеет место на стыке между жидкостью и твердым веществом рядом с кромкой лазерного пятна. Поэтому один из способов исключения этого эффекта заключается в том, чтобы сделать площадь расплава гораздо большей по сравнению с размером пятна лазерного луча. К тому моменту, когда колебательное движение поверхности расплава достигнет границы жидкости и твердого вещества, его амплитуда в достаточной степени угаснет, чтобы предотвратить любое разбрызгивание. Этот принцип был впервые проверен Санкуром [33] при реализации блестящей попытки выращивания пленок Ge посредством PLD с использованием источника расплавленного Ge. Свободные от частиц пленки можно было выращивать даже при крайне высоком потоке энергии. Недавно Ксиао [34] сообщил о выращивании алмазных пленок посредством PLD с использованием масла диффузионного насоса в качестве источника жидкой мишени. Этот подход является уникальным и успешным. Хотя использование жидкой мишени является научно обоснованным и техническим простым, оно страдает от значи-

тельного недостатка, заключающегося в доступности материалов. По сути дела очень небольшое количество материалов удовлетворяет критерию низкого давления пара при температуре плавления.

Это препятствие было преодолено Уитаначи [35] путем использования принципа двойного лазера, в рамках которого использовался лазер TEA-CO₂ совместно с лазером KrF. Импульсы синхронизированы таким образом, что поверхность-мишень расплавляется лазером CO₂ непосредственно перед прибытием лазерного импульса KrF для абляции. Лазер CO₂ дефокусируется, охватывая площадь значительно больше сфокусированного лазерного пятна KrF. Этот подход является крайне перспективным. Он может применяться ко всем материалам, представляющим интерес, и обладает дополнительным преимуществом, выражающимся в достижении более высокой температуры плазмы шлейфа и лучшей однородности на большой площади.

5.4.5. Используемые материалы

PLD демонстрирует свою универсальность благодаря широкому выбору материалов. Первый перечень материалов, выращенных PLD, был составлен в 1988 году в обзорной статье Чесунга и Санкура [1]. С тех пор, благодаря растущей популярности, перечень значительно расширился [2]. Здесь мы только покажем некоторые основные примеры, представляющие различные семейства материалов, и выделим некоторые тенденции.

5.4.5.1. Металлы

Большая часть работ по металлическим пленкам, выращенным посредством PLD, была описана в 1960—70-х гг. [36]. Поскольку PLD не представляет собой какого-либо очевидного преимущества в этой области по сравнению с конкурентными технологиями, исследования по металлической пленке, выращенной посредством PLD, замедлились. Только в таких областях, как покрытие тонкой пленкой магнитных металлических сплавов [37] и других неравновесных сплавах [38], где эпитаксия играет важную роль, PLD имеет преимущество по сравнению с обычными технологиями.

5.4.5.2. Полупроводники

Имеется ряд преимуществ использования PLD для выращивания полупроводниковых пленок, но также существует один крупный недостаток: присутствие микронных частиц от разбрызгивания. Единственные полупроводники, которые не разбрызгиваются, — это соединения II-VI, поскольку у них отсутствует жидкое состояние. Неслучайно выращивание посредством PLD полупроводников II-VI было очень успешным. Примером этой работы может служить серия исследований по Hg_{1-x}C_xdTe, CdTe и их сверхрешеткам, а также по ZnSe и пленкам ZnSe для применения в области солнечных элементов [40]. В самое последнее время Лаундес продемонстрировал выращивание пленки ZnSe типа p посредством азотной обработки *in situ* [41], открыв новые виды применения. В целом современная тенденция заключается в том, что полупроводниковые слои, выращенные PLD, будут оставаться в этих нишах и должны выдерживать сильную конкуренцию со стороны таких хорошо разработанных технологий, как MBE и MOCVD.

5.4.5.3. Алмазоподобный углерод

Пленка из алмазоподобного углерода — это композитная сеть углерода SP² (графитовый углерод) и SP³ (алмазный углерод). Хотя другие технологии, такие, в частности, как CVD и осаждение

ление ионным лучом, использовались для выращивания этого материала, теплопроводность, микротвердость и эффективность полевой эмиссии по-прежнему хуже, чем у пленок PLD DLC (алмазоподобных углеродных пленок, нанесенных PLD)[42]. Кроме того, PLD используется для выращивания пленок CN_x [15], характеризующихся самым высоким содержанием азота.

5.4.5.4. Перовскиты

Перовскит — это семейство оксидов с общей формулой ABO_3 , где А и В представляют катионы. Осаждение перовскитов было традиционной прерогативой PLD и останется ею. PLD объяснено своим быстрым ростом в конце 1980-х гг. успешной демонстрации пленок YBCO. В начале 1990-х гг. работы по YBCO дали зеленый свет исследованиям ферроэлектрических пленок [21]. Последняя активность в области материалов колоссального магнитного сопротивления (CMR) — это дополнительное расширение данной области исследований.

Структурные свойства перовскитных материалов и преимущества PLD сочетаются весьма удачно. Фактически PLD оказалось первопроходцем в области новых материалов, включая перовскитные тонкие пленки. Однако мы должны еще раз подчеркнуть, что выращивание перовскитной тонкой пленки — это не процесс, охватывающий большую площадь. В ряде лабораторий идут работы над применением этого метода к подложкам большей площади.

5.4.5.5. Простые оксиды

Оксидные пленки — это наиболее логичный выбор материалов, предпочтительных для PLD, в особенности «простые оксиды», к которым относятся оксиды, содержащие только один тип катиона. В этой области для того, чтобы PLD было успешным, эта технология должна конкурировать с электронно-лучевым осаждением и распылением, в особенности с высокочастотным магнетронным распылением. PLD достойно ответило на такие вызовы и продемонстрировало определенное преимущество. Выращивание пленок из простых оксидов посредством PLD процветает и завоевало твердые позиции в этой нише. Работой, получившей самый большой резонанс в этой области, стала серия по гетероэпитаксии окисных/полупроводниковых структур, выполненной Форком [44]. В частности эпитаксия диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия (YSZ) на Si [45] и эпитаксия MgO на GaAs [46], — это два материала, имеющие технологическую актуальность, которые являются важными примерами.

5.4.5.6. Нитриды

Главным вызовом, связанным с выращиванием нитридных пленок, является преодоление барьера производства высоких концентраций активного азота. PLD успешно доказало свои возможности в этой сфере. Первая успешная демонстрация в этой области — это выращивание TiN [47], за которым последовали AlN [19], BN [48] и выращивание GaN в высоком вакууме [49]. Главным соперником в этой области является MOCVD: эта технология очень активно использовалась для выращивания нитрида в последний год.

5.4.5.7. Органические материалы

Очевидно, что выращивание органических материалов должно предусматривать нетепловой процесс в целях избежать диссоциации. По этой причине логическим кандидатом является UV PLD (ультрафиолетовое импульсное лазерное осаждение). Механизм абляции органических полимеров значительно отличается от механизма абляции других материалов. Механизм является главным образом фотолитическим и предусматривает «растегивание» полимерных

пелей на мелкие единицы и реполимеризацию их на подложке [50]. Среди примеров осажденных материалов — полиэтилен, поликарбонат, полиимид, полиметилметакрилат (ПММА) [51], полифенилин сульфид [52], а также даже пленки из Си-фталопианина [53].

5.4.6. Будущие перспективы

Технология PLD сделала гигантские шаги за последние 10 лет и пережила метаморфозу, превратившись из малоизвестной и любопытной лабораторной инновации в мощную технологию осаждения тонких пленок, широко принимаемую техническими кругами. По этой теме появилось множество статей, книг, проведено множество семинаров и симпозиумов. С точки зрения выбора материалов эта технология пошла дальше своих ранних успехов в области пьезоэлектриков и расширила горизонты, охватив другие системы. Наличие коммерческих систем PLD — это еще один признак зрелости. Идя по параллельному пути, диагностика *in situ* быстро развивается, предоставляя существенные данные по контролю процесса. В то время как ультрафиолетовые эксимерные лазеры в прошлом считались слабым звеном данного процесса из-за отсутствия у них долгосрочной стабильности, в настоящее время они были оптимизированы до такой степени, что этот уровень сравним с другой аппаратурой осаждения тонкой пленки. Однако несмотря на весь этот прогресс, PLD по-прежнему остается инструментом исследования. Для выхода на рубежи магистральной технологии PLD необходимо рассмотреть и решить вопросы, касающиеся увеличения обработки на большой площади и улучшения морфологии. Необходимо также выделить ниши, в которых показатели работы этой технологии являются уникальными и превосходящими по сравнению с другими технологиями.

Литература

1. Jeffrey T. Cheung and Haluk Sankur, CRC Critical Review on Solid State Material Science, 15 (1988)63—109.
2. Pulsed Laser Deposition of Thin Films, edited by Douglas B. Chrisey and Graham K. Hubler (Wiley, New York, 1994).
3. A. F. Turner and H. M. Smith, Appl. Optics, 4 (1965) 147—148.
4. D. Dijkamp, T. Venkatesan, X. D. Wu, S. A. Shaheen, J. Jisrawi, Y. H. Min-Lee, W. L. McLean, and M. Croft, Appl. Phys. Lett., 51 (1987) 619—621.
5. V. S. Ban and D. A. Kramer, J. Material Science, 5 (1970) 978.
6. H. Schwartz and H. A. Tourtellotte, J. Vac. Sci. Technol., 6 (1969) 3763.
7. P. Meir-Komor, Nijcl. Instrum. Methods, 167 (1979) 73.
8. Yu.-A. Bykovskii, V. M. Boyakov, V. T. Galochkin, A. S. Mochanov, I. N. Nikolaev, and A. N. Orevskii, Sov. Phys. Tech. Phys., 23 (1978) 578.
9. B. Holzapfel, B. Roas, L. Schulz, P. Bauer, and G. Saemann-Ischenko, Appl. Phys. Lett., 61 (1992)3178.
10. R. J. Kennedy, Thin Solid Films, 214 (1992) 223.
11. Mamoru Iwabuchi, Kazuya Kinoshita, Hiroshige Ishibashi, and Takeshi Kobayashi, Jpn. J. Appl. Phys., 33 (1994) L610.
12. K. Maruyama, S. Endo, G. Sasaki, K. Kamata, J. Nishino, and K. Kuchitsu, J. Mat. Sci. Lett., 11 (1992) 1588.
13. H. S. Kwok et al., Appl. Phys. Lett., 59 (1991) 3643.

14. Seth Jashree, R. Padiyath, T. H. Rasmussen, and S. V. Babu, *Appl. Phys. Lett.*, 63 (1993) 473.
15. C. Niu, Y. Z. Lu, and C. M. Lieber, *Science*, 261 (1993) 334.
16. J. T. Cheung and J. Madden, *J. Vac. Sci. Technol.*, B5 (1987) 705.
17. T. Kawaii, Digest, IEEE/LEOS J 996 Summer Topical Meeting, Advanced Applications of Lasers in Materials Processing, (IEEE, Keystone, CO, 1996), pp. 3–4.
18. See David B. Geohegan, Diagnostics and characteristics of pulsed laser deposition laser plasma, in Reference 2, chap. 5.
19. G. M. Norton, P. G. Kotula, and C. B. Carter, *Appl. Phys. Lett.*, 70 (1991) 2871.
20. X. X. Xi, C. Doughty, A. Walkenhorst, et al., *Phys. Rev. Lett.*, 68 (1992) 1240.
21. R. Ramesh et al., *Appl. Phys. Lett.*, 57 (1990) 1505.
22. J. A. Greer, *J. Vac. Sci. Technol.*, A10 (1992) 1821.
23. Roger Kelly and J. Rotheberg, *Nucl. Inst. and Methods*, B7/8 (1985) 755.
24. J. F. Ready, *Appl. Phys. Lett.*, 3 (1963) 11.
25. J. T. Cheung, *Appl. Phys. Lett.*, 43 (1983) 255.
26. D. Lubben, S. A. Barnett, K. Suzuki, S. Gobatikin, and J. E. Greene, *J. Vac. Sci. Technol.*, B3 (1985) 968.
27. A. B. Beavitt, *Thin Solid Films*, 1 (1967) 69.
28. H. Dupendant, *Appl. Surf. Sci.*, 43 (1989) 369.
29. Kouichi Murakami, *Laser Ablation of Electronic Materials — Basic Mechanisms and Applications*, edited by E. Fogarassy and S. Lazare (Elsevier Science, 1992) pp. 125–140.
30. S. V. Gaponov, A. A. Gudkov, and A. A. Fraerman, *Sov. Phys. Tech. Phys.*, 11 (1982) 1130.
31. M. D. Strikovsky, E. B. Klyuenkov, S. V. Gapanov, J. Schubert, and C. A. Copetti, *Appl. Phys. Lett.*, 63 (1993) 1146.
32. J. T. Cheung (unpublished results).
33. H. Sankur, W. J. Gunning, J. DeNatale, and J. Flintoff, *Appl. Phys. Lett.*, 65 (1989) 2475.
34. R. R. Xiao, *Appl. Phys. Lett.*, 69 (1995) 1022.
35. Sarath Witanachchi and Pritish Mukherjee, in *Advanced Laser Processing of Materials — Fundamentals and Applications*, MRS Symposium Proceeding Vol. 397, edited by R. Singh, D. P. Norton, L. D. Laude, J. Narajan, and J. T. Cheung (Material Research Society, Pittsburgh, 1996).
36. V. M. Boyakov, V. M. Epikhin, B. A. Kalin, M. K. Makhatov, I. N. Nikolaev, and G. N. Shiskin, *Sov. J. Quantum Electron.*, 8 (1978) 902.
37. K. Hayashi, M. Hayakawa, W. Ishikawa, Y. Ochiai, H. Matsuda, Y. Iwasake, and K. Aso, *J. Appl. Phys.*, 61 (1987) 3514.
38. F. R. DeBoer, R. Boom, W. C. M. Mattens, A. R. Miedema, and A. D. Niessen, *Cohesion in Metals* (North-Holland, Amsterdam, 1988).
39. J. T. Cheung, G. Niizawa, J. Moyle, N. P. Ong, B. Paine, and T. Vreeland, Jr., *J. Vac. Sci. Technol.*, A4 (1986) 2086.
40. A. Aydinli, A. Compaan, G. Contreras-Puente, and A. Mason, *Solid State Comm.*, 80 (1992a) 465.
41. C. M. Rouleau, D. H. Lowndes, J. W. Macamy, J. D. Budai, D. B. Poker, D. B. Geohagen, A. A. Puretzky, and Shen Zhu, *Appl. Phys. Lett.*, 67 (1995) 2545.

42. For a review, see A. Rengan and J. Narajan, *Laser Ablation of Electronic Materials — Basic Mechanisms and Applications*, edited by E. Fogarassy and S. Lazare (Elsevier Science, Amsterdam 1992), pp. 363—376.
43. J. H. Hao, X. T. Zeng, and H. K. Wong, *J. Appl. Phys.*, 79 (1996) 1810.
44. David Fork, *Epitaxial oxides on semiconductors*, in Reference 2, chap. 6.
45. D. K. Fork, D. Fenner, G. A. N. Connell, J. M. Phillips, and T. H. Geballe, *Appl. Phys. Lett.*, 57 (1992) 1137.
46. W. Presseit et al., *Appl. Phys. Lett.*, 46 (1992) 1499.
47. J. Narajan, *Appl. Phys. Lett.*, 61 (1992) 1290.
48. G. L. Doll, J. A. Sell, C. A. Taylor II, and R. Clarke, *Phys. Rev.*, B43 (1991) 6816.
49. R. F. Xiao, H. B. Liao, N. Cue, X. W. Sun, and H. S. Kwok, *J. Appl. Phys.*, 80 (1996) 4226L.
50. R. Srinivisan, B. Braren, and K. G. Casey, *J. Appl. Phys.*, 68 (1990) 1842.
51. S. G. Hansen and T. E. Robitaille, *J. Appl. Phys.*, 84 (1988b) 2122 and *Appl. Phys. Lett.*, 52 (1988) 81.
52. S. Kale, M. Swaminathan, and S. B. Ogale, *Thin Solid Films*, 206 (1991) 161.
53. F. Kannari, N. Matsumoto, E. Ina, and T. Fujii, *Digest IEEE/LEOS 1996 Summer Topical Meetings {Advanced Applications of Lasers in Material Processing}* (IEEE, Keystone, CO, 1996), p. 63.

5.5. Усиленное плазмой химическое осаждение из паровой фазы

Фрэнк Янсен

BOC Coating Technology

5.5.1. Введение

В некоторых процессах осаждения тонкой пленки в качестве материалов-источников используются молекулярные газы и пары, а не твердые испарители или мишени распыления. Эти процессы обычно называются процессами химического осаждения из паровой фазы, что означает «химическая активация» исходных газов до осаждения. В усиленном плазмой химическом осаждении из паровой фазы (PECVD) химическая активация достигается посредством подачи электрического питания газу при пониженном давлении, как правило, между 0,01 и 10 мм рт. ст. При этих значениях давления приложение достаточно высокого напряжения создает видимое свечение, называемое плазмой тлеющего разряда. Плазма состоит приблизительно из равных концентраций ионов и электронов. Видимое свечение вызывается процессами рекомбинации заряда и релаксацией электронно возбужденных атомов и молекул. Электрическое питание подается газу посредством электронов плазмы. Энергичные электроны в плазме ионизируют газ, пусть даже в незначительной степени — приблизительно одна часть на миллион. Значительно большая доля газа, приблизительно 1%, активируется химически посредством электронов. Увеличение химической активности газа является результатом главным образом диссоциации молекул на более мелкие компоненты, называемые радикалами [1, 2]. Радикалы являются химически ненасыщенными и поэтому способными на химические

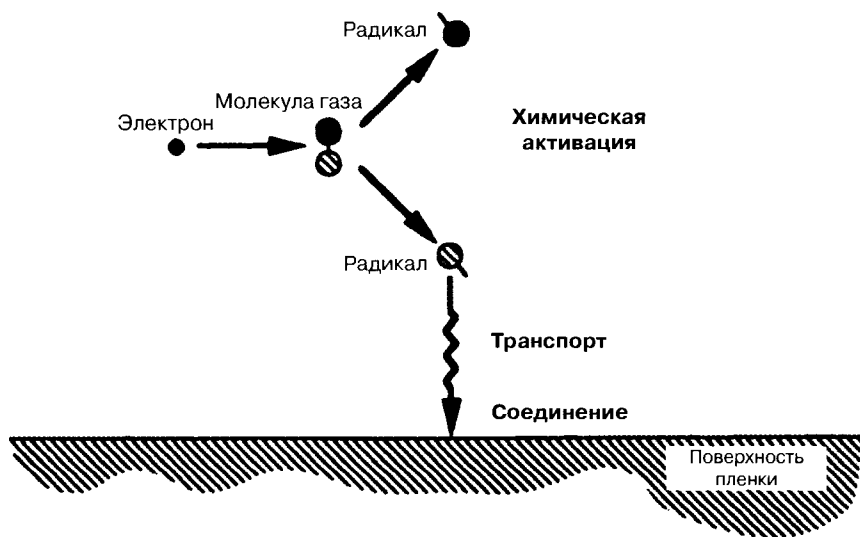


Рис. 1. Основные этапы процесса PECVD: *а* — химическая активация удара электронами, например молекулярная диссоциация; *б* — транспорт активированных компонентов до поверхности пленки, например, посредством диффузии; *в* — соединение с поверхностью

реакции при высоких скоростях; они являются компонентами, реагирующими на поверхности и способствующими образованию пленки.

Можно представить себе процесс PECVD как последовательность трех отдельных процессов: химической активации молекулы газа через диссоциацию посредством удара электрона, транспортировки радикального компонента на подложку и химической реакции на поверхности пленки (рис. 1). Мы рассмотрим каждый из этих процессов немного подробнее.

Относительно легкие электроны, присутствующие в плазме, легко ускоряются посредством электрического поля. Та же самая электрическая сила действует на ионы, но они значительно тяжелее и ускоряются медленнее. Электроны не теряют много энергии при большинстве столкновений с фоновым газом. В силу большой разницы в массе между электронами и молекулами газа электроны с низкой энергией сталкиваются эластично с молекулами газа, подобно шарикам, отскакивающим от бильярдного шара. Поэтому электрон плазмы может накапливать все большее количество энергии в электрическом поле. Как только электрон приобретет достаточное количество энергии, может произойти неупругое столкновение. Как пуля, выпущенная в бильярдный мяч, электронная пуля теряет энергию, и молекулярный бильярдный шар увеличивает свою энергию и часто диссоциирует. При таком неупругом столкновении электрон теряет несколько электронвольт (эВ) энергии, отдавая ее молекуле газа (рис. 2, *а*). Эта энергия может заставить молекулу газа вращаться и вибрировать; она также может электронно возбудить газ или заставить его диссоциировать или ионизироваться. Многие из этих неэластичных взаимодействий увеличивают «химическую активность» молекул газа на несколько порядков. Ансамбль электронов плазмы характеризуется распределением энергии электронов Максвелла [3] (рис. 2, *б*).

Средняя электронная температура типичного тлеющего разряда эквивалентна энергии в пределах от 1 до 3 эВ. Эта энергия должна быть сопоставлена с энергией, которая необходима

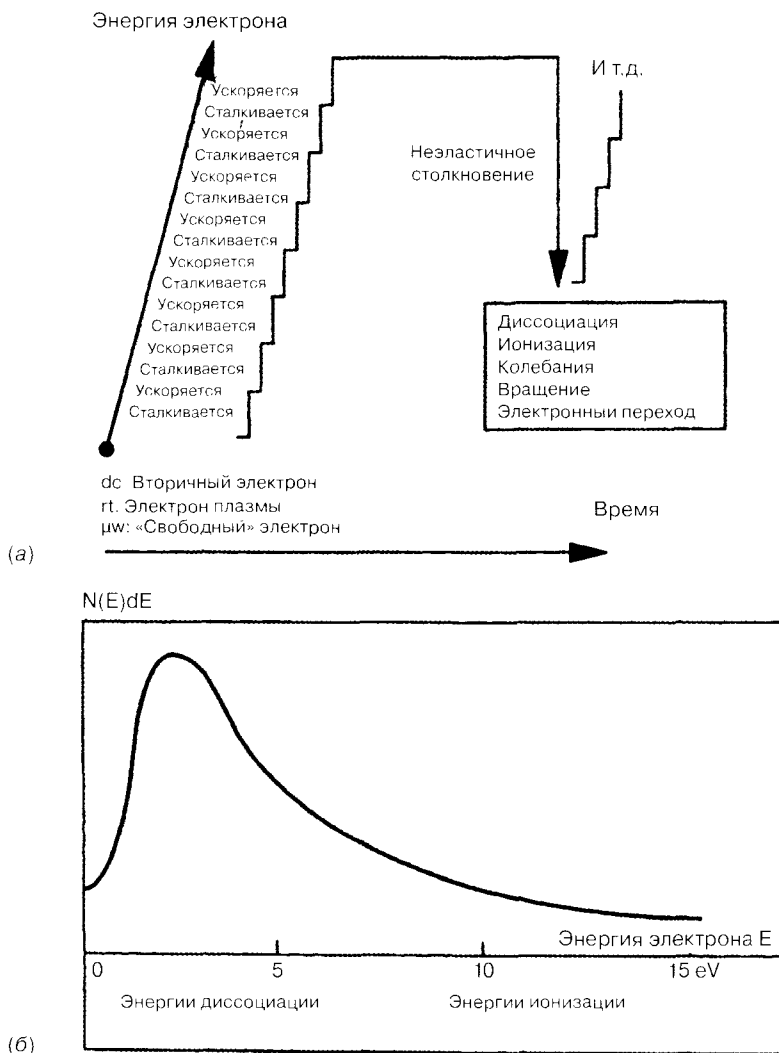


Рис. 2. Изменение энергии со временем для одиночного электрона, проходящего многочисленные упругие столкновения, а затем неупругое столкновение (а) и типичное распределение энергии электронов плазмы. $N(E)dE$ – это число электронов с энергией в пределах между E и $E + dE$ (б)

для диссоциации или ионизации газа, т. е. пределы энергии составляют приблизительно от 3 до 20 эВ. Поэтому только электроны в высокоэнергичном хвосте распределения химически активируют и ионизируют молекулярный газ. Требуется гораздо меньше электронной энергии для диссоциации молекулы и образования двух нейтральных фрагментов, что требуется для преодоления больших кулоновских сил для получения пары иона и электрона. Форма распределения энергии электрона показывает, что имеет место гораздо большее количество электронов плазмы с относительно низкими энергиями, при которых могут образовываться радикалы, чем существует электронов, способных ионизировать газ. В действительности в плазме PECVD плотность нейтральных радикалов значительно выше плотности ионов, но физически

правильный аргумент должен также принимать во внимание различные поперечные сечения (разрезы).

Плотность плазмы PECVD, полученная во время наблюдений, приблизительно составляет [4]:

10^{16} молекул/см³ в газе при 1 мм рт. ст.

10^{14} нейтральных радикалов/см³

10^{10} электронов и ионов/см³.

Из этих цифр можно видеть, что плазма тлеющего разряда является очень разреженным газом.

Скорости потока газа в наиболее практических системах PECVD являются настолько низкими, что нейтральные радикалы, образующиеся в плазме, проникают к поверхности пленки посредством диффузии. Градиент концентрации, возбуждающий процесс диффузии, поддерживается генерированием радикалов в плазме (10^{14} см⁻³) и их исчезновением у поверхности пленки (0 см⁻³). Градиент концентрации существует в пределах линейного размера, приблизительно соответствующего ширине темного пространства или оболочки. Для разумных расчетов коэффициентов диффузии можно считать, что скорости осаждения составляют, как правило, порядка 10 Å/сек. в соответствии с наблюдениями [5]. Гораздо более высокие скорости осаждения можно получить в направленных потоках конвективных систем. Эти системы требуют специальных впусков газа, схем потока и высоких скоростей откачки.

Как только радикал опускается на поверхность растущей пленки, он принимает участие в химической поверхностной реакции. PECVD походит на хорошо известный процесс плазменного травления и отличается главным образом исходом поверхностной реакции. В процессах травления в результате реакции получают летучие компоненты, покидающие поверхность. В случае PECVD реакция связывает по крайней мере часть радикала с поверхностью. Часто образуются и испаряются летучие продукты реакции, такие как H₂. Эти химические реакции происходят при необычных энергетических условиях: температура и бомбардировка ионами воздействуют на исход реакции. PECVD занимает уникальное место среди процессов осаждения тонкой пленки потому, что ионная бомбардировка во время осаждения пленки является неотъемлемой частью процесса. Ионная бомбардировка и температура подложки, контролируемые конструкцией оборудования и процесса, — это наиболее важные параметры, определяющие свойства пленки.

Химический состав пленок PECVD не совпадает с химической номенклатурой, в которую входит чистый кремний, простые окислы, нитриды, углерод или карбиды. Пленки всегда содержат фрагменты-предшественники лиганд-групп, обычно водород, углеводородные группы, фтор или хлор. Хотя это может быть предметом беспокойства с точки зрения химика-пуриста, ученые — специалисты по материаловедению пришли к выводу, что у этих твердых веществ имеются полезные свойства, часто удивительно близкие к свойствам их химически чистых и стехиометрических аналогов. Физики пришли к выводу, что включенная лиганд-группа, такая, в частности, как водород, может сыграть ключевую роль между интересным и технологичным материалом, таким как a-Si:H, и его электронно менее полезным аналогом a-Si. Инженер-технолог манипулирует температурой и ионной бомбардировкой для управления включением лиганд-групп и индивидуализации свойств пленки. Различные составы материалов соответствуют одному обозначению, например плазменного оксида или нитрида, в табл. 1 перечисляются наиболее важные материалы, осаждаемые посредством PECVD.

Таблица 1. Примеры материалов, осаждаемых PECVD

	Материал	Произведено из
Полупроводники	Аморфный [6] и поликристаллический кремний [7] Сплавы кремния-германия [8] α -кремний типа <i>p</i> и <i>n</i> [8] Алмазоподобный углерод [9,10] Алмаз [9, 10]	SiH_4 , Si_2H_6 , $\text{SiH}_4 + \text{GeH}_4$, GeF_4 $\text{SiH}_4 + \text{B}_2\text{H}_6$ или PH_3 Углеродородные газы C_2H_4 , H_2 , O_2
Диэлектрики	Нитрид плазмы [11] Оксид плазмы [11, 12] Сплавы кремния – углерода [13] Алмаз, α -углерод [9, 10] Нитрид бора [14, 15] Оксид титана [16] Оксид алюминия [17] Оксид тантала [18]	$\text{SiH}_4 + (\text{N}_2\text{H}_4, \text{N}_2)$ $\text{SiH}_4 + (\text{N}_2\text{O}, \text{O}_2)$ или Органосилан + окислитель $\text{SiH}_4 + \text{углерод}$ или Органосилан + углеводород Углеводород, H_2 $\text{B}_2\text{H}_6 + \text{N}_2\text{H}_4$, боранин Тетраэтилоксититанат + O_2 Ацетилацетонат алюминия + O_2 $\text{Ta}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3$
Проводники	Медь n -кремний [21]	Ацетилацетонат меди [19] β -инкетонаты меди [20] $\text{SiH}_4 + \text{PH}_3$

Первые коммерческие реакторы плазменного осаждения были разработаны в начале 1970-х гг. для осаждения пленок из нитрида кремния [22]. Пассивирующие слои нитрида кремния заменили технологию упаковки в банки из оксида кремния/металла, которая использовалась ранее для корпусов интегральных схем, и позволили использовать пластмассовую упаковку. Приблизительно в то же самое время было доказано, что гидрированный аморфный кремний с высоким удельным сопротивлением позволяет вводить примеси [23] аналогично кристаллическому кремнию. Разработка аморфного кремния как позволяющего вводить примеси полупроводникового материала стала основой технологий нескольких новых устройств [24], потому что теперь стало возможным осаждать электронные устройства с размерами больше кремневой пластины на низкотемпературные подложки («макроэлектроника»).

Сегодня эти первые виды применения технологии PECVD по-прежнему являются важными, но с учетом улучшенного качества диэлектрических пленок виды применения PECVD в микроэлектронике расширились далеко за пределы их первоначального использования в качестве пассивирующих слоев. Пленки PECVD в настоящее время также используются для планаризации поверхности [25] и введения диэлектриков между металлами [26—28]. Осаждение диэлектрика при низкой температуре является особенно важным для обработки GaAs [29] и InP [30]. Эти полупроводниковые соединения не образуют хороших изолирующих оксидов, и высокотемпературная обработка вызывает предпочтительное испарение элемента группы V, приводя к образованию дефектов. PECVD продолжает быть важной технологией осаждения для фотоэнергетики [31], ксерографических фотодатчиков [32] и устройств на основе тонкопленочных транзисторов [33]. И что самое важное, транзисторы на основе тонкой пленки из аморфного кремния являются преобладающим переключателем выбора нисселев в больших активных матричных дисплеях. Их относительно низкая подвижность электронов, равная



1 см²/(В·с) (по сравнению с мобильностью поликристаллического кремния, равной 30—150 см²/(В·с), в настоящее время не ограничивает работоспособности дисплея. Наоборот, высокая паразитная емкость, отсюда размер транзистора, требует уменьшения от нескольких м длины стробирующего импульса для достижения более коротких периодов времени переключения, для чего в свою очередь необходимы инновационные литографические методы.

Все больше и больше PECVD используется для неэлектронных видов применения. Поликристаллические алмазные пленки обеспечивают перспективу для разнообразных видов применения, включая теплоотводы, рентгеновские окна и покрытия инструмента. Осаждение алмаза требует обилия атомарного водорода, который может быть получен из диссоциации молекулярного водорода при микроволновых частотах или в плазменных струях. Еще одним неэлектронным видом применения PECVD является осаждение барьеров диффузии в виде тонкого оксида кремния для уменьшения скорости проницаемости кислорода и водяного пара через полимеры, используемые для упаковочных видов применения [34]. Более толстые слои оксида были разработаны в качестве устойчивых к царапинам покрытий на поликарбонатных или акриловых подложках [35]. Эта технология получила коммерческое применение в производстве линз для офтальмологии [36]. Используя преимущества соответствующих низкотемпературных характеристик процесса PECVD, для увеличения на порядок срока службы на инструмент для станков осаждались устойчивые к абразивам нитридные покрытия [37]. Используя простоту, с которой осаждаются многослойные пленки, PECVD применяется для изготовления складчатых фильтров [38]. Наличие новых металлоорганических веществ-предшественников [39] продолжает расширять применение PECVD, в особенности в сфере оптики, в частности для покрытия модификации отражения. Работоспособность полимера, используемого в клинической практике, может часто быть улучшена посредством покрытий PECVD, состав которых подобран для провоцирования конкретных клеточных реакций. Во многих биомедицинских видах применения требуется осаждение пленок на сложные формы, такие, в частности, как трубки [40] и трубопроводы [41]. Технология PECVD позволяет осуществлять равномерное осаждение на эти формы, которые часто невозможно или нецелесообразно покрывать посредством методов физического парового осаждения.

Эволюция PECVD во времени для разных видов применения, которые были рассмотрены, схематично представлена на рис. 3.

5.5.2. Оборудование и практические рекомендации

Стимулированная сильными коммерческими факторами, технология PECVD быстро развивалась в течение последних нескольких десятилетий. Из простых диодных реакторов, использовавшихся на заре этой технологии, родилось много специализированных систем. Системы периодического действия для обработки нескольких полупроводниковых пластин были заменены на многопозиционные инструменты одинарной полупроводниковой пластины для увеличения репродуктивности процесса и сокращения рисков процесса. Компактные инструменты имеют особое значение для производства полупроводников и дисплеев на базе чистого помещения. Также встроенные системы, исторически использовавшиеся для производства солнечных батарей и дисплеев, в настоящее время вытесняются многопозиционными инструментами, требующими меньших площадей. Установки для рулонного нанесения фотоэлектрических пленок или барьерных покрытий на пластмассовую ленту, а также реакторы перио-



Рис. 3. Хронология наиболее важных видов применения процесса PECVD

лического действия для напыления офтальмологических линз и пластиковых контейнеров — это дополнительные примеры систем PECVD, предназначенных для конкретного процесса.

Для любой системы могут варьироваться и должны контролироваться по крайней мере четыре параметра процесса: общее давление газа, поток газа, мощность источника питания и температура осаждения. Эти главные параметры процесса представляют собой огромный единый комплекс — пространство работы. Мы рассмотрим выбор режимов и условий работы в контексте двух проблем, часто встречающихся в случае процессов PECVD: образование порошка и возникновение напряжений.

Контролирование загрязнения частицами представляет собой особую проблему для PECVD в целом и для полупроводниковой обработки в частности. Газы в цилиндрах, открытие и закрытие газовых клапанов, перемещение механизмов транспортировки подложек в вакууме, вентилирование и продувка — все это вносит вклад в уровни частиц, которые в конечном итоге уменьшают отдачу процесса. Загрязнение от этих источников можно минимизировать посредством инженерных решений, таких, в частности, как фильтрация в точке использования, правильная подборка и обработка вакуумных материалов и процедуры технологического процесса. Технология и эксплуатационная практика продвинулись вперед до такой точки, в которой сам процесс стал лимитирующим барьером для сокращения содержания частиц [42]. Вызываемое процессом загрязнение частицами лимитирует производительность устройств по мере того, как устройства и изделия становятся меньше и меньше, а среда обработки под низким давлением внутри плазменного реактора заполняется все большим количеством частиц, чем чистое помещение, в котором находится система.

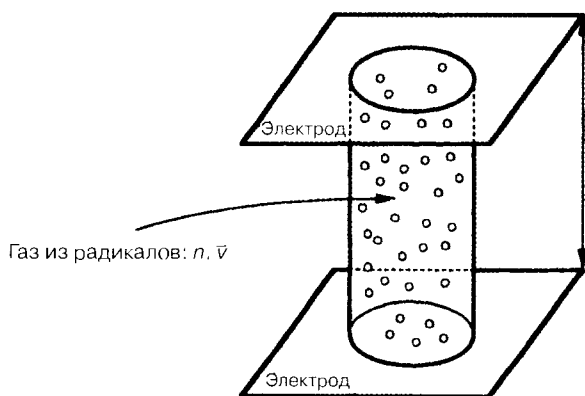
При типичных значениях давления процесса PECVD радикал, созданный в плазме, претерпевает множество столкновений, до достижения поверхности пленки, наиболее вероятно с

газом-источником, потому что эти молекулы являются наиболее многочисленными. Через несколько столкновений происходит окончание любой химической реакции между радикалом и газом-источником, весьма отличающейся от взаимодействия между радикалами, которые продолжают происходить [43]. Вероятность того, что один радикал столкнется с другим радикалом, является небольшой, но конечной, продукт реакции, вероятно, будет также реактивным. Если процесс повторится, молекула продолжает расти, становится макромолекулой, затем частицей. В процессах PECVD образование пленки на подложке всегда конкурирует с нежелательной тенденцией нейтральных радикалов реагировать друг с другом на газовой фазе: можно контролировать только степень, в которой происходит этот нежелательный процесс. Выбрав соответствующим образом параметры процесса, такие, в частности, как электропитание, давление и резидентное время, можно контролировать степень реакций газовой фазы. Эти реакции газовой фазы свойственны процессу PECVD и определяют в значительной степени свойства пленки.

Относительные вероятности различных процессов можно весьма легко рассчитать (рис. 4). Для плотности радикалов n и поток воздействия на электроды, как известно из кинетической теории газа, равняется $\frac{1}{4} n \bar{v}$, где \bar{v} — это молекулярная средняя скорость. Частота столкновений радикалов равняется $\sqrt{2} n \sigma \bar{v}$, где σ — это диаметр молекулы. Для межэлектродного расстояния d число столкновений радикалов в объеме между электродами, на единицу площади электрода и за единицу времени, равняется $\sqrt{2} n^2 \bar{v} \sigma d$. Соотношение между скоростью реакции газовой фазы и скоростью конденсации, следовательно, равняется $4\sqrt{2} n \bar{v} \sigma d$. Для плотности радикалов 10^{14} см^{-3} молекулярного диаметра $2 \cdot 10^{-8} \text{ см}$ и межэлектродного расстояния 3 см скорость реакции газовой фазы приблизительно равна скорости конденсации радикалов. При таких типичных условиях некоторые радикалы будут претерпевать многочисленные реакции в газовой фазе и образовывать относительно крупные частицы, наблюдаемые в виде порошка.

Низкая мощность и давление процесса уменьшают плотность радикального газа, а короткое расстояние между электродами уменьшает расстояние, которое должен преодолеть радикал до того, как прикрепится к поверхности пленки. Многочисленные столкновения можно минимизировать за счет соответствующего выбора этих параметров, но образование порошка имеет конечную статистическую вероятность, которая не может быть исключена. Частицы можно непосредственно наблюдать посредством методов рассеивания света [44]. С помощью этого метода удалось узнать очень многое об образовании и поведении радикалов. В плазме

Рис. 4. Цилиндрический объем газа из радикалов с плотностью n , которые со средней молекулярной скоростью \bar{v} перемещаются между двумя электродами на расстоянии d . Площадь электрода, пересекаемая цилиндрическим объемом газа, равна A



макрочастицы принимают отрицательный заряд и взаимодействуют с электрическими полями в зоне разряда. При определенных условиях частицы накапливаются на крае темного пространства и падают на поверхности полупроводниковых пластин, когда отключается мощность разряда. Схемы потока газа и ориентация подложки должны быть соответствующим образом разработаны с целью минимизации этой проблемы [45].

Свойства пленки в значительной мере определяются степенью ионной бомбардировки во время выращивания [46]. Процесс PECVD уникален тем, что желаемый поток ионной бомбардировки легко закладывается в процесс при его инженерной разработке, не требуя вспомогательных устройств, таких, в частности, как ионные прожекторы или дополнительные электроды. Амплитуда приложенного напряжения определяет максимальную энергию бомбардировки, и ток разрядки — это мера для потока ионов. Как частота приложенной мощности [47], так и давление газа [48] влияют на энергию иона и поток ионов предсказуемым образом. Ионная бомбардировка во время осаждения при низких температурах дает свойства пленки, аналогичные материалу при высокой температуре, осаждаемому без бомбардировки. Однако ионная бомбардировка вызывает сжимающее напряжение в пленке — смотрите рис. 5, б — потому что пленка хочет занять больше пространства, чем позволяет подложка. Когда для толстых пленок сжимающая сила (произведение напряжения на толщину пленки) превышает усилия адгезии на стыке с жесткой подложкой, прекращение действия адгезии катастрофически снижает напряжение. Без ионной бомбардировки многие аморфные пленки демонстрируют растягивающее напряжение. Растягивающие напряжения (рис. 5, а) часто ведут к образованию натянутых поверхностных связей, образуемых во время выращивания пленки. Гидридные пленки часто демонстрируют растягивающее напряжение после того, как они были нагреты выше их температуры осаждения. Напряжение вызывается эволюцией водорода, приводя к денсификации пленки и часто к ее растрескиванию. Задолго до того, как это случится, излишне высокие напряжения ($>> 10^9$ дин/см²) могут привести ко многим проблемам в устройствах и компонентах с тонкой пленкой: деформации подложки, растрескиванию, образованию пустот, усилению миграции электронов и пьезоэлектрическим эффектам. Понимание отношения этих напряжений к параметрам процесса — это ключ к успешному применению технологии PECVD.

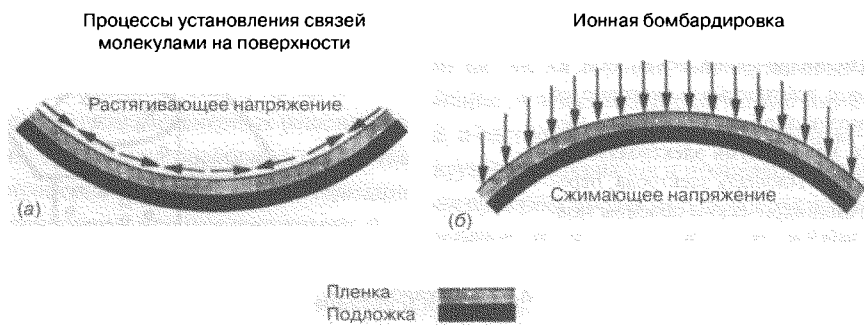


Рис. 5. Процессы установления связей на поверхности во время выращивания пленки, отжиг и высвобождение водорода после образования пленки вызывают растягивающие напряжения (а); ионная бомбардировка уменьшает растягивающее напряжение и может вызывать сжимающие напряжения (б)

Симметричные реакторы имеют одинаковую ионную бомбардировку на обоих электродах, следовательно, материал, собранный с обоих электродов, тот же самый. Большинство плазменных реакторов специально конструируются асимметричными для максимизации или минимизации степени ионной бомбардировки. Однако приблизительно половина материала, осажденного в этих анизотропных условиях обработки, теряется. Конструкция асимметричного реактора часто имеет большой заземленный электрод и емкостно соединенный запитанный электрод. В этой конфигурации заземленный электрод подliegt минимальной ионной бомбардировке, а малый запитанный электрод получает высокую ионную бомбардировку.

Плотные и твердые материалы осаждаются в условиях высокого потока бомбардировки и энергии. Эти условия можно найти на катоде систем постоянного тока и на запитанном электроде емкостно соединенной ВЧ-системы. Ионная бомбардировка может быть модифицирована за счет уменьшения мощности разряда, подаваемой на процесс, увеличения частоты или давления процесса.

При низких частотах ион может пересекать темное пространство в течение половины периода. Теперь давление — это главный параметр для модификации ионной энергии, и давление в конечном итоге определяет, будет ли пленка осаждаться или распыляться в сторону. Максимальная энергия бомбардировки — это амплитуда напряжения. С увеличением давления средняя энергия ионной бомбардировки уменьшается в силу межмолекулярных столкновений; однако поток ионной бомбардировки увеличивается. Если частота выше соответствующего времени, которое требуется иону для пересечения оболочки, энергия ионной бомбардировки также уменьшается [49]. Причиной этого является то, что в течение доли цикла ионы ускоряются посредством относительно низкого плазменного потенциала, а не потенциалом катода. Независимый контроль над потоком и энергией обеспечивается в системах осаждения смешанной частоты. В этих системах плотность плазмы (ионный поток) главным образом определяется компонентом высокой частоты, и бомбардировка (ионная энергия) определяется сдвигом низкой частоты [50].

Многие виды применения устройств требуют минимальной бомбардировки во время выращивания пленки. Межповерхностный захват заряда и состояния электронного дефекта в массе часто связаны с дефектами связей из-за ионного повреждения. Низкая мощность, высокое давление и высокие частоты — это условия процесса, ограничивающие поток энергии к подложкам, прикрепленным к большому заземленному электроду емкостно соединенной системы. Энергия бомбардировки на заземленный электрод — это средний потенциал плазмы, обычно низкий для этой конфигурации системы [51]. Если вставить электрод с сеткой для создания бесполовой области (триодная система), то можно дополнительно уменьшить энергию бомбардировки, если потенциалы плазмы неприемлемо высоки.

Пока что мы исходили из того, что подложки прикреплены к одному из электродов или погружены в плазму и плавают в электрическом поле. И в том и в другом случае поверхность пленки подвержена действию энергичной плазмы. Ионная бомбардировка, ультрафиолетовый свет и метастабильные атомы способны индуцировать структурные изменения, приводящие к денсификации (уплотнению) пленки, а также к дефектам установления связей. Центры дефектов выступают в качестве электронных ловушек, ухудшая транспортировку заряда, фотопроводимость и межповерхностные плотности заряда. Аналогично травлению с содействием плазмы ионная бомбардировка во время осаждения воздействует на конформность пленки вокруг ступеней и в каналах [52]. При высоких уровнях ионной энергии повторное распыле-

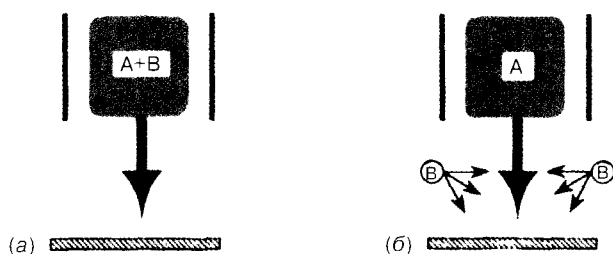


Рис. 6. Удаленное осаждение — подложка удалена от плазмы (а). Удаленная реакция — газ В химически активируется газом А в области, удаленной от плазмы

ние менее плотного материала позволяет избежать «буханки хлеба» сверху каналов. В зависимости от вида применения анизотропия может быть, а может не быть желательной. Было разработано несколько методов осаждения плазмой, обеспечивающих определенное управление процессом. Эти методы показаны схематично на рис. 6.

Простейшее изменение заключается в том, чтобы убрать подложку из энергичной плазмы (рис. 6, а). Кроме того, можно изменить то, как активируются газы-предшественники перемещением выпуска конденсируемого газа из зоны плазмы (рис. 6, б). Оба эти метода называются в литературе [53] «удаленными». Здесь мы различаем удаленное осаждение (см. рис. 6, а) и удаленную реакцию (рис. 6, б). После того, как зона осаждения будет убрана в сторону от плазмы, оба метода позволяют управлять энергетическими процессами во время выращивания пленки и могут предоставить определенную степень управления над преобладающими компонентами, отвечающими за образование пленки. Подробности того, как обеспечивается эта выборочность, отличаются для удаленного осаждения и удаленной реакции. И в том и в другом случае ценой, которую приходится платить за управление, является уменьшение скорости осаждения.

В процессе удаленного осаждения (см. рис. 6, а) путь от плазмы до подложки проходят только самые долговечные конденсируемые радикалы. Реакторы последующего свечения и магистральные реакторы в конце линии — это примеры удаленного осаждения. Химическая специфичность в схемах удаленной реакции (см. рис. 6, б) достигается двухэтапной схемой активации газа. Газы, не образующие конденсируемых радикалов, такие, в частности, как He, Ar, O₂, N₂, N₂O, H₂, NH₃, активируются в зоне интенсивной плазмы. Для активации первого газа в качестве источников плазмы использовались индуктивно соединенные плазмы, источники в виде спирального резонатора, источники спиральных волн, полые катоды, микроволновые плазмы и методы ECR (электронный циклотронный резонанс). Молекулярные газы вибрационно возбуждаются или диссоциируют, в случае чего возбужденные молекулы или нейтральные радикалы потоком движутся вниз по течению. Есть вероятность электронного возбуждения атомарных газов, в случае если долговечные метастабильные компоненты несут энергию реакции. Опять-таки самый долговечный радикал будет преобладать в точке по ходу потока, где имеется вспомогательный выпуск для газа. В этой точке конкретный некоденсируемый радикал реагирует с конденсируемыми веществами-предшественниками, такими, в частности, как SiH₄, Si₂H₆, GeH₄, углеводороды, фтороуглероды и органосиланы, предположительно прогнозируемым образом для образования радикалов, из которых создается пленка. Таким образом, измерения для контроля процесса, который в своем одноэтапном варианте содержит много различных радикалов, были очень затруднительными. Схемы дистанционных реакций, как было доказано, приводят к получению уникальных и необычных химических составов пленки. Кремниевые диэлектрики с очень низкими концентрациями водорода и высо-



ким электронным качеством [54] осаждались при умеренных температурах подложки, хотя и при нецелесообразно низких скоростях осаждения. Недостаток, касающийся скорости, можно преодолеть в системах, возбуждаемых микроволнами, но затем пленки содержат водород. Реакторы ECR — это наиболее практический пример процесса удаленной реакции, так как ионная бомбардировка обеспечивает пленки с низкой концентрацией водорода при практических скоростях.

С момента своего внедрения [55] в начале 1980-х гг. источники ECR становятся все более популярными для PECVD, в особенности для осаждения высококачественных и конформных изоляторов. ECR обеспечивает осаждение диэлектрических пленок при комнатной температуре со свойствами, аналогичными пленкам CVD (химическое паровое осаждение), осаждаемым при значительно более высоких температурах. Эти низкие температуры осаждения обеспечиваются высоким потоком, ионным потоком низкой энергии, который возникает в источнике ECR. В тех случаях, когда плотности тока для плазмы глеющего разряда, как правило, составляют 1 мА/см^2 и имеют уровни энергии, равные нескольким сотням электронвольт, ионный поток от источника ECR по крайней мере на порядок выше имеет уровни ионной энергии в пределах от 20 до 50 эВ [56]. Ионный поток и энергия определяются микроволновой мощностью и градиентом магнитного поля. Соотношение ионов и нейтральных частиц гораздо выше для осаждения ECR, чем для других методов PECVD. Другим важным аспектом ECR PECVD является то, что этот метод осаждения по необходимости является удаленным процессом реакции. Для того чтобы сохранять диэлектрическое окно чистым от осадений, неосаждаемые газы вводятся через резонансную зону. Активированный газ реагирует с конденсируемыми газами в области вниз по движению потока. Как говорилось ранее, удаленная реакция может благоприятно сказываться на химии осаждения и создавать пленки с низкой концентрацией водорода. В системах ECR удаленное осаждение и ионная бомбардировка совместными усилиями создают диэлектрики PECVD при комнатной температуре со свойствами, аналогичными материалу CVD, осажденному при температуре 800°C .

ECR используется для низкотемпературного осаждения высококачественных диэлектрических пленок для микро- и оптоэлектронных устройств [57]. Диэлектрические слои между металлами и планарные слои требуют отличного соответствия. Конформные пленки требуемого качества могут осаждаться путем комбинирования ECR с одновременным травлением посредством распыления [58, 59].

5.5.3. Промышленное применение

Преобразование PECVD из рабочего лабораторного процесса в производственный процесс обычно называется «расширение масштаба процесса». Расширение масштаба предполагает либо увеличение размера подложек, либо производительности процесса. Оба вида расширения масштаба требуют увеличения размера реактора. Поскольку большие производственные реакторы являются дорогостоящими, расширение масштаба следует предпринимать, только если имеет место высокая вероятность успеха. В данном разделе мы сосредоточим внимание на трудностях, с которыми приходится сталкиваться при производственном применении процессов PECVD. Вместо того чтобы обсуждать детали конкретных видов применения, мы подчеркнем аспекты, общие для расширения масштаба большинства процессов PECVD.

Плазменные процессы непросто довести до уровня производственных процессов, потому что необходимо увеличивать объем плазмы. Если все габаритные размеры, плотность мощно-

сти и скорости потока маленького плазменного реактора увеличить в равное количество раз, то исход процесса осаждения будет разным. Поэтому путь расширения масштаба, связанный с низким риском, — это «модульный» тип расширения масштаба, где одна плазменная среда (плазменный модуль) разрабатывается полностью до соответствующего размера. Затем достигается необходимая производительность процесса путем дублирования модуля, установки модулей в последовательном или параллельном соединении. Примерами являются барабанные реакторы с перекрестным потоком [60] и производственные линии для нанесения покрытия [61], показанные на рис. 7.

Модульное расширение масштаба процесса минимизирует риск выполнения требований к пропускной способности, но основные трудности, связанные с расширением масштаба процесса PECVD до модульного уровня, остаются. Мы кратко рассмотрим, как основные пара-

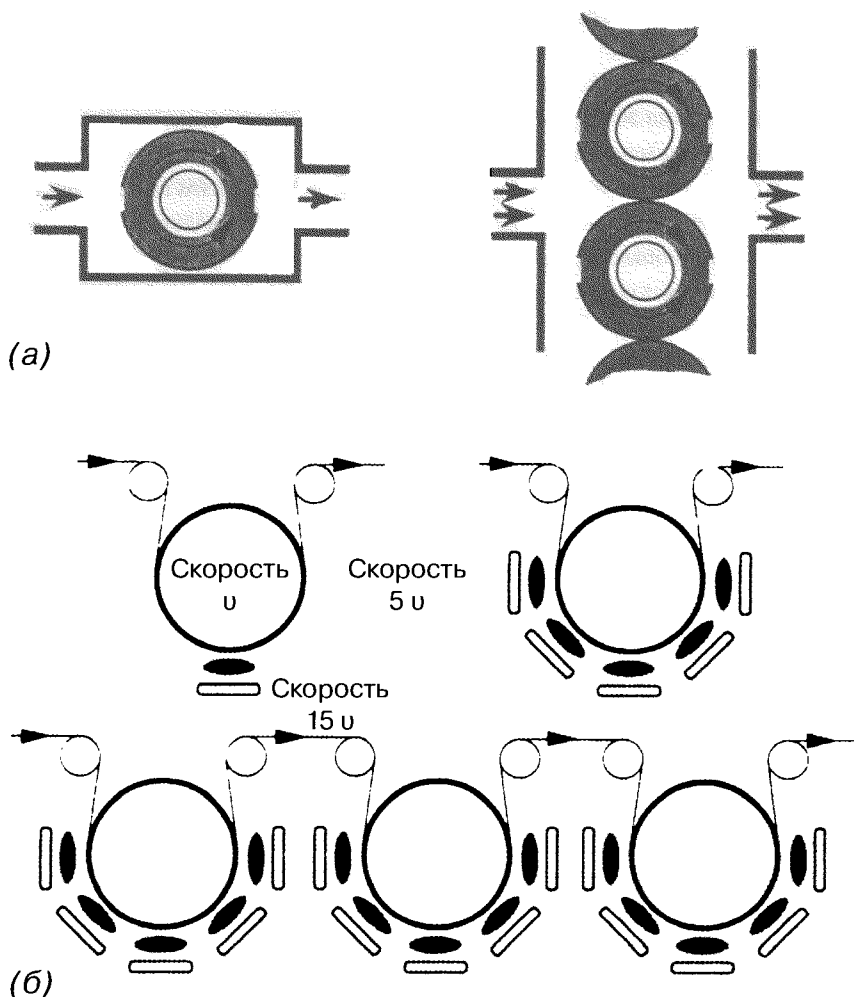


Рис. 7. Примеры модульных производственных реакторов: *а* — барабанный реактор с впуском и выпуском газа (параллельные модули); *б* — поточная линия по нанесению рулонных покрытий (последовательная установка модулей)

метры процесса, т. е. мощность, скорость потока, давление и температура, изменяются в зависимости от размера.

Электрическая мощность увеличивается почти линейно с увеличением размера электрода для частот < 1 МГц или объема плазмы для высоких частот. Но задолго до того, как длина волны свободного пространства приблизится к размерам подложки, высокочастотные процессы создают определенные трудности в связи с расширением масштаба. При 13,56 МГц трудно добиваться однородности, когда размеры электрода становятся > 1 м. Эта проблема может быть решена за счет уменьшения частоты < 1 МГц или использования нескольких меньших по размеру синхронизированных электродов. Давление и температура подложки обычно остаются без изменений при расширении масштаба, и самый большой вызов, связанный с расширением масштаба процесса PECVD, заключается в соответствующей инженерной проработке схемы потока газа. Необходимо правильно спроектировать впускные системы газа для того, чтобы добиться необходимой однородности, максимизируя скорости осаждения и утилизацию газа с одновременной минимизацией образования частиц. В зависимости от вида применения, эффекты полого электрода могут с учетом их преимуществ быть включены в конструкцию распределенной газовой системы [62], но при условии разработки соответствующей конструкции могут быть также исключены из нее. В качестве первого правила, следует иметь в виду, что скорости потока должны быть значительно больше скоростей десорбции и натекания в систему. Комбинированная скорость десорбции и натекания может быть рассчитана из измерения скорости повышения давления. Скорости потока можно далее увеличивать в зависимости от масштаба процесса, требуя, чтобы система не работала в режиме истощенного газа; т. е. чтобы увеличение общего потока не сказывалось пропорционально на скорости осаждения. Если не требуется произвести градуированные пленки, среднее резидентное время газа ((давление процесса \times объем системы)/скорость газового потока) должно быть значительно меньше общего времени осаждения. Более того, в эффективном с точки зрения материалов процессе продолжительность молекулярной диффузии в течение резидентного времени должна быть гораздо больше межэлектродного расстояния.

Гидродинамическая (связанная с потоком газа) часть процесса поддается математическому моделированию. Такие модели были разработаны для различных конфигураций реакторов [63]. Некоторые аспекты этих моделей были экспериментально проверены для конфигураций реакторов с перекрестным потоком [5] и продольных цилиндрических реакторов. На практике скорости потока регулируются для обеспечения однородности толщины пленки и свойств материалов пленки на всей площади подложки. Неоднородности толщины пленки в направлении потока, как правило, являются результатом истощения газов-предшественников. Неоднородность пленки от истощения газа можно преодолеть путем увеличения скорости потока. При высоких скоростях потока состав выпускаемого газа будет приближаться к составу впускаемого газа. Этот подход к решению проблемы неоднородности, очевидно, сокращает эффективность процесса, определяемого как соотношение веса пленки и веса конденсируемого газа, используемого для осаждения пленки. На практике зачастую бывает более экономично увеличить эффективность процесса за счет перемещения подложек относительно плазмы для компенсации эффектов истощения газа. Импульсные плазмы [40] обеспечивают еще один путь решения сложных проблем, связанных с потоком, за счет перераспределения газа в течение цикла выключения; свежий газ заменяет частично истощенный газ. В конце цикла выключения состав газа пространственно однороден вдоль подложки. Когда цикл включения

является достаточно коротким, чтобы газ значительно не истощался в направлении потока, обеспечивается однородность толщины пленки, хотя и за счет эффективности стоимости материалов.

На практике расширение масштаба процесса представляет собой более сложное мероприятие, а не выполнение нескольких относительно сложных регулировок основных переменных процесса. Изменение геометрии реактора потенциально влияет на основные параметры процесса. Например, потенциал плазмы зависит от геометрии электрода и деталей соединения мощности [51]. Потенциалы плазмы через посредство ионной бомбардировки пленки и стенок установки нанесения покрытия оказывают глубокое воздействие на свойства пленки [64]. Схемы электрического поля, в особенности на краях подложек и электродов, являются неоднородными и вызывают эффект, известный как «рамка картины». Температура стенок расширенных в масштабе реакторов, как правило, отличается от меньших прототипов. Эффекты сохранения газа или эффекты «памяти», вероятно, будут отличаться, в особенности если стенки реактора покрыты толстыми слоями осадений.

Простоте, с которой плазменные реакторы могут быть очищены, необходимо уделять серьезное внимание на этапе проектирования производственных систем. Осаждения, скапливающиеся в районе зоны осаждения, должны удаляться регулярно во избежание отслоений и излишнего газовыделения. Отслоение увеличивается с ростом толщины отложения и в результате температурных циклов. Проблема косметического повреждения пленки является особенно актуальной для видов применения, в которых требуются толстые пленки, а также для непрерывных процессов, производящих толстые пленки, как в установках нанесения покрытий валиком. Специальные конструкции, в частности стенки, покрытые сеткой, минимизируют отслоения. Если подложка расположена между вертикальными электродами, большая часть частиц, генерируемая в течение процесса, будет осаждаться на дне реактора, а не на подложках.

Когда сложность конструкции реакторов не позволяет легко производить смену электродов, нарост пленки можно удалять плазменным травлением. Фторированные газы, в частности CF_4 и NF_3 , широко используются для очистки камеры *in situ* от осадений кремния, его оксида и нитрида. Однако эти газы обладают продолжительным временем сохранения, и их использование может вполне потребовать несколько «очисток», прежде чем реактор восстановится в свое контролируемое состояние. Необходимый уровень чистоты системы, как, например, при измерении скорости повышения давления, зависит от вида применения и характера загрязняющего вещества. Вещества для введения примесей, принадлежащие к Группам 3 и 5, оказывают воздействие на электрическое поведение кремния на уровне частей на миллион [65], в то время как азот, кислород и углеводороды оказывают значительно меньшее действие при сравнимых концентрациях. Неэлектронные виды применения, как правило, не так чувствительны к примесям, как электронные устройства.

Химическая память является результатом продолжительного газовыделения внутренней части установки для нанесения покрытий, которое часто усугубляется наростом осадений. Этот перенос небольших количеств газов из предыдущих циклов приводит к перекрестному загрязнению. Это явление потенциально ограничивает показатели работы многослойных устройств, в частности транзисторов с тонкой пленкой, фотоэлектрических структур и сверхрешеток. Некоторые газы хуже других. Диборан, фторированные и хлорированные газы и, как правило, большинство жидкостей с высоким давлением пара, в частности аммиак и металло-

органики, ведут себя особенно плохо. Кроме технологических мероприятий, в частности таких, как циклы подметания, проблему можно минимизировать путем использования многокамерных реакторов и газовых линий, специально выделенных для одного газа.

Но даже многокамерные реакторы, где изолированные секции специально выделяются для осаждения одного материала, имеют свои ограничения. На стыке между двумя пленками состав материала определяется переходными эффектами пуска, являющимися результатом реагирования системы на изменения давления в силу разложения плазмы, газовыделения, вызванного плазмой и увеличений температуры. При стабилизации потоков газа может пройти 10 секунд или более, прежде чем процесс достигнет нового стационарного состояния после первого включения разряда [66]. Материал, осажденный за это время, вероятно, будет отличаться от основной массы материала. Переходные эффекты пуска особенно лимитируют работу устройств с межстыковой чувствительностью, в частности таких, как фотодатчики и транзисторы с тонкой пленкой [67, 12].

5.5.4. Заключение

Основное преимущество PECVD заключается в том, что полупроводниковые и диэлектрические пленки могут осаждаться при относительно низких температурах. Ионная бомбардировка может заменяться регулированием температуры осаждения для достижения требуемой плотности пленки. Осаждение при низкой температуре является важным для нескольких различных технологий. Продолжающееся уменьшение размеров микроэлектронных устройств — это то же, что и уменьшение допуска высоких температур обработки. На другом конце спектра устройств PECVD позволяет производить электронные устройства на очень больших площадях, часто на низкотемпературных подложках. PECVD на пластмассах быстро развивается в качестве важной технологии усиления барьерных свойств или устойчивости к царапинам пластмассовых подложек. Значительные шаги вперед были сделаны в сфере улучшения совместимости полимеров с пленками, осажденными посредством методов PECVD.

Эффективность процесса и требования к оборудованию будут и дальше диктоваться потребностями технологий обработки одиарных полупроводниковых пластин для производства интегрированных схем высокой плотности. Инженеры-технологи научились справляться с внутренне свойственными слабостями и недостатками процесса. В частности образование частиц можно свести до минимума, соответствующим образом подобрав параметры технологического процесса, геометрию и материалы реактора. Стало хорошо понятно, как управлять и манипулировать напряжениями пленки. Технология нескольких частот стала играть важную роль в отсоединении процесса химической активации от ионной бомбардировки, позволяя расширить окна процесса, сохраняя жесткий контроль над напряжениями.

При увеличении коммерческой доступности новых органометаллических веществ-предшественников с высоким давлением пара по приемлемым ценам виды применения PECVD продолжают расширяться. Органосиланы все больше и больше используются в качестве недорогого и безопасного источника кремния вместо силана. Оптические многослойные устройства стали возможными благодаря коммерческой доступности органических соединений на основе алюминия, титана и олова. Фторированные соединения всех видов продолжают восхищать ученых-материаловедов, в особенности для модификации поверхностных свойств. Новые виды применения, включая осаждение алмаза, диффузионные барьеры, оптические фильтры, устойчивые к абразивам покрытия на полимерах, порошковые покрытия,

волоконные покрытия и биоматериалы выдвинули технологию PECVD далеко за пределы ранних электронных видов применения этой технологии.

Крупные пробелы продолжают существовать в нашем детальном понимании процесса осаждения, а также в том, каким образом процесс оказывает действие на свойства материалов и устройств. Руководимые в большей степени интуицией, нежели пониманием, конструкторы новых реакторов иногда умело используют наши ограниченные знания, часто опираясь на опыт в различных сферах технологии тлеющего разряда, в частности на опыт в области плазменного травления. Реакторы последующего свечения, разрядные установки с полыми электродами, резонаторы спиральных волн, ECR и другие микроволновые разрядные установки широко использовались в плазменном травлении, но их применение в плазменном осаждении связано с относительно недавним временем. Схемы осаждения последующего свечения в настоящее время обеспечивают дополнительный контроль над химией плазмы и ее понимание. Поскольку спрос на высокоплотную электронику большой площади и высокоэффективные пластмассы продолжает расти, уникальные преимущества PECVD как технологии низкотемпературного осаждения гарантируют возрастание ее роли как технологии производства тонкой пленки. Промышленный спрос на новые стратегии обработки будет стимулировать фундаментальные исследования в университетах и совершенствовать наше понимание критических процессов в области, где созрели возможности технологических и коммерческих инноваций.

Литература

1. L. G. Glockler and S. C. Lind, *The Electrochemistry of Gases and Other Dielectrics* (Wiley, New York, 1939).
2. F. Kaufman, in *Chemical Reactions in Electrical Discharges*, Vol. 80, edited by R. F. Gould (American Chemical Society, Washington, DC, 1969), p. 29.
3. A. T. Bell, in *Techniques and Applications of Plasma Chemistry*, edited by J. R. Hollahan and A. T. Bell (Wiley, New York, 1974), pp. 1—56.
4. F. Jansen, in *Plasma Deposited Thin Films*, edited by J. Mort and F. Jansen (CRC Press, Boca Raton, FL, 1986), chap. 1.
5. I. Chen and F. Jansen, *J. Non-Cryst. Solids*, 59, 60 (1983) 695.
6. W. Luft and Y. S. Tsuo, *Hydrogenated Amorphous Silicon Alloy Deposition Processes* (Marcel Dekker, New York, 1993).
7. D. Pribat et al., *Rev. Tech. Thomson-CSF*, 26 (1994) 73.
8. *Properties of Amorphous Silicon*, 2nd ed. (INSPEC, The Institution of Electrical Engineers, London, 1989).
9. A. Lettington and J. W. Steeds, *Thin Film Diamond* (Chapman and Hall, London, 1994).
10. K. E. Spear and L. Dismukes, *Synthetic Diamond: Emerging CVD Science and Technology* (Wiley, New York, 1994).
11. Third symposium on silicon nitride and silicon oxide thin films, *Electrochem. Soc. Proceedings*, 94—16(1994).
12. S. V. Nguyen, D. Dobuzinsky, D. Dopp, R. Gleason, M. Gibson, and S. Fridmann, *Thin Solid F.* 7:»5, 193/194(1990)595.
13. P. K. Shufflebotham, H. C. Card, and A. Thanaklakis, / *Non-Cryst. Solids*, 92 (1987) 183.

14. M. Kuhr, S. Reinke, and W. Kulisch, *Diamond and Related Materials*, 4 (1995) 375.
15. S. V. Nguyen, T. Nguyen, H. Treichel, and O. Spindler, *J. Electrochem. Soc.*, 141 (1994) 1633.
16. H. J. Frenek, W. Kulisch, M. Kuhr, and R. Kassing, *Thin Solid Films*, 201 (1991) 327.
17. Y. Zhao and H. Suhr, *Appl. Phys.*, A55 (1992) 176.
18. S. O. Kim, J. S. Byun, and H. J. Kim, *Thin Solid Films*, 206 (1991) 102.
19. A. Hamerich, L. Lottermoser, and J. Muller, *Smf. Coat. Technol.*, 59 (1993) 212.
20. E. T. Eisenbraun, B. Zheng, C. R. Dundon, and R. J. Ding, *Appl. Phys. Lett.*, 60 (1992) 3126.
21. R. A. Street, M. J. Thompson, and N. M. Johnson, *Phil. Mag.*, B51 (1985) 1.
22. R. S. Rosier, *Solid State Technology*, (June 1991) 67.
23. W. E. Spear and R. G. LeComber, *Solid State Commun.*, 17 (1975) 1193.
24. D. E. Carlson and C. R. Wronski, *Appl. Phys. Lett.*, 28 (1976) 671.
25. P. H. Singer, *Semiconductor International*, (March 1992) 44.
26. A. Nagy and J. Helbert, *Solid State Technology*, (January 1991) 53.
27. A. Nagy and J. Helbert, *Solid State Technology*, (March 1991) 77.
28. G. W. Hills, A. S. Harms, and M. J. Thoma, *Solid State Technology*, (April 1990) 127.
29. R. Williams, *Modern Gas Processing* (Artech House, Boston, 1991).
30. G. J. Valco, V. J. Kapoor, M. D. Biedenbender, and W. D. Williams, *J. Electrochem. Soc.*, 136 (1989) 175.
31. D. E. Carlson, R. R. Arya, M. Bennett, and L. F. Chen, *AIP Conf. Proc.*, Vol. 353 (1995).
32. J. Mort and F. Jansen, *Plasma Deposited Thin Films* (CRC Press, Boca Raton, FL, 1986), p. 187.
33. *Proc. Electrochem. Soc.*, 94—35, (Electrochemical Society, Pennington, NY, 1995).
34. H. Chatham, *Smf. Coat. Technol.*, 78 (1996) 1.
35. S. Menichella, C. Misiano, E. Simonetti, L. D. Carlo, and M. Carrabino, *Proceedings of the 37th Conference of the Society of Vacuum Coaters*, (1994) 37.
36. C. Wohlrab and M. Hofer, *Optical Engineering*, 34 (1995) 2712.
37. L. Shizhi, Z. Cheng, X. Xiang, S. Yulong, Y. Hongshun, X. Yan, and H. Wu, *Smf Coat. Technol.*, 43/44(1990) 1007.
38. S. Lim, J. H. Ryu, J. F. Wager, and T. K. Plant, *Thin Solid Films*, 245 (1994) 141.
39. D. C. Bradley, *Chem. Rev.*, 89 (1989) 1317.
40. F. Jansen and S. Krommenhoek, *Thin Solid Films*, 252 (1994) 32.
41. R. Monson, master's thesis, Department of Chemical Engineering, Brigham Young University, Salt Lake City, Utah, 1991.
42. C. Steinbruchel, *Phys. Thin Films*, 18 (1994) 289.
43. M. Shiratani, H. Kawasaki, T. Fukuzawa, T. Yoshioka, Y. Ueda, S. Singh, and Y. Watanabe, *J. Appl. Phys.*, 79 (1996) 104.
44. G. S. Selwyn, *J. Vac. Sci. Technol.*, B9 (1991) 3487.
45. G. S. Selwyn, *J. Vac. Sci. Technol.*, A10 (1992) 1053.
46. H. R. W. Hey, B. G. Sluijk, and D. G. Hemmes, *Solid State Technology* (April 1990) 139.
47. K. Kohler, D. E. Home, and J. W. Coburn, *J. Appl. Phys.*, 58 (1985) 3350.

48. R. J. M. M. Snijkers, M. J. M. v. Sambeek, M. B. Hoppenbrouwers, G. M. W. Kroesen, and F. J. D. Hoog, *J. Appl. Phys.*, 79 (1996) 8982.
49. R. H. BrucQ, *J. Appl. P/i>'5.*, 52 (1981) 7064.
50. A. Tsukune et al., in *Extended Abstract: Properties of silicon nitride prepared by dual frequency RF plasma deposition* (Electrochemical Society, San Diego, CA, 1986), p. 580.
51. K. Kohler, J. W. Coburn, D. E. Home, and E. Kay, / *AppL Phys.*, SI (1985) 59.
52. J. Schlote, S. Hinrich, B. Kuck, and K. W Schroder, 5//:-/ *Coating TechnoL*, 59 (1993) 316.
53. G. Lucovsky, D. V. Tsu, R. A. Rudder, and R. J. Markunas, in *Thin Film Processes II*, edited by J. L. Vossen and W. Kern (Academic Press, New York, 1991), Section IV-2.
54. G. Lucovsky, Y. Ma, T. Yasuda, C. Silvestre, and J. R. Hauser, *Jpn. J. Appl Phys., Part I*, 31 (1992) 4387.
55. S. Matsuo and M. Kiuchi, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 22 (1983) L210.
56. K. L. Seaward, J. E. Turner, K. Nauka, and A. M. E. Nel, *J. Vac. Sci. TechnoL*, B13 (1995) 118.
57. S. Dzioba, *Mat Res. Soc. Symp. Proc.*, 165 (1990) 91.
58. C. S. Pai, *J. Electrochem. Soc.*, 139 (1992) 850.
59. B. Fowler, D. Stark, J. Xie, R McDonald, R. Carpio, and S. Akbar, *Proc. SPIE-Int. Soc. Opt. £/ig.*, 2090 (1993) 203.
60. J. Mort and F. Jansen, in *Plasma Deposited Thin Films*, edited by J. Mort and F. Jansen (CRC Press, Boca Raton, FL, 1986), chap. 7.
61. H. Chatham, A. Smith, R. Smith, J. Rietzel, and C. Woolley, 39th Annual Technical Conference Proceedings of the Society of Vacuum Coaters (Philadelphia 1996) 64.
62. M. Chang, J. M. White, D. N. K. Wang, and D. Maydan (Applied Materials, European Patent Application EP 303508, 1989).
63. I. Chen, *Thin Solid Films*, 101 (1983) 41.
64. J. L. Vossen, *J. Electrochem. Soc.*, 126 (1979) 319.
65. F Jansen and D. Kuhman, *J. Vac. Sci. Technol.*, A6 (1988) 13.
66. S. V. Nguyen and R H. Pan, *Appl. Phys. Lett.*, 45 (1984) 134.
67. Y. Nakayama, T. Ohtsuchi, M. Nakano, and T. Kawamura, / *Non-Cryst. Solids*, 77, 78 (1985) 757.

5.6. Аналитические методы оценки поверхностей и тонких пленок

Джон Х. Томас, III

3M Corporate Research Laboratory

5.6.1. Введение

Поверхностью материала, как правило, считается самые верхние атомные слои или, на кристаллической поверхности, мономолекулярный слой (или моноатомный слой). Для того чтобы определить структуру поверхности или ее химический состав, исследуемая поверхность должна поддерживаться в чистом состоянии так, чтобы она не была загрязнена атмосферными загрязняющими веществами или остаточными компонентами газа, возникающими в ре-

зультате плохого качества вакуума. В предыдущих подразделах 4.3 и 1.8 было подчеркнуто, что вакуумные системы, которые не были подвергнуты соответствующей предварительной очистке, могут содержать значительные количества загрязняющих остаточных газов вследствие газовыделения элементов и камеры и/или обратной миграции компонентов газа от насосов. Самыми распространенными остаточными газами являются водород, аргон, метан и водяной пар. Эти остаточные компоненты вакуумного газа могут легко реагировать почти с любой поверхностью. Например, предположим, что поверхность — это однокристаллическая поверхность очень реактивного металла (Ti (100)). Чтобы получить очень чистую поверхность, такие процедуры, как разлом *in situ* и распыление с последующим отжигом *in situ*, должны быть выполнены при оптимальных вакуумных условиях ($< 10^{-10}$ мм рт. ст.). Затем должны быть произведены измерения до того, как на поверхности образуется монослой загрязнения, на что обычно требуется всего лишь короткий период времени в зависимости от состава фоновых газов в системе.

Большинство поверхностных аналитических методов базируются на обнаружении частиц низкой или высокой энергии (электронов или ионов), которые производятся рентгеновскими лучами, ультрафиолетовым излучением, электронной или ионной бомбардировкой. На рис. 1 представлена общая схема изучения структуры и химии поверхности.

Химический анализ поверхностей, определение элементного состава и некоторых деталей химического состава, существующих на поверхности материала, выполняются посредством двух экспериментальных процедур: энергетического анализа возбужденных электронов, а также анализа энергии или массы ионов. Приборы, используемые в энергетическом анализе частиц, основаны на электростатике. Анализ массы выполняется посредством одного из трех методов: обнаружения магнитного поля, измерения $\vec{E} \otimes m\vec{v}$ (ВЧ-поля) и электростатических измерений (время пролета частицы). В табл. 1 обобщены наиболее широко используемые аналитические методы и их характеристики. Для данных методов требуется использование сверхвысокого вакуума.

5.6.2. Методы электронной спектроскопии

Электронная спектроскопия — это самый распространенный метод анализа поверхности, используемый в промышленности, особенно электронная Оже-спектроскопия (AES). И AES, и рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (XPS или ESCA) используются для качественного и количественного поверхностного анализа полупроводникового мономолекулярного слоя с добавлением ионного распыления и элементного изображения тонкой пленки. Ме-

Рис. 1. Аналитический процесс анализа поверхности

<p>Источник возбуждения: Рентгеновские лучи (< 1500 эВ) Ультрафиолетовые ($20\text{—}40$ эВ) Электроны (< 10 КэВ) Ионы ($2\text{—}15$ КэВ) Альфа-частицы/протоны (2500 КэВ)</p>	<p>Обнаруженные частицы: Электроны Ионы Альфа-частицы Протоны</p>
--	---

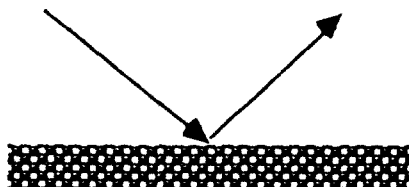


Таблица 1. Общие аналитические методы и их свойства

Аналитический метод	Зонд возбуждения	Излучаемые частицы	Диапазон в Z	Пространственная разрешающая способность	Пределы обнаружения	Точность (%)
Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (XPS/ESCA)	1,5 кэВ фотоны	Медленные электроны внутреннего уровня	$Z > 1$	Фотографирование 10 мкм	$\sim 0,1$ ат. %	$< 5\%$
Оже-электронная спектроскопия (AES)	2—20 кэВ электроны	Медленные электроны внутреннего уровня	$Z > 2$	Фотографирование 500 Å	$\sim 0,1$ атомных %	$\sim 10\%$
Вторичная ионная масс-спектрометрия (динамич. SIMS)	5—20 кэВ ионы	Медленные электроны	Все	Фотографирование 2—10 мкм	< 1 часть на млрд	Изменяется в зависимости от Z и матрицы
Вторичная ионная масс-спектрометрия (поверхностная TOF-SIMS)	5—20 кэВ ионы	Медленные электроны	Все	Фотографирование 2—10 мкм	Поверхность < 1 часть на млн	Изменяется в зависимости от Z и матрицы
Спектрометрия обратного рассеяния Резерфорда (RBS)	1—4 МэВ α -частицы	α -частицы	Все	2 мм	$\sim 1\%$	$< 2\%$

тод AES наиболее часто используется в режиме профилирования глубины, но может применяться для получения химической информации. Метод XPS может также использоваться в режиме профилирования глубины, но в результате «размера рентгеновского луча» профилирование глубины происходит значительно медленнее из-за того, что требуется большая площадь распыления.

5.6.2.1. Общие сведения

Электронная спектроскопия производится экспериментально путем бомбардировки поверхности либо электронами, либо протонами (см. рис. 1) и обнаружения возбужденных электронов в сверхвысоком вакууме. Двумя наиболее распространенными видами спектроскопии являются Оже-электронная спектроскопия (AES) и рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (XPS) или ESCA (электронная спектроскопия для химического анализа), электронное возбуждение и рентгеновское возбуждение электронов. Электроны, выпускаемые в аналитическую вакуумную камеру, в конечном итоге собираются, анализируется их кинетическая энергия для определения химического состава поверхности. Кинетическая энергия выпущенного электрона ($1/2 mv^2$) обычно измеряется с точностью до 0,1 эВ в 1000 эВ (одна часть в 10^4) с помощью конструкций электростатической энергии [1—4]. Типичный прибор состоит из нескольких компонентов: источник возбуждения либо электронов, либо фотонов (рентгеновское излучение), средство анализа кинетической энергии эмитируемых частиц (электронов), система обнаружения и сбора данных и система сверхвысокого вакуума. Эти компоненты рассматриваются далее в настоящем разделе.

Электронная спектроскопия обеспечивает качественный и количественный анализ поверхностей материалов, профилирование элементной глубины тонкой пленки, химический

анализ поверхности и элементное картирование. Эти функции, а также приборы, необходимые для получения данных эффектов, рассматриваются в следующих разделах.

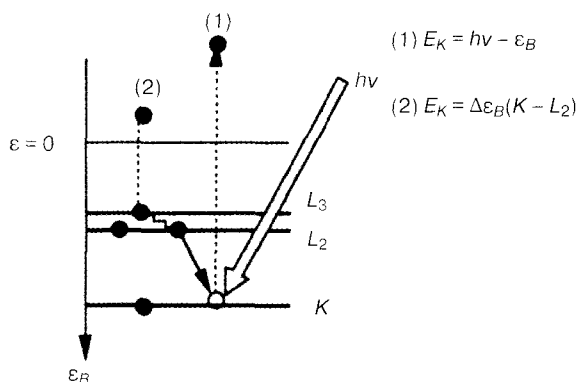
5.6.2.2. Качественный анализ

Качественный анализ выполняется посредством анализа электронного облака, эмитируемого с поверхности материала, возбуждаемого электронным лучом или рентгеновским источником низкой энергии, в частности рентгеновскими лучами $Mg\ K_{\alpha}$ или $Al\ K_{\alpha}$ (1253 или 1468 эВ соответственно). Этими методами можно определять присутствие металлов (проводников), диэлектриков (полимеры, неорганические диэлектрики и т. д.) и полупроводников. Некоторые органические материалы могут повреждаться электронным или рентгеновским излучением, но в целом большинство материалов могут подвергаться качественному анализу. Как описывается ниже, анализ не является сложным, и спектральную информацию можно получить из хорошо документированных справочников [1–9].

Физический процесс возбуждения в Оже-электронной спектроскопии — это Оже-переход, изображенный на рис. 2, где бомбардирующий электрон неупруго отталкивается, например, от электрона на нижележащем уровне K , создавая вакансию на уровне K . Рассеянный и первичный электроны свободно покидают образец или производят каскад вторичных электронов через взаимодействия электрон—электрон. Для поддержания равновесия заряда в атоме может происходить один из двух процессов релаксации. Электрон из более высокого уровня L_2 потеряет свою энергию, заполнив вакансию в нижележащем уровне K (вызвано событием рассеяния) и эмитируя рентгеновский луч с энергией $E_K - E_L$. Другой процесс, известный под названием Оже-процесса, может происходить там, где вакансия на уровне K заполняется электроном из уровня L_2 в результате потери энергии. Потеря энергии синхронно присоединяется к электрону на ближнем уровне, L_3 . Электрон L_3 возбуждается, приобретает кинетическую энергию, приблизительно равную $E_K - E_L$, и может покинуть атом. Возбужденный Оже-электрон может покинуть атом, пройдя три уровня, поэтому его обозначают как KLL . Энергия, связанная с Оже-переходом, является уникальной для атома и используется для химического анализа. Как правило, самый нижележащий уровень обозначается стандартным спектроскопическим написанием ($K, L_{12}, L_{23}, M_{34}, M_{45}, \dots$) [6–10]. Обратите внимание на то, что Оже-процессы могут также возбуждаться рентгеновскими лучами.

Поскольку большое число вторичных и первичных электронов наблюдается в Оже-спектре, сигнал обычно дифференцируется по кинетической энергии. В результате этого

Рис. 2. Схема энергетических уровней атома при Оже-переходе. В процессе возбуждения электроны первичные электроны рассеивают электроны с внутренних уровней, так происходят Оже-переходы. Процесс фотоэмиссии для получения фотоэлектрона (1); процесс Оже-эмиссии в результате рентгеновского возбуждения атома (2)



большая часть фона удаляется и получается очень чувствительный метод наблюдения Оже-переходов.

Если материал возбуждается почти монохромными рентгеновскими лучами, могут возбуждаться электроны внутреннего уровня. Процесс возбуждения должен сохранять энергию, и отсюда кинетическая энергия возбужденного электрона $E_k \approx h\nu - E_B$, где E_B — это энергия связи электрона сердцевинного уровня, обозначенного спектроскопическим написанием K, L₁, L₂, M₁, M₄ и т. д. Электрон, возбужденный на внутреннем уровне, имеет уникальную энергию связи в зависимости от атома происхождения и используется для химической идентификации.

5.6.2.3. Механизм чувствительности поверхности

Когда электрон покидает возбужденный энергетический уровень, он теряет свою первоначальную кинетическую энергию главным образом через взаимодействия электрон-электрон и тепловые потери (фотоны). Первоначальная электронная кинетическая энергия показывает атом происхождения (качественный анализ). После того, как электрон теряет энергию, он больше легко не идентифицируется с первоначальным возбуждением и называется *потерянным электроном*. Диапазон, который пересекает электрон, прежде чем он потеряет свой первый квант энергии посредством какого-либо процесса в материале, называется «неупругим средним свободным путем электрона» и, как правило, составляет порядка нескольких атомных уровней. Этот диапазон зависит от материала и кинетической энергии. Электроны, покидающие поверхность, могут обладать энергией, равной или меньшей его кинетической энергии ($h\nu - E_B$). Для идентификации компонентов поверхности возбужденные электроны, покидающие поверхность, не должны терять кинетическую энергию. Только «упруго» рассеянные электроны, покидающие поверхность, имеют смысл для обнаружения внутренних энергетических уровней атома (дают спектр возбуждения электрона либо спектр возбуждения фотона). Поэтому Оже-электронная и фотоэлектронная спектроскопия являются поверхностно чувствительными по одной и той же причине.

«Глубина убегания» электрона является функцией кинетической энергии электрона, параметров материала и физической геометрии системы обнаружения относительно поверхности образца. На рис. 3 показаны величины глубины убегания электрона (при угле взлета 90° относительно поверхности образца) как функции эмитированной электронной кинетической энергии.

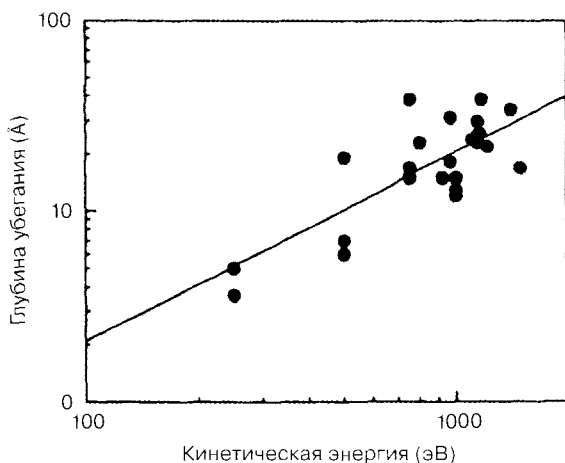


Рис. 3. Глубина убегания электрона в зависимости от кинетической энергии (прямая линия). Обычная зависимость закона мощности равняется $E^{0.75}$

5.6.2.4. Информация о химическом составе (химический сдвиг)

Кроме предоставления элементного анализа области, близлежащей к поверхности, электронная спектроскопия может также предоставлять ограниченную химическую информацию. Когда электроотрицательный и электроположительный атом образуют соединение, происходит перераспределение электронного заряда для поддержания электрической нейтральности. Перераспределение заряда создает изменение величин энергии связи на внутреннем уровне. Пользуясь фотонно-стимулированной или электронно-стимулированной спектроскопией, возмущения кинетической энергии внутреннего уровня могут быть измерены датчиком и зарегистрированы в виде смещения энергии п/или изменения формы линии. Возмущение известно под названием «химического сдвига», и его разработка для использования в ESCA (электронной спектроскопии для химического анализа) или рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии [1] стала основанием для присуждения Каю Зейгбагну Нобелевской премии в области химии.

Простой пример изображен на рис. 4, где сравниваются состояния оксида кремния. Энергия связи сердцевинового уровня $Si\ 2p$ смещается на ~ 5 эВ от своего элементного положения. Пользуясь классической теорией для вычисления количества заряда кремния (расчет электроотрицательности) и строя график заряда как функции смещения в энергии связи (химический сдвиг), мы получаем почти линейную зависимость. Поэтому пиковое положение наряду с количественным химическим анализом может использоваться для идентификации функциональности на поверхности. Это в основном используется в химии полимеров, где смещения и форма пика $C\ 1s$ являются наиболее полезными в функциональной идентификации.

Образец — это тонкий слой диоксида кремния на кремнии. Считается, что межповерхностные состояния на стыке SiO_2/Si являются следствием связи кремния в SiO_x , где $x = 0, 1, 2, 3, 4$. Химический сдвиг строится как график функции классического заряда x и является почти прямой линией [11]

5.6.2.5. Количественный анализ

В определенной степени методы AES и XPS могут давать и количественные данные. Исторически элементные стандарты использовались для калибровки эксперимента. Это требует использования очистки стандарта *in situ* для получения чистой поверхности для этой цели. В результате обоих методов получаются спектры в режиме $N(E)$, т.е. используется прямой подсчет электро-

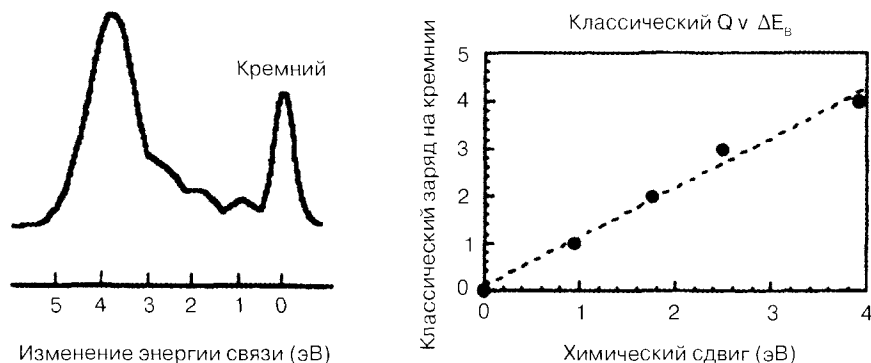


Рис. 4. Спектр области $Si\ 2p$, полученный с помощью фотонов с энергией 130 эВ от синхронного источника

нов. Коэффициенты элементной чувствительности были выведены эмпирически и теоретически [2—6]. В пределах периодической таблицы элементов коэффициенты чувствительности могут изменяться в 20 раз. При условии соответствующего выбора переходов, используемых в анализе, действие колебаний чувствительности может быть сведено до минимума.

При наличии элементных стандартов возможна хорошая первая аппроксимация количественного анализа в результате получения амплитуд элементного сигнала от известного и стандартного спектра (обычно посредством цифрового интегрирования спектральной области). Неизвестная концентрация затем получается из соотношения между неизвестным и стандартом.

Когда стандарты отсутствуют, количественный анализ все равно возможен. В результате измерения всех элементных областей пика неизвестной области нормализованная атомная концентрация выражается следующим образом:

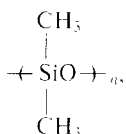
$$X_m^a = \left(I_m^a / \sigma^a \right) \cdot \left(\sum_{i=1}^n I_m^i / \sigma^i \right)^{-1}, \quad (1)$$

где X — это нормализованная атомная концентрация элемента a в матрице m , I — это амплитуда i -ого элемента в матрице m и σ — коэффициент элементной чувствительности.

Коэффициенты чувствительности можно улучшить включением элемента в материал, аналогичный тому, который анализируется. Как правило, это выражение даст относительно хорошую нормализованную концентрацию. Для получения более подробных данных отсылаем читателя к источникам [2—7].

В качестве примера применения этой методики на рис. 5 показан типичный спектр XPS неизвестной поверхности. Элементы идентифицируются по пиковым уровням энергии связи. С помощью программного обеспечения интегрируются пиковые площади. Элементные пиковые площади помещаются в таблицу, и выполняется процедура нормализации, как показано в уравнении (1). После выполнения расчета появляется таблица состава элементной поверхности неизвестного вещества.

Затем эти данные сравниваются с ожидаемым химическим составом:



где соотношение O к Si и к C будет равно 1:1:2. Устанавливается, что экспериментальные данные соответствуют расчетным в разумных пределах. Поэтому неизвестное вещество идентифицируется как кремний (полидиметилсилоксан).

Количественный анализ AES очень похож. Исключением является случай, когда данные получаются в деривативном режиме, т. е. спектральные данные следующие: $N(E) \cdot dN/dE$ вместо E . Вместо измерения площади пика измеряется амплитуда межпикового сигнала, и применяются соответствующие элементные коэффициенты чувствительности для деривативных данных.

5.6.2.6. Элементное и химическое профилирование глубины

Установки AES и XPS, как правило, оснащены инструментами понного травления или распыления с помощью инертных газов (He, Ne, Ar, Xe). Конструкции прицельного ионизатора позволяют получить сфокусированный луч ионов инертного газа, который имеет кинетическую

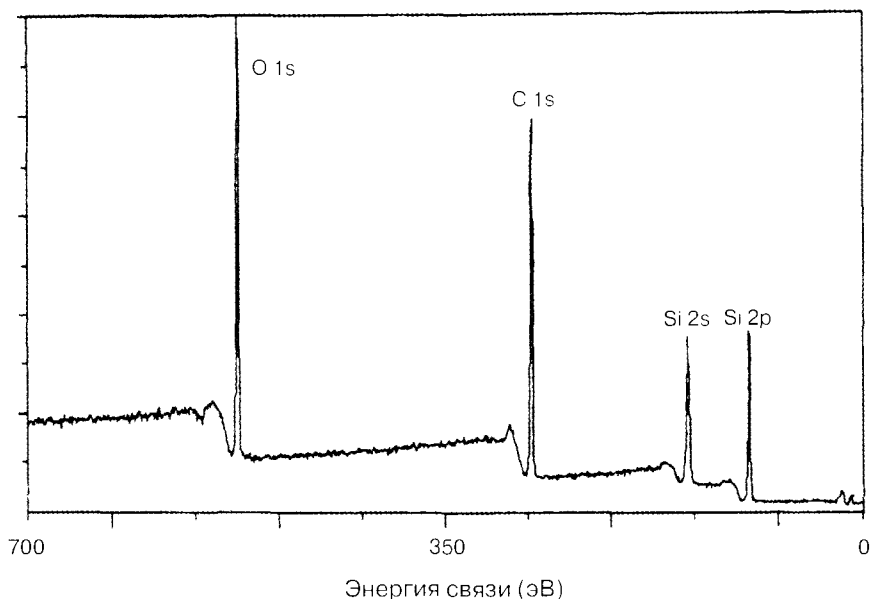


Рис. 5. Спектр полидиметилсилоксана, полученный с помощью монохроматического рентгеновского источника K_{α} алюминия. Пиковые амплитуды определяются интегрированием площади под пиками

Таблица элементного состава

Элемент	Коэффициент чувствительности [12]	Пиковая площадь	Атомы, %
Si 2p	0.800	3000	27
C 1s	1.000	6550	50
O 1s	2.950	8400	23

энергию от 500 эВ до 10 кэВ. Лучи могут фокусироваться до размеров пятна порядка 10 мкм, но обычно используются на больших размерах пятна (в зависимости от энергии иона). Для получения элементного профиля глубины, являющегося точным, растр луча ионов регулируется на площадь больше анализируемой площади [3].

Оже-элементное профилирование глубины обычно выполняется путем получения спектра $M(E)$, взятием производной и последующим межпиковым измерением амплитуды измеренных пиков как функции времени распыления. Данные могут быть также получены от пиковой амплитуды минус точка рядом с пиком, что дает пиковую высоту. Эта информация используется для получения нормализованной атомной концентрации. На рис. 6 показан Оже-элементный профиль глубины, где время распыления было преобразовано в глубину в мкм на основе скорости распыления для SiO_2 . Оже-межпиковая амплитуда не была преобразована в элементную концентрацию.

Из времени распыления можно рассчитать толщину пленки. Однако она может колебаться в широких пределах в зависимости от матрицы и разницы в выходе выбивания. Временная шкала может преобразовываться в глубину с помощью стандартов толщины известного материала.

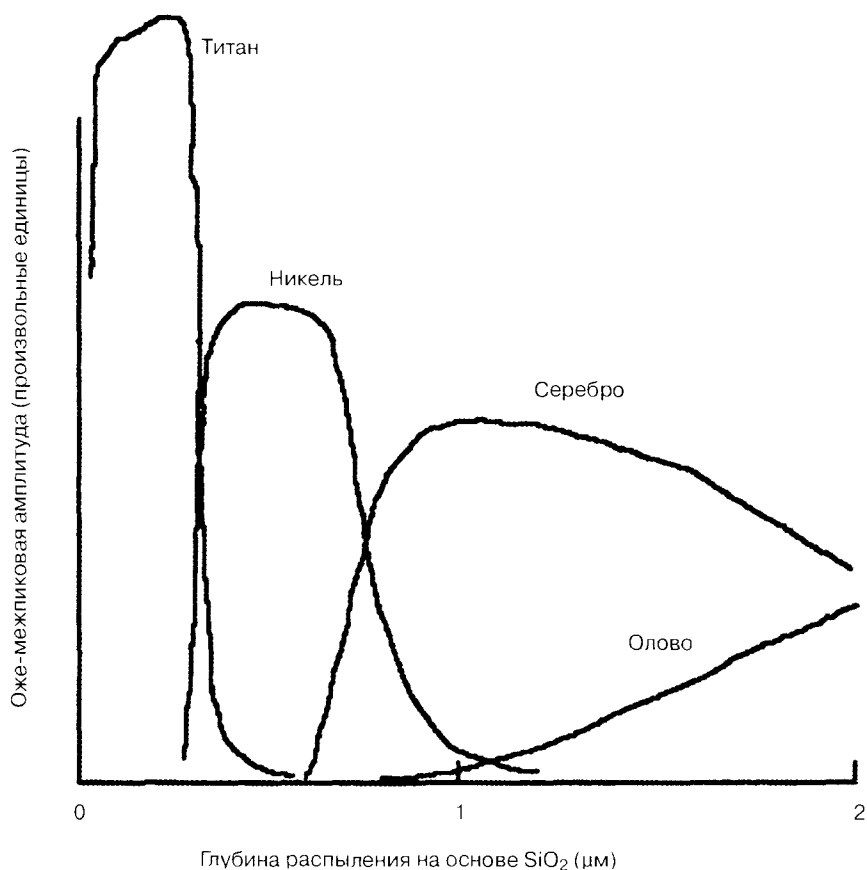


Рис. 6. Элементный профиль глубины паянного соединения металлизированного кремния, где металлизация была снята с кремния перед анализом

Когда источником возбуждения являются рентгеновские лучи, фотоэлектронные пики отслеживаются как функция глубины. Пиковые площади получаются и нормализуются с помощью элементных коэффициентов чувствительности, чтобы получить график атомной концентрации как функции времени распыления. Когда процесс ионной бомбардировки поверхность не ухудшает, этот метод может использоваться для получения химической информации из данных химического смешения как функции времени распыления.

5.6.2.7. Оже-элементное картирование

Одной из главных особенностей использования Оже-электронной спектроскопии как метода анализа поверхности является использование очень тонко сфокусированного луча, получаемого с помощью современных электронных колонн (аналогичных сканирующим электронным микроскопам). Источниками электронов, как правило, являются источники LaB_6 (однокристаллические) или полевые эмиссионные источники. Эти источники обеспечивают луч высокой яркости при очень маленьких размерах пятна (лучи диаметра $< 100 \text{ \AA}$).

Элементное картирование осуществляется путем растеризации электронного луча по поверхности, где в каждой точке (пикселе) измеряется амплитуда элементного сигнала относительно фона. Фоновая амплитуда используется для внесения корректировки топографических

эффектов, встречающихся при анализе. Эти данные хранятся в файле данных на компьютере, где позднее с ними можно делать манипуляции с помощью программного обеспечения. Картина может быть также получена аналоговым образом путем фотографирования амплитуды оже-сигнала, высвечиваемой в качестве модуляции оси Z на осциллокопе.

Оже-элементная карта кремния и углерода в волокнах карбида кремния в титановой матрице показана на рис. 7. Волокна состоят из графитовой сердцевины, окруженной SiC, и графитового покрытия, упаковывающего SiC.

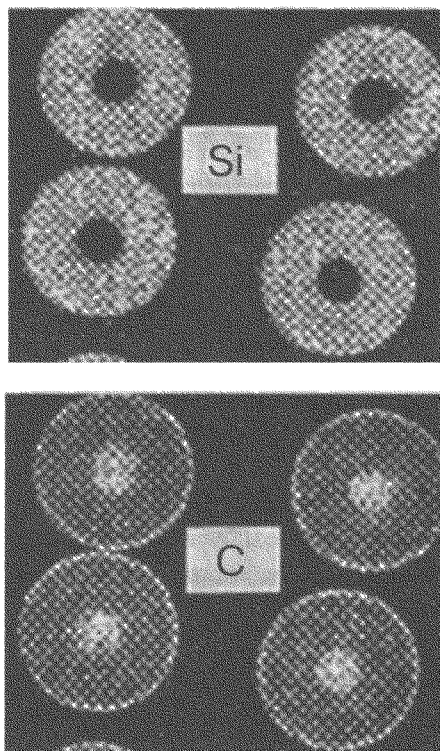
5.6.2.8. Основные инструменты

Электростатический анализ эмитированных электронов выполняется с помощью серии обыкновенных анализаторов. В нижеследующем подразделе дается краткое описание наиболее распространенных анализаторов.

Цилиндрический зеркальный анализатор (СМА) используется главным образом в системах AES. Этот прибор состоит из концентрических цилиндров. Размер внешнего цилиндра является фиксированным в зависимости от диаметра внутреннего цилиндра. Электроны принимаются в конструкцию, где внешний цилиндр имеет отрицательное смещение, и это напряжение сканируется. Геометрическое соотношение цилиндров фиксирует разрешающую способность энергии на уровне $\sim 0,2-0,5\%$ кинетической энергии.

Источник возбуждения, как правило, прожектор электронов, установлен соосно во внутренний цилиндр анализатора, но может устанавливаться снаружи СМА. Оба узла находятся

Рис. 7. Карта AES углерода и кремния в многослойном волокне в титановой матрице



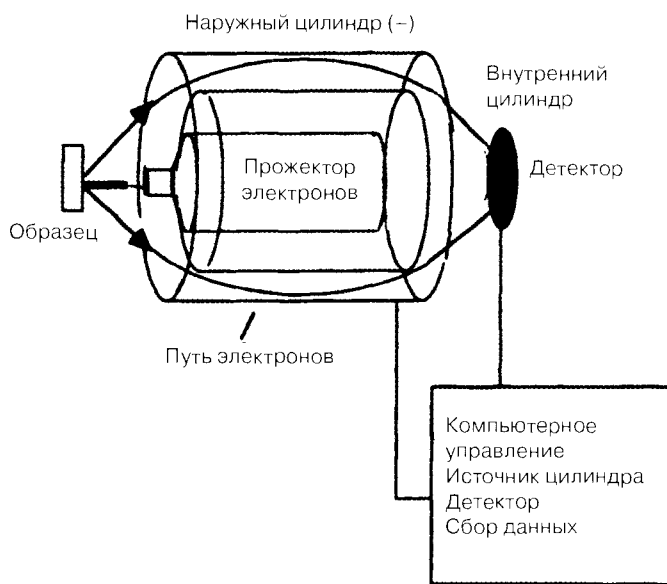


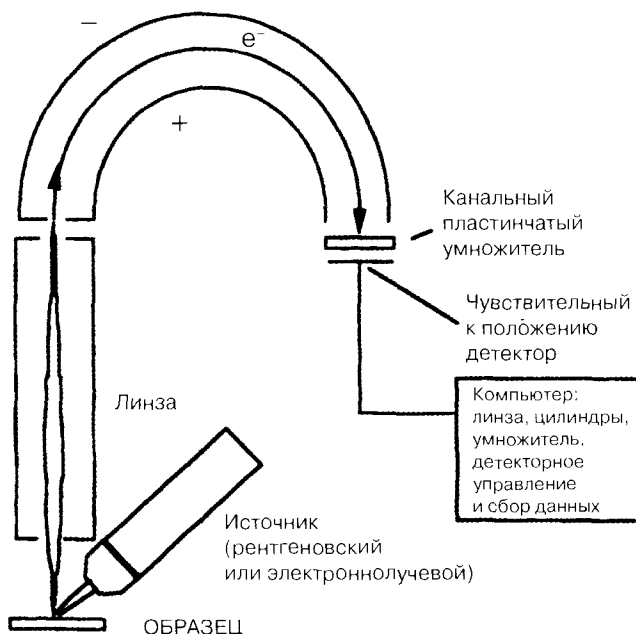
Рис. 8. Простой однопроходной СМА AES, детектор и электроника прожектора электронов. Детектор может быть электронным умножителем или детектором типа многоканальной пластины

на уровне потенциала заземления. Прожектор электронов может представлять собой высококачественный магнитно сфокусированный прожектор или электростатически сфокусированный прожектор электронов. Соосная геометрия обеспечивает структуру маленького размера, где источник соосно центрирован с анализатором. Проба для анализа должна находиться в соответствующем месте относительно анализатора и относительно угловых ограничений. Типичная простая система AES на основе этого анализатора показана на рис. 8. Электроны собираются с 360-градусного конуса под углом $\sim 42^\circ$ относительно цилиндрической оси. Другие геометрии ухудшают количество сигнала, получаемого от анализатора. Анализируемые электроны собираются с помощью многоканальной пластины или простого многопластинного электронного умножителя. Эта информация используется для получения спектров, как показано.

Второй наиболее популярный анализатор — это полусферический секторный анализатор (HSA). Исторически этот прибор использовался с системами XPS благодаря его высокой разрешающей способности по энергии. HSA состоит из двух полусферических секторов, установленных один внутри другого (рис. 9). Интервал между секторами (разница в радиусе сфер) определяет базовую разрешающую способность по энергии. Так же, как и в случае с СМА, внутренняя сфера имеет отрицательное смещение относительно внешней сферы. HSA оснащена входной и выходной прорезями, которые могут быть либо физическими, либо электронными. Физический размер прорезей определяет анализируемую площадь.

Как правило, HSA снабжена электронной системой линз, которая позволяет помещать образец в удаленное местоположение относительно входной прорези анализатора. Использование линзы позволяет либо замедлять по энергии до фиксированного уровня энергии (фиксированная энергия передачи анализатора) анализируемые электроны и затем анализировать посредством HSA, либо анализировать их при пропорциональной по отношению к кинетической энергии (фиксированное отношение замедления). Кроме того, угол, стягиваемый прорезями на образце, может быть маленьким ($\sim 6\text{--}8^\circ$) в зависимости от конструкции линзы. Это

Рис. 9. Подуэсферический секторный анализатор (используется для XPS или AES)



позволяет наклонять образец относительно прорезей для выполнения измерения угла скольжения (между падающим лучом и поверхностью) или углового разрешения. Когда стягиваемый угол большой, глубина поля точки анализа маленькая, что может быть полезным в ряде видов применения. Конструкции с большим стягиваемым углом используются для увеличения амплитуды собранного сигнала.

В современных приборах величину напряжения, подаваемого на линзы, цилиндры и детекторы, контролирует компьютер, используемый для сбора данных. Разрешающая способность СМА для практических целей фиксируется геометрией прибора. Это делает НСА более универсальным прибором для спектроскопии высокой разрешающей способности.

Рентгеновские источники — это простые диодные конструкции, в которых анод конструкции, как правило, сделан из алюминия или магния. Анод конструкции, как правило, работает при высоком потенциале, в то время как катод находится на потенциале заземления. В силу высокой мощности, используемой в этих устройствах, анод должен охлаждаться. Для того, чтобы свести до минимума токи утечки в землю, необходимы водные системы высокой чистоты. Рентгеновские лучи, эмитируемые от анода, фильтруются тонкой алюминиевой фольгой. Это блокирует вторичные электроны, эмитируемые от анода, и защищает образец от электронной бомбардировки высокой энергии. На рис. 10 показан типичный немонохромный рентгеновский источник.

Рентгеновские лучи K_{α} магния и K_{α} алюминия — это основные источники, используемые в XPS (1253.6 и 1486.6 эВ соответственно). Оба источника производят главную линию с полной шириной при половине максимума в диапазоне 1 эВ (Mg несколько уже при полной ширине при половине максимума [FWHM]). Это достаточно для анализов XPS.

Монохромные рентгеновские источники используются в исследованиях с высокой разрешающей способностью. С помощью монохроматора могут быть получены значения ширины рентгеновской линии менее 0,8 эВ. В самом широко распространенном монохроматоре используют

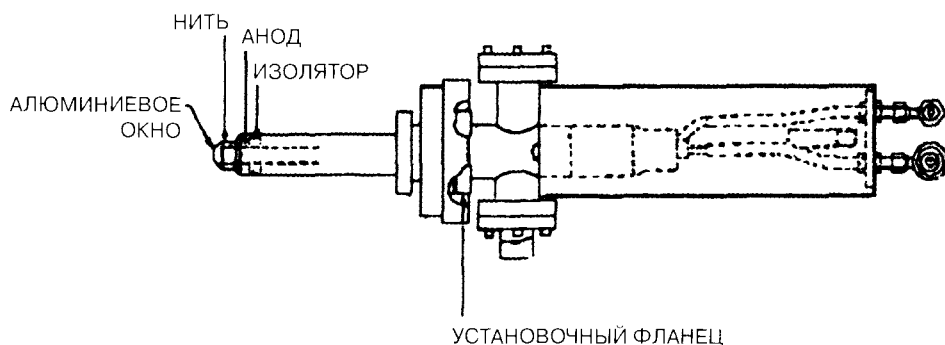


Рис. 10. Источник рентгеновского излучения Physical Electronics Inc.

ся гнутые кварцевые пластины, установленные в круг Роланда. Если рентгеновские лучи производятся с помощью тонко сфокусированного электронного луча, рентгеновское пятно, переоформленное на круге Роланда, также сфокусировано. Таким образом, может выполняться XPS малых пятен. В настоящее время имеются источники с размерами пятен диаметром менее 100 мкм.

5.6.3. Методы, основанные на бомбардировке ионами

В предыдущих подразделах для анализа поверхностей образца использовались электроны, возбужденные электронным лучом и фотоэмитированные рентгеновским излучением. Приблизительно в то же самое время, когда были разработаны XPS и AES, появились более чувствительные методы, основанные на масс-спектрометрии. В следующих подразделах вкратце рассматривается вторичная ионная масс-спектрометрия, используемая для профилирования элементной глубины и химического анализа.

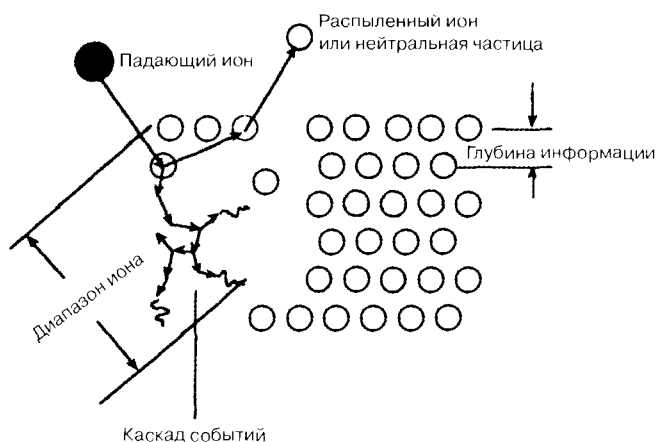
5.6.3.1. Вторичная ионная масс-спектрометрия

Вторичная ионная масс-спектрометрия стала основой полупроводниковой и полимерной промышленности [13–16]. Благодаря обнаружению ионов низкой энергии, эмитируемых с поверхности материалов, достигается крайняя чувствительность к молекулярному составу.

В методе SIMS используются падающие ионы средней энергии (от 1 до 20 кэВ) для распыления атомов и молекул с поверхности материала. Обнаруженная частица — это ион, освободившийся из области, прилежащей к поверхности образца. Для определения идентификации атома или молекулы, освободившейся с поверхности, используется масс-спектрометрия. Для данного падающего ионного луча обнаруживаются как отрицательные, так и положительные ионы. Выходы положительных и отрицательных ионов не являются одинаковыми для конкретного бомбардирующего иона, но полезны в безусловной идентификации состава поверхности.

Было изучено два режима в зависимости от величины ионного потока, падающего на поверхность. Когда используется высокоскоростное распыление, метод известен под названием *динамический SIMS*. Динамический SIMS может выполняться при помощи сфокусированного ионного луча, обеспечивающего разрешающую способность ~1–2 мкм в зависимости от вида иона и энергии луча. Посредством растеризации ионного луча может быть сформировано изображение обнаруженного ионного вида. Фотографирование широко выполняется в *статической SIMS*, где падающий ионный ток является минимальным с тем, чтобы минимизировать распыление и не слишком сильно нарушать химический состав поверхности.

Рис. 11. Каскад ионов, производимый ионной бомбардировкой (модель образцового каскада с цепным эффектом). Бомбардирующий ион достигнет состояния покоя в матрице после потери своей кинетической энергии. Близ поверхности (2—3 мономолекулярных слоя) выбиваются нейтральные частицы и ионы [13, 16]



Для идентификации атомов или молекул поверхности масс-спектры получаются с помощью разных приборов. Возбуждение обеспечивается тонко сфокусированными ионными лучами тяжелых «жидких металлических» ионов (цезий) или газов (аргон). Для обеспечения того, чтобы поверхность оставалась чистой во время измерения, измерения должны выполняться в условиях сверхвысокого вакуума. Условия сверхвысокого вакуума требуются для масс-спектрометра и системы обнаружения. В условиях низкого вакуума существует возможность того, что могут возникнуть реакции в течение времени дрейфа ионов, в результате которых возникает вид, не связанный с первоначальным видом (компонентом) поверхности.

Ионная бомбардировка поверхности создает вторичные ионы в результате потери кинетической энергии и момента в каскаде столкновений поверхностных атомов или молекул в пределах среднего свободного пути первичного иона (или глубины проникновения), как показано на рис. 11. Кинетическая энергия вторичных ионов находится на низком уровне, и распределение не является хорошо определенным. Оно зависит от свойств материала во многом таким же образом, как распределения вторичных электронов формируются электронными лучами.

Глубина проникновения падающего иона — это функция кинетической энергии и массы падающего иона и материала. Атомы и молекулы, приобретающие момент в направлении поверхности образца, могут распыляться в вакуум. Большинство частиц, покидающих поверхность, вероятно, являются нейтральными частицами. Только несколько ионов покидают область поверхности для последующего анализа.

Выход вторичных ионов очень чувствителен к электроположительным или отрицательным ионам на поверхности образца. Например, ионы Cs^+ используются для снижения рабочей функции поверхности и повышения производства отрицательных вторичных ионов, в то время как ионы O_2^+ используются для повышения рабочей функции поверхности, увеличивая тем самым выход положительных вторичных ионов. Обычно используемыми ионами являются Cs^+ , Ga^+ , Ar^+ и O_2^+ . Положительные ионы обычно наблюдаются чаще других электроположительных поверхностных частиц, а отрицательные ионы — чаще других электроотрицательных видов. Кроме того, присутствие электроотрицательных частиц улучшает выход положительных ионов, а присутствие электроположительных частиц улучшает выход отрицательных ионов. Более подробное рассмотрение этих эффектов можно найти в [16, 17].

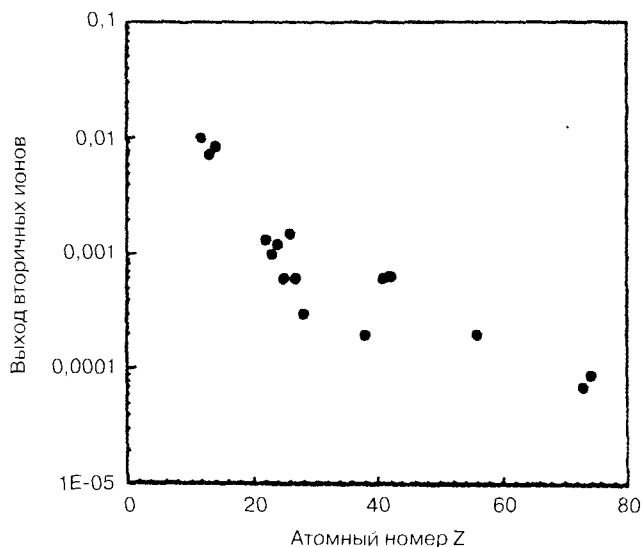


Рис. 12. Некоторые данные Беннингховена (источник [16]), нанесенные на график для демонстрации колебания выхода ионов

Когда падающая ионная масса очень мала и кинетическая энергия ионов большая (МэВ), механизм распыления становится минимальным, и происходит классическое рассеяние падающих частиц. Это известно под названием спектрометрией обратного рассеяния Резерфорда (RBS).

Ионная бомбардировка способна рассеивать все атомы из периодической таблицы, включая водород. Однако выход вторичных ионов сильно зависит от материала (эффекты матрицы) и колеблется ~5 порядков в периодической системе. Это является причиной очень высокой чувствительности к определенным атомам, в то время как SIMS может обнаруживать некоторые атомные виды вплоть до диапазона частот на миллиард. Схема выхода положительных вторичных ионов с использованием 3 кВ Ag^+ показана на рис. 12 (из данных Беннингховена, источник [16]).

В отличие от электронных спектроскопий SIMS не считается «внутренне присущим» количественным методом. Однако с помощью соответствующих стандартов в динамическом режиме SIMS все же может давать количественную информацию. В некоторых из первых примеров определения количества в образцы делалась имплантация атома, подлежащего количественному анализу. Метод имплантации даст количественное выражение имплантированных атомов на квадратный сантиметр (измеренный заряд) и, зная энергию имплантации, (измеренный ускоряющий потенциал), из таблиц можно получить глубину проникновения ионов [18]. Это имплантаты по Гауссу с распределением до первого порядка. Следовательно, пик профиля имплантата, как это определяется из стандарта, дает концентрацию в известной матрице. Этот метод описан подробно в источнике [19]. SIMS может также давать и изотопную информацию. Например, водород и дейтерий легко отделяются большинством спектрометров.

5.6.3.2. Динамическая SIMS

Динамическая SIMS главным образом используется для профилирования глубины структур тонкой пленки. Кроме источника ионов, для этого прибора требуется линза экстракции ионов рядом с поверхностью образца, электростатический анализатор ионов низкой энергии и квадрупольный или другой масс-спектрометр. Для обеспечения непрерывного распыления

используются большие плотности ионного тока, поэтому в некоторых случаях можно добиться снятия материала с очень высокой скоростью (ангстрем в секунду) с помощью лучей Cs, Ag, O и Ga. Различные ионы распыления изменяют чувствительность и выход ионов. Луч ионов растеривается над областью, представляющей интерес, и сигнал вторичных ионов запирается по растру в более маленькой области для исключения или минимизации эффектов краевой кромки, как показывалось ранее в случае профилирования элементной глубины с помощью AES. В этом режиме работы можно получить очень хорошую разрешающую способность глубины на большой толщине пленки ($\mu\text{м}$).

Ионные сигналы анализируются в мультиплексном режиме. Приборы имеют компьютерное управление, а компьютер задает количество времени, которое тратится на один канал массы. Результирующий профиль наносится на график числа подсчетов в канале как функции времени распыления. Как отмечалось ранее, шкала подсчетов может быть преобразована в количественную шкалу. Шкала глубины может измеряться напрямую с помощью поверхностного пика после того, как произведено распыление образца. По этому преобразованию в концентрации в зависимости от глубины позволяет количественно оценить простые системы материалов.

Элементное профилирование глубины, как правило, выполняется по многим сотням ангстремов материала. Разрешающая способность глубины может в большой степени зависеть от материала. Например, если образец состоит из напыления на кремнии, существует вероятность того, что произойдет атомное смешивание в результате каскадной передачи энергии во время профилирования. В этом случае разрешающая способность глубины будет плохой. В других системах материалов разрешающие способности менее 200 \AA на глубину несколько десятков микронов достигались без особых затруднений.

Динамические системы используются для изучения профилей имплантации с чувствительностями свыше пяти порядков в кристаллических материалах, в частности в кремнии или GaAs. В прошлом применение этого метода относилось к профилированию глубины водорода в кремниевых солнечных батареях. Было установлено, что фоновый водород и водяной пар в камере анализа могут легко заглушить сигнал водорода из образца. Для того, чтобы не допустить этого, требуется вакуум 10^{-11} мм рт. ст. [19]. Для доказательства на рис. 13 показан профиль SIMS-имплантата водорода в кремнии (падающим ионом был Cs^+ 5 кэВ). Фоновое давление водяного пара было изменено с удивительными результатами. При давлении 10^{-7} мм рт. ст. наблюдается только вершина профиля водорода. Когда фоновое давление водяного пара уменьшалось, водород обнаруживался при плотности ниже 10^{19} атомов/ см^3 .

5.6.3.3. Статическая SIMS (времяпролетная SIMS)

Статическая SIMS выполняется с помощью такой же аппаратуры, что используется для динамической SIMS, где ток бомбардирующих ионов уменьшается до уровня, который является достаточно низким и обеспечивает, чтобы распыленные ионы (атомы или молекулы) были вначале бомбардированы распыляющим ионом. Это делает статическую SIMS очень чувствительной к типу поверхности. При низких плотностях тока луч ионов может фокусироваться до диаметра $\sim 1 \mu\text{м}$ и растриваться для получения ионного или молекулярного изображения.

Статическая SIMS выполняется во многих отношениях таким же образом, как стандартная масс-спектрометрия, где получают и интерпретируются масс-спектры. Полимерные и органические материалы могут зондироваться напрямую со значительной разрешающей спо-

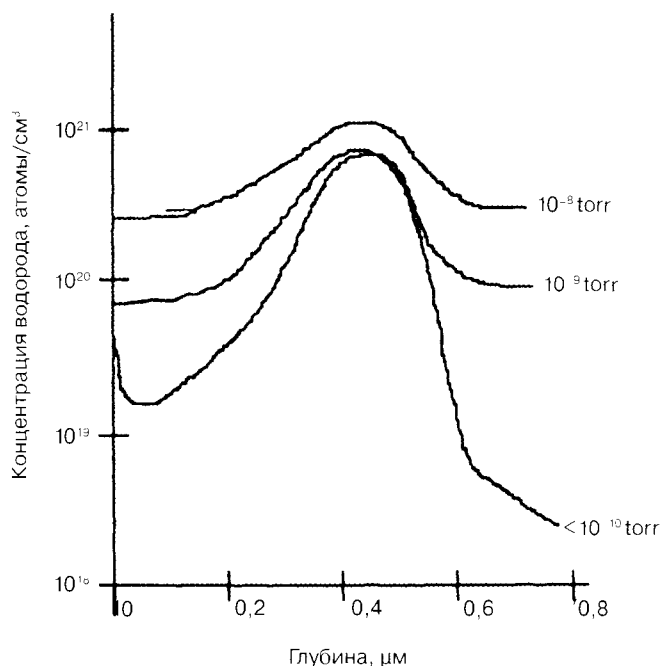


Рис. 13. Профиль глубины имплантации водорода в кремний, который был получен при трех парциальных давлениях H_2O с помощью ионного луча C_6^+ 5 кэВ. По мере уменьшения парциального давления водяного пара чувствительность к водороду увеличивается в результате уменьшения помех [19]

способностью и чувствительностью, позволяя идентифицировать молекулярные ионизированные фрагменты и отсюда виды молекул на поверхностях. Статические спектры SIMS, как правило, трудно интерпретировать, если структура поверхности не является простой. Однако этот метод имел удивительный успех в решении проблем состава материалов. Один подход заключается в том, чтобы использовать то, что именуется методом «дактилоскопических» спектров для идентификации поверхностных видов материала. Типичный дактилоскопический спектр полиэтилен терефталата показан на рис. 14. Идентифицируются два положительных ионных фрагмента [17]. Путем сравнения основных особенностей спектра с особенностями спектра неизвестного материала можно идентифицировать неизвестный материал. Для выполнения этого типа анализа разработаны и разрабатываются сложные компьютерные программы.

В приборах последнего времени используются времяпролетные масс-спектрометры, которые обеспечивают самую большую чувствительность благодаря своей пропускной способности и очень большому диапазону массы с хорошей разрешающей способностью по сравнению с приборами на основе квадрупольного масс-анализатора. Вторичные ионы возбуждаются импульсным ионным лучом. На рис. 15 показана схема типичной времяпролетной SIMS (Charles Evans & Associates). Были изготовлены и выведены на рынок две другие конструкции: ионный микроскоп и ионный микрозонд с магнитным сектором [16, 17, 20]. По сравнению с другими конструкциями приборов времяпролетная SIMS является простой и легкой в управлении. Компьютеризация состоит из сбора данных, которые включают масс-спектры и данные для предоставления ионного изображения; с более высоким током может быть выполнено элементное профилирование глубины.

Получение изображений с помощью статической SIMS стало средством качественного изучения поверхностей материалов. Как правило, это выполняется быстро, потому что одно-

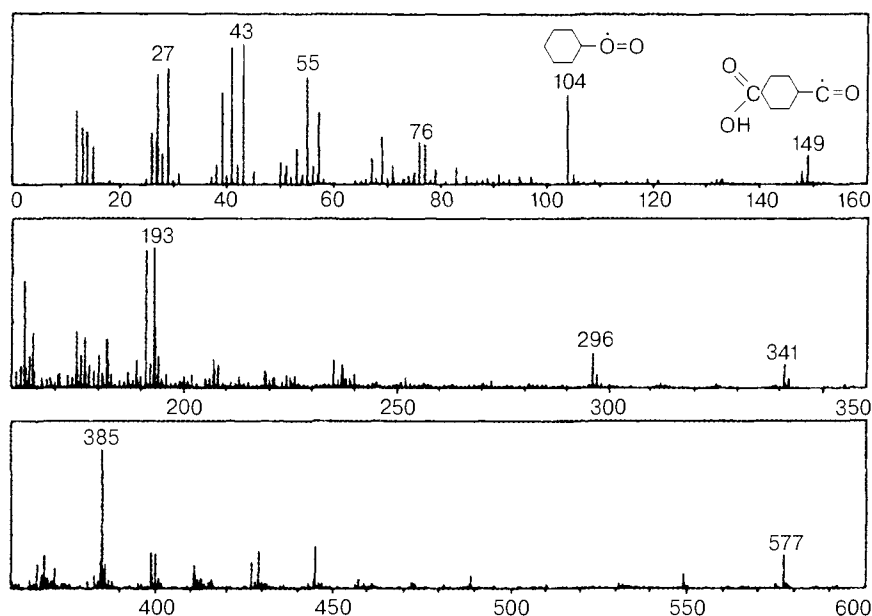


Рис. 14. «Дактилоскопический» спектр положительных ионов PET, полученный на времяпролетной SIMS (источник: S. J. Pachuta, 3M CRL, 1996)

временно собирается весь масс-спектр. Получение изображений ограничивается качественной информацией, так как трудно получить «стандартное» изображение для целей количественного анализа.

5.6.3.4. Спектрометрия обратного рассеяния Резерфорда (RBS)

Спектрометрия обратного рассеяния Резерфорда (RBS) отличается от методов, описанных до сих пор, тем, что в ней используется аппаратура высокой энергии типа аппаратуры для ядерной физики. Она основывается на использовании ионов высокой энергии в качестве зонда и анализирует те же самые ионы при их распылении из анализируемого материала. Источники [13, 18, 21, 22] содержат хороший и подробный обзор этой методики.

Рис. 15. Схематическое изображение системы времяпролетной SIMS. Оба ионных прожектора работают в импульсном режиме (Charles Evans & Associates)



Из физики рассеяния ионов высокой энергии известно, что некоторые частицы, в частности такие, как α -частицы (He^{+1} или He^+) и протоны (H^+), могут рассеиваться с поверхности, где действуют законы классической физики. Как правило, используются α -частицы и рассеиваются классически в диапазоне 1–3 МэВ (10^6 эВ). Это означает, что когда α -частица рассеивается с атома на поверхности материала, и энергия, и момент сохраняются ($\sum E$ и $\sum mV = 0$).

Классическое рассеяние подразумевает, что α -частицы рассеиваются подобно «бильiardным шарам». Для облегчения анализа используется рассеяние на 180° относительно падающего луча для идентификации рассеивающего (рассеивающих) атома (атомов) поверхности.

На поверхности образца энергия α -частицы выражается следующим образом:

$$E_1 = E_0 \left[1 - \left[\frac{M_\alpha M_\chi}{(M_\alpha + M_\chi)^2} \right] (1 - \cos \theta) \right], \quad (2)$$

где $\theta \approx 180^\circ$, E_1 — это рассеянная энергия, E_0 — это первичная энергия и M_χ — это неизвестная масса.

Уравнение 2 упрощается до $[(M_\chi - 4)/(M_\chi + 4)]^2$ при 180° . Сравнивая энергию обратно рассеянной α -частицы с энергией первичного луча, можно идентифицировать рассеивающий атом. Соотношение E_1/E_0 известно под названием кинетического коэффициента и заносится в таблицу [18, 21]. Элементная чувствительность зависит от поперечного сечения рассеяния Резерфорда, которое для угла 180° просто составляет

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = 4(Z_\alpha Z_\chi e^2 / 4E_0)^2, \quad (3)$$

где e — это заряд электрона ($1,6 \cdot 10^{-19}$ кулонов), E_0 — это энергия луча и Z — это атомный номер.

Выражение становится несколько более сложным, когда $\theta \neq 180^\circ$. На рис. 16 показан пример, где на угледе осажден очень тонкий слой кремнезема. Пики Si и O соответствуют E_1 согласно расчету из уравнения (3). Пики кремния и кислорода хорошо отделены, но не очень

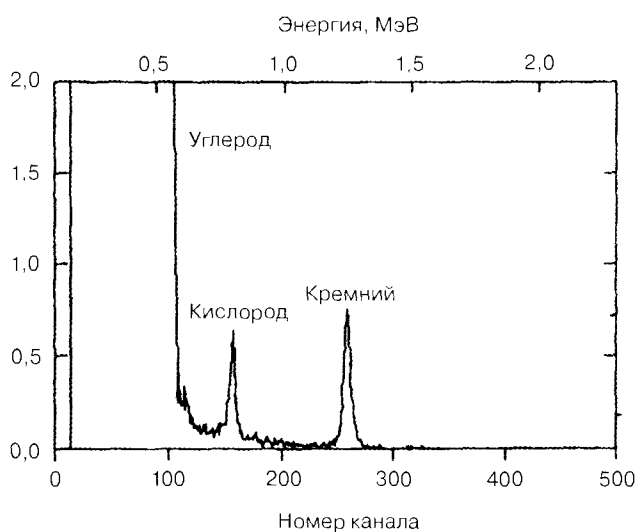


Рис. 16. Типичный RBS-спектр очень тонкого слоя кремнезема на углеродной подложке

интенсивны, что объясняется уравнением (4). Относительная чувствительность становится больше по мере увеличения атомного номера и находится в пределах двух порядков во всей периодической таблице. Однако разрешающая способность неизвестной энергии становится меньше по мере увеличения Z или увеличения чувствительности.

Анализ тонкой пленки возможен потому, что α -частицы рассеиваются с атомов под поверхностью пленки; α -частицы теряют энергию, dE/dx , где x — это глубина вхождения в пленку при их движении через тонкую пленку (потеря энергии происходит главным образом через взаимодействия электронов). Потеря энергии — это функция массы мишени, она известна под названием «сечение торможения» или «тормозная способность». dE/dx представляется в рассчитанной таблице как функция энергии частицы и атомного номера рассеивающего атома. Единицы представлены в эВ \cdot см²/10¹⁵ атомов, и отсюда шкала глубины для данных тонкой пленки — это функция атомной плотности материала. Определение толщины пленки является разумно точным и при наличии достаточно мощного программного обеспечения сырые данные могут быть напрямую преобразованы в элементный профиль глубины.

Выполняя эксперимент прямого рассеяния, где α -частицам разрешается ударяться о поверхность образца под малым углом, рассеянные α -частицы могут отфильтровываться с помощью тонкого алюминиевого окна и детектора частиц, помещенного соосно с траекторией α -частиц. Эта система будет собирать протоны, выбитые из твердого вещества падающими α -частицами; α -частицы не ударяют детектор частиц, но прогоны могут легко пересекать алюминиевое окно и собираться. Это известно под названием «переднее рассеяние с отдачей» (FReS) и используется для получения профилей глубины водорода.

По мере увеличения энергии луча генерируются γ -лучи. Они являются результатом взаимодействия α -частиц с ядрами атомов. γ -луч является элементарно специфичным и производится при очень специфичной падающей кинетической энергии. В результате этого, поскольку α -частицы теряют энергию, отдавая ее системе материала, может быть получен псевдопрофиль глубины посредством варьирования энергии падающего луча и построения графика выхода γ -луча как функции потери энергии, которая преобразуется в глубину. Выход может преобразовываться в количественную элементную концентрацию.

Основные инструменты

Аппаратура, необходимая для выполнения RBS и FReS (переднее рассеяние с отдачей), показана на рис. 17. Основная часть системы — это ускоритель ионов. Эта система электростатически ускоряет ионы до потенциала <4 МэВ. Энергия иона определяется ускоряющим напряжением, прикладываемым к ускорителю. Электроны He ускоряются до 1 МэВ и затем лишаются электронов для того, чтобы произвести He⁺ или He²⁺. Ионы He⁺ ускоряются до потенциала заземления, теряя 2 МэВ. В случае He²⁺ альфа-частицы получают потенциал 2 МэВ, ускоряясь до заземления. Общая энергия альфа-частиц составляет либо 2, либо 3 МэВ для приложенного ускоряющего потенциала 1 МэВ.

Альфа-частицы направляются с помощью отклоняющегося магнита. Это действует как селектор для обеспечения чистого луча альфа-частиц. После центровки луча на образце на конечной станции большинство приборов оснащается коллиматором для ограничения размера луча диаметром 1–2 мм на образце.

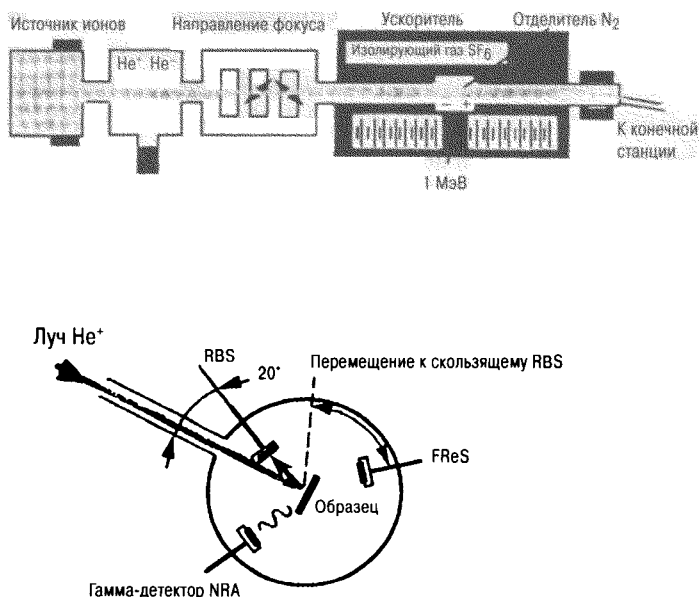


Рис. 17. Типичная RBS-система с использованием ускорителя высокой энергии и конечной станции, оснащенной стандартным детектором частиц RBS, детектором фотонов ядерной реакции и передним детектором отдачи (используемым для обнаружения водорода)

Конечная станция состоит из высоковакуумной камеры (10^{-8} мм рт. ст.). Лучшие конечные станции работают в сверхвысоком вакууме. Конечная станция оснащена двумя детекторами частиц и детектором γ -частиц. Детекторы частиц используются для получения данных RBS и FReS или RBS угла скольжения между падающим лучом и поверхностью, в то время как детектор γ -частиц используется только для обнаружения γ -частиц. Для этих анализов образец позиционируется с помощью стадии гониометра. Некоторые конечные станции снабжены аналитической аппаратурой поверхности, в частности AES, для дальнейшего увеличения эффективности и гибкости прибора.

5.6.4. Получение сверхвысокого вакуума и системные критерии анализа поверхности

Из предыдущих разделов ясно, что анализ поверхности должен осуществляться в условиях сверхвысокого вакуума. У четырех рассмотренных методов имеется значительное сходство в конструкции аналитической камеры, требованиям к вакууму и т. д.

За последние 30 лет вакуумная техника претерпела большие изменения. Вакуумные системы, используемые для коммерческого анализа материалов, в большой степени зависят от создания надежного сверхвысокого вакуума с разумными затратами. Как указывалось в подразделах 2.4 и 4.2 настоящей книги, большинство систем сверхвысокого вакуума производятся с использованием конструкции из коррозионностойкой стали и медных металлических уплотнений в виде, например, уплотнений Конфлэт™. Уплотнения между металлами и конструкциями из коррозионностойкой стали могут поддерживать вакуум в области 10^{-11} мм рт. ст. Многие системы имеют либо ионную, либо криогенную откачку, и в некоторых случаях, где газовые нагрузки большие, используются титановые сублимационные насосы и холодные панели.

5.6.4.1. Система ввода и манипуляции образцом

В целях поддержания хороших условий сверхвысокого вакуума для анализа поверхности в аналитической вакуумной камере производители оснащают свою аппаратуру воздушными запорными системами быстрого действия. Детальная конструкция видоизменяется в зависимости от характера технологии и системы манипуляции образцом в аналитической камере. Большинство систем, как правило, состоят из устройств манипуляции и транспортировки образца, быстро откачивающей системы, которая понижает давление вспомогательной камеры от давления воздуха до условий, близких к сверхвысокому вакууму, и вспомогательной камеры небольшого объема для сокращения времени откачки.

Конструкция из коррозионностойкой стали используется повсеместно как в воздушном шлюзе, так и в аналитической камере. Вспомогательная камера, как правило, имеет металлическое уплотнение и может иметь одно окно с уплотнением в виде уплотнительного кольца для быстрого ввода образца. Все без исключения современные системы оснащены турбомолекулярной откачивающей системой малого размера, хотя в некоторых системах, используемых в академических областях, по-прежнему применяются ионные и сорбционные вакуумные насосы для откачки камеры с воздушным шлюзом. Установлено, что ионные насосы работают медленно и во многих случаях не способны справиться с газовой нагрузкой от образцов. Как правило, используются турбомолекулярные насосы с производительностью в диапазоне от 50 до 200 л/с в зависимости от размера трубопроводов, используемых для предварительного разрежения системы, а также в зависимости от того, где расположен механический насос. В механических насосах, используемых для форвакуумной поддержки турбомолекулярных насосов, используется встроенный масляный фильтр, который должен периодически заменяться для того, чтобы не допускать попадания насосного масла в камеру турбомолекулярного насоса (см. подраздел 2.3.3). Камеры снабжены системой очистки сухим азотом при атмосферном давлении. Это сокращает количество водяного пара, который может адсорбироваться на стенках камеры из коррозионностойкой стали.

Время откачки зависит от времени, в течение которого камера находится под действием воздушной/сухой азотной продувки, а также от образца (ов), вводимых в аналитическую камеру. Короткое время откачки требуется для материалов, которые не дегазируются: например металлов и неорганических полупроводников, а также неорганических диэлектриков. Система ввода должна быть настроена на цикл от атмосферы высокого вакуума 10^{-7} мм рт. ст. с длительностью откачки от 5 до 10 минут. Однако многие полимерные материалы имеют тенденцию к газовыделению и отсюда возникает потребность в продолжительной откачке до ввода в аналитическую камеру. Большая часть дегазирования должна осуществляться в камере ввода для того, чтобы поддержать главную камеру в чистом состоянии. Это делается с воспроизводимыми результатами всеми современными производителями аналитической аппаратуры, где базовое давление равняется 10^{-9} мм рт. ст. или меньше.

Ввод образца, как правило, выполняется с помощью горизонтальной системы. Подробные характеристики системы колеблются в зависимости от типа используемой в главной аналитической камере манипуляции образцом. Некоторые производители вводят один образец на одну откачку. Образец стыкуется на станции в высоковакуумной системе. Если в камеру необходимо ввести более одного образца, образцы должны обрабатываться последовательно. В других системах при одной откачке транспортируется много образцов. Эти системы опять-таки основаны на горизонтальной системе ввода, которая имеет компьютерное или ручное управление.

В аналитической камере система манипуляции образцом опять-таки у разных производителей бывает разной, но во всех случаях состоит минимум из манипуляции x - y - z - θ . Положение образца может управляться компьютером или задаваться вручную. Для многообразового анализа необходима автоматизация. Это делается с помощью управляемых компьютером моторных приводов на манипуляторе, где положения образцов могут вручную заноситься в систему. В некоторых более сложных системах положение образца может заноситься в компьютер посредством видеоотбора. Этот тип манипуляции образцом используется в тех случаях, когда позиционирование образца должно быть слишком точным. Перепозиционирование образца в пределах нескольких микрон находится в пределах возможности системы.

При выполнении субмикронного анализа, в частности в случае AES с малым пятном или SIMS с малым пятном, предпочтительной является ручная манипуляция образцом. Полезно иметь возможность видеть точку анализа посредством видеонаблюдения образца (через вторичное электронное изображение). Это обеспечивается как в приборах AES, так и SIMS (как времяпролетной SIMS, так и динамической SIMS). Манипуляторы x - y - z - θ используются для выполнения необходимых пространственных маневров, требующихся для установки образца для анализа. Многие гониометры способны выполнять эцентрическую юстировку. При такой центровке образец может поворачиваться, не меняя позиции, необходимой для анализа.

В современных системах имеются зажимные приспособления либо для нагревания, либо для охлаждения образца во время аналитического процесса. В некоторых приборах AES и XPS охлаждение и нагревание являются неотъемлемой частью манипулятора образца. Кроме повседневных измерений, такие станции могут быть полезными при выполнении анализа *in situ*. Другие приборы оснащаются вспомогательными камерами, которые обеспечивают операции подготовки образца, в частности операцию очистки. Это оборудование полностью совместимо со сверхвысоким вакуумом.

5.6.4.2. Встроенные аналитические системы

Полупроводниковая промышленность находится в лидерах применения высокотехнологических приборов, предназначенных для анализа поверхности. Большая доля работы, которая выполняется при производстве интегральных схем и полупроводниковых устройств, предусматривает подготовку чистых, высоко ориентированных, субмикронных тонкопленочных структур на очень чистых поверхностях, которые сами могут быть тонкопленочными структурами. Химическая чистота имеет критическое значение. На хорошо оснащенных производственных участках приборы встраиваются в оборудование чистового помещения для выполнения вторичной электронной микроскопии и в некоторых случаях AES и других связанных со структурой методов. Существенную роль играет включение аналитических приборов в производство высокотехнологичных устройств, материалов и структур.

Литература

1. K. Siegbahn et al. ESCA, Atomic, Molecular and Solid State Structure Studied by Means of Electron Spectroscopy (Almqvist and Wiksells, Uppsala, 1967).
2. Handbook of X-ray and Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy, edited by D. Briggs (Heyden, London, 1977).
3. Practical Surface Analysis. Vol. 1 edited by D. Briggs and M. P. Seah (Wiley, Chichester, England, 1990).

4. J. F. Moulder, W. F. Stickle, P. E. Sobol, and K. D. Bomben, *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy* (Perkin-Elmer, Eden Prairie, MN, 1992).
5. G. Beamson and D. Briggs, *High Resolution XPS of Organic Polymers* (Wiley, Chichester, England, 1992).
6. L. E. Davis, N. C. MacDonald, P. W. Palmberg, G. E. Riach, and R. E. Weber, *Handbook of Auger Electron Spectroscopy*, 2nd ed. (Physical Electronics, Eden Prairie, MN 1976).
7. *Handbook of Auger Electron Spectroscopy* (JEOL Ltd., Tokyo, 1982).
8. *Auger Electron Spectroscopy*, Michael Thompson, et al. (Wiley-Interscience, New York, 1985).
9. *Auger Electron Spectroscopy*, edited by C. L. Briant and R. P. Messmer (Academic Press, Boston, 1988).
10. For example, see G. Hertzberg, *Atomic Spectra and Atomic Structure* (Prentice Hall, Englewood Cliffs, NJ, 1937).
11. F. J. Himpsel, F. R. McFeely, A. Taleb-Ibrahimi, and J. A. Yarmoff, in *The Physics and Chemistry of SiO₂ and the Si-SiO₂ Interface*, edited by C. R. Helms and B. E. Deal (Plenum Press, New York, 1988).
12. J. H. Scofield, *J. Electron Spectrosc. Rel. Phenom.*, 8 (1976) 129.
13. G. A. Somorjai and H. H. Farrell, *Advan. Chem. Phys.*, 20 (1970) 215.
14. J. J. Lander, *Progress in Solid State Chemistry*, Vol. 2 (Macmillan, New York, 1965).
15. G. A. Somorjai, *Principles of Surface Chemistry* (Prentice-Hall, Englewood Cliffs, NJ, 1972).
16. *Introduction to Surface Chemistry and Catalysis*, Gabor A. Somorjai (Wiley, New York, 1994).
17. *Fundamentals of Surface and Thin Film Analysis*, Leonard C. Feldman and James W. Mayer (North-Holland, New York, 1986).
18. C. W. Magee, W. L. Harrington, and R. E. Honig, *Rev. Sci. Instrum.*, 49 (1978) 477.
19. J. A. McHugh, *Secondary Ion Mass Spectrometry*, in *Methods of Surface Analysis*, edited by A. W. Czanderna (Elsevier, New York, 1975).
20. A. Benninghoven, F. G. Rudenauer, and H. W. Werner, *Secondary Ion Mass Spectrometry* (Wiley, New York, 1987).
21. A. E. Morgan, *Secondary Ion Mass Spectrometry*, in *Characterization of Semiconductor Materials*, Vol. 1, edited by G. E. McGuire (Noyes, Park Ridge, NJ, 1989).
22. *Handbook of Modern Ion Beam Materials Analysis*, edited by J. R. Tesmer, M. Nastasi, J. C. Barbour, C. J. Maggiore, and J. W. Mayer (MRS, Pittsburgh, 1995).
23. C. W. Magee and E. M. Botnick, *J. Vac. Sci. Technol.*, 19 (1981) 47.
24. J. H. Thomas, III, and B. L. Bentz, *Surface analysis in Electronic Materials Handbook*, Vol. 1: Packaging (ASM International, Metals Park, OH, 1989).
25. *Backscattering Spectrometry*, W.-K. Chu, J. W. Mayer, and N.-A. Nicolet (Academic Press, San Diego, 1978).
26. W. D. Mackintosh, *Rutherford scattering in Characterization of Solid Surfaces*, edited by P. F. Kane and G. B. Larrabee (Plenum Press, New York, 1974).

ГЛАВА 6

ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ПРОЦЕССЫ В УСЛОВИЯХ ВАКУУМА

6.1. Рулонная технология нанесения вакуумных покрытий

Уильям Б. Роббинс
3M Corporate Research Laboratories
Thin Film Technology Resources

6.1.1. Общие сведения о рулонной технологии нанесения вакуумных покрытий

6.1.1.1. История рулонной технологии нанесения вакуумных покрытий

В 1917 г. на коммерческой основе были произведены напыление тонкопленочных резисторов на длинные стеклянные стержни. В начале 1930-х гг. выпускались конденсаторные материалы, изготовленные из вакуумных металлизированных бумажных тканей с использованием таких современных технологий, как полировочный лак из нитроцеллюлозы и серебряная нуклеация цинкового покрытия. Материал был произведен посредством полунепрерывного процесса вакуумного нанесения покрытий на рулонные материалы. Данная технология является главной темой настоящего подраздела. Вакуумный процесс и оборудование для данной конденсаторной пленки были разработаны в Германии. На рис. 1 показана фотография этой первой установки нанесения покрытий на рулонные материалы.

В конце 1930-х гг. Пеннинг заметил, что магнитноограниченные плазмы увеличивали скорости распыления с катодов. Это было начало распыления с применением магнитов. Также Джон Стронг произвел алюминирование больших зеркал телескопа, в конечном итоге диаметром 200 дюймов; кроме того, в производство были запущены алюминированные автомобильные фары.

С середины 1930-х до середины 1950-х гг. многие процессы вакуумного осаждения развивались в коммерчески жизнеспособную технологию в системах металлизации рулонных материалов. В начале 1950-х гг. впервые использовались встроенные камеры для измерения электропроводности осажденных пленок внутри вакуумной системы в бесконтактном режиме. Возможность бесконтактного наблюдения и контроля является важным требованием технологии вакуумного покрытия: было разработано сложное оборудование для наблюдения и контроля свойств осажденных материалов и параметров процесса. К 1953 году материал с обратным отражением для дорожных знаков 3M, используемый для изделий управления дорожным движением, был запущен в производство, где в качестве основного производственного этапа применялось вакуумное осаждение.

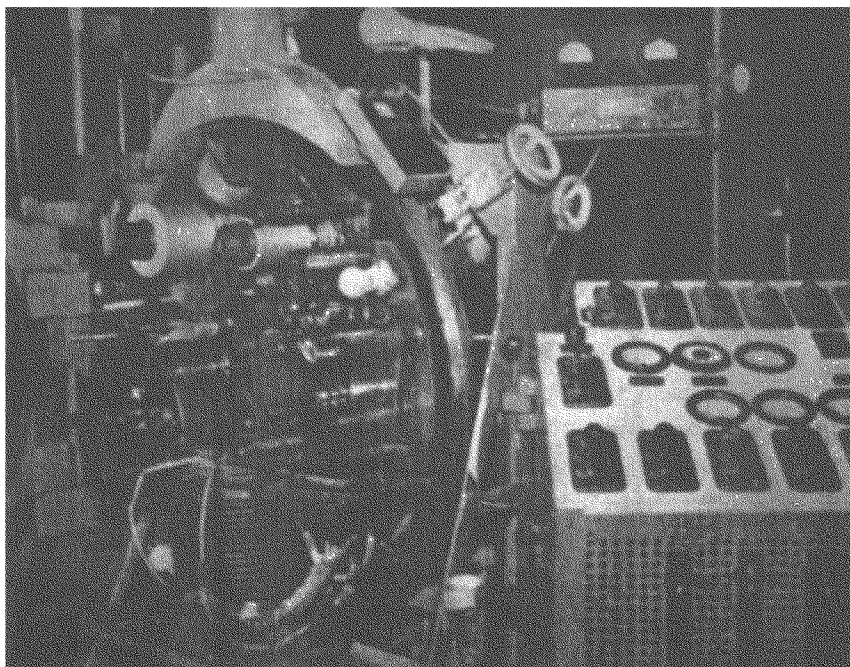


Рис. 1. Вакуумная установка для нанесения покрытия на рулонные материалы (1930-е гг.) (источник: с разрешения Коллина Х. Александра, частная переписка)

6.1.1.2. Обзор применяемых материалов

С приходом технологии производства пластиковой пленки и бумажной технологии стали реальными вакуумные процессы осаждения материалов на большой площади рулонных материалов. Эти прочные, тонкие и гибкие пластмассовые и бумажные подложки, как правило, называются «рулонами». Системы вакуумного нанесения покрытий варьируются от очень небольших лабораторных установок нанесения покрытий, использующих рулоны шириной 4 дюйма, и заканчивая большими установками с шириной рулонов 120 дюймов или 3 м. Типичные коммерческие установки наносят покрытие на рулоны шириной от 40 до 60 дюймов (1—1,5 м). Использование более широких рулонов сильно удешевляет процесс, если оборудование эксплуатируется оптимально. Процесс является всесторонним, относительно дешевым и экологически чистым.

В больших современных вакуумных системах рулон загружается и пропускается через установку автоматически, камера откачивается, и начинается осаждение. Один рулон может весить 450—3500 кг и иметь площадь от 10 тысяч до 90 тысяч квадратных метров. Материал покрывается во время одного цикла откачки, в реальности это полунепрерывный процесс, но часто называемый непрерывным нанесением покрытия. Время откачки может составлять всего 5—10 минут, как правило, 15—30 минут до запуска осаждения, несмотря на то, что давление, требующееся для большей части вакуумного покрытия, составляет порядка $3 \cdot 10^{-4}$ до $3 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст. Даже для процессов распыления, где значения давления составляют около $(3-6) \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст., на фоновые газы должно, как правило, приходиться менее нескольких процентов от общего количества газа распыления и даже меньше — для осаждения материалов, особенно чувствительных к реакции с фоновым газом. Иногда используется по-

настоящему непрерывный процесс воздух—вакуум—воздух, но этот процесс редко является экономичным для нанесения покрытий на рулонные материалы с использованием гибких подложек и не будет рассматриваться в настоящем подразделе. Такой процесс воздух—вакуум—воздух, как правило, и обоснованно используется для нанесения покрытий на стекло.

Типичные скорости металлизации рулонов для наиболее часто осаждаемого материала — паров алюминия — могут достигать 15 м/с. Для многих других материалов и процессов в основном используется скорость приблизительно 2 м/с. Пленки, осаждаемые в различных вакуумных процессах, имеют толщину в пределах от 1 нм до 600 нм; наиболее распространенной является толщина от 30 до 180 нм. Для улучшения адгезии, модификации нуклеации и морфологии выращивания пленок часто осаждается дополнительный слой перед первичным осаждением тонкой пленки; эта практика аналогична технологии, используемой в периодическом нанесении покрытий. Как правило, такой слой имеет толщину от 0,1 до 10 нм. Покрытия, как правило, ограничиваются несколькими слоями пленок как по экономическим причинам, так и из-за ограничений, накладываемых свойствами гибких подложек.

Хотя рулонные материалы очень удобны в качестве подложек для вакуумного покрытия, они несут с собой многочисленные проблемы: газовыделение, низкий модуль упругости, температурные ограничения и влагопроницаемость. Свойства подложек также способствуют ухудшению адгезии и высоким скоростям коррозии осажденных пленок. Эти проблемы значительно сокращаются при нанесении покрытий на неорганические материалы, в частности стекло.

Два очень распространенных вида применения этой технологии включают производство упаковочных материалов и конденсаторных пленок. Вакуумные системы нанесения покрытий на широкие рулоны были оптимизированы для производства упаковочных изделий, как правило, полиэфира с алюминиевым покрытием. Широкие системы покрытия также обеспечивают материалы, обслуживающие архитектурные рынки, где большая ширина рулонов часто имеет существенное значение. Вакуумные системы для рулонной металлизации конденсаторов были оптимизированы при более узких значениях ширины, от 0,6 до 1 м, поскольку в этом виде применения используются очень тонкие материалы. Эти системы покрытия конденсаторов требуют технологии для создания продольных полос или лент непокрытого материала подложек, как правило, с использованием масляного маскирования или, в прошлом, непрерывных металлических лент, перемещающихся на подложке, в качестве контактных теневых масок.

6.1.2. Типичные виды продукции

Эти виды продукции производятся посредством вакуумного нанесения покрытий на рулонные материалы в рамках технологии полунепрерывного процесса. Производство упаковочных материалов не сравнимо по объемам со всеми другими видами применения, вместе взятыми.

Упаковочные материалы и герметичные вакуумные упаковки

Пакеты для закусок (картофельные чипсы)

Пленки с пониженной проницаемостью

Упаковки для медицинской продукции

Транспортировочная упаковка

Декоративные виды продукции

«Полиэфирные» шары

Оберточная бумага и пленки

Электрические виды продукции

- Конденсаторные пленки
- Материалы гибких схем
- Материалы для межсоединений в ИС
- Материалы для поглощения микроволн
 - Нагревание пищи
 - Маскировочные изделия
- Прозрачные проводники
- Специализированные антенны

Оптические виды продукции

- Знаки с обратным отражением
- Зеркальные пленки
- Изделия для контроля солнечного излучения
 - Отражающие покрытия для окон
 - Оконные пленки нейтральной плотности
 - Оконные пленки спектральной селективности
- Отражающая тепловая изоляция
 - Вакуумированная тепловая изоляция
- Защитные ткани
 - Теплоотражающие противопожарные костюмы
- Покрытия для уменьшения бликов
- Цветовые фильтры
- Оптические записывающие материалы
- Инфракрасные поглотители

Печатная продукция

- Офсетные печатные формы
- Защитные типографские краски

Электрооптические виды продукции

- Фотодатчики
- Электрохромика
- Рентгеновские детекторы

Твердые покрытия, материалы для уменьшения трения.

6.1.3. Материалы и технологические процессы, используемые для нанесения вакуумных покрытий

6.1.3.1. Понятия процесса нанесения покрытий на рулонные материалы

Типичными требованиями к тонкопленочным покрытиям являются адгезия к подложке, коррозионная стойкость, а также воспроизводимые оптические и электрические свойства. Эти свойства являются частью понятия «функциональных» пленок. Следующие шесть основных

этапов процесса способствуют достижению этих свойств функциональных пленок во время вакуумного нанесения покрытий:

1. Проведение газовой выделенки рулонов во избежание загрязнения вниз по ходу потока для модифицирования свойств полимера, входящего в рулоны.
2. Грунтовка поверхности рулонов, изменяющая химический состав и механические свойства для улучшения адгезии, например, путем воздействия на рулоны плазмы соответствующего состава.
3. Осаждение тонкой пленки для нуклеации последующего первичного осаждения; эта первая тонкая нуклеационная пленка позволяет контролировать рост и морфологию основной пленки и может также выступать в качестве барьера и катализатора адгезии.
4. Осаждение первичной пленки с минимумом пустот и примесей.
5. Осаждение защитного верхнего покрытия.
6. Мониторинг соответствующих свойств на линии в бесконтактном режиме.

Все эти этапы, как правило, выполняются последовательно в пределах вакуумной установки для нанесения покрытий. Это означает, что рулоны проходят только один раз от разматывающего рулона на заматывающий рулон, находясь все время в вакуумной установке по нанесению покрытий, выполняя «однопроходный» процесс. Этапы, безусловно, оптимизируются в соответствии с каждым видом продукции, и каждый этап не является всегда необходимым или соответствующим. Для материалов, требующих минимальной функциональности, некоторые этапы часто являются упрощенными или даже необязательными.

Материалы для осаждения

С помощью по крайней мере одного из методов вакуумного осаждения, описанных подробно далее, приводим список, включающий несколько материалов из множества, которые могут осаждаться на соответствующие рулоны для достижения широкого разнообразия функциональных свойств и видов продукции.

Металлы: Al, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Pt, Pd, Rh, Sn, In, Ti, Zr, Hf, V, Cr, Fe, Co, Ni, Nb, Li, Mg, Ca, Se, Te, Bi и т.д.

Сплавы: коррозионностойкие стали, NiCrFe (InconelTM), NiCu (MonelTM), FeCo, FeNi, NiCr (NichromeTM, NimonicTM), магнитные материалы

Соединения:

Оксиды: SiO_2 , In_2O_3 , TiO_2

Нитриды: TiN

Карбиды

Сульфиды

Фториды: MgF

Интерметаллические соединения и керамические/металлические смеси

Органические вещества: мономеры, олигомеры, пигменты, краски.

Вакуумные процессы, посредством которых могут осаждаться эти материалы, являются по природе как физическими, так и химическими. Эти процессы осаждения, следовательно, подразделяются на физическое и химическое осаждение из паровой фазы. Несколько ключевых требований к источникам осаждения того и другого типа являются важными, если источники должны использоваться для нанесения покрытия на рулонные материалы. Сюда входит требование, чтобы источники осаждения были надежными и экономичными, имели продолжи-

тельный срок службы, а также высокие и стабильные скорости осаждения. Физическое паровое осаждение описано в [1]; следующая обработка ориентирована на конкретные требования нанесения покрытий на данные рулонные материалы.

Испарение

Достаточно высокая температура обеспечивает адекватное давление пара для испарения большинства материалов. Испарение не является эффективным для любого материала. Вместо испарения, однако, некоторые металлы реагируют с тигелями: различные неорганические соединения диссоциируют; составляющие сплавов могут выборочно испаряться; некоторые органические материалы разлагаются, обугливаются или затвердевают.

Общие сведения

Во всех процессах испарения следующие вопросы являются преобладающими факторами в определении эффективности покрытия и его внешнего вида: скорость осаждения, материалы, подлежащие осаждению, свойства подложек (рулонов), состав остаточного газа и наличие остаточного газа.

Давление в камере должно быть достаточно низким, чтобы позволить материалам, имеющим приемлемые свойства, быть подвергнутыми осаждению. Как правило, причиной, которую называют для уменьшения давления в камере, является увеличение средней длины свободного пути выпариваемого вещества, но реакция между газом и выпариваемым веществом, как правило, является более важной причиной уменьшения остаточного давления. При очень высоких скоростях осаждения остаточный газ не находится в равновесии внутри луча выпариваемого вещества. Как скорость выпаривания, так и «геттерирования» (газопоглощения) свежесаживаемыми реактивными металлами определяют эффективное «давление» во время осаждения. Давление является хорошо определенным, только когда газ находится в гидростатическом равновесии, поэтому давление остаточного газа внутри потока выпариваемого вещества не является особенно полезным понятием. Измерение давления в удаленном месте в камере также не является надежным показателем тех свойств пленки, которые являются следствием реакции с остаточным газом. Более реалистичное определение этих свойств, на которые оказывает воздействие остаточный газ, обеспечивается бесконтактным мониторингом свойства материала, фактически осаждаемого на рулоны. Электрические и оптические свойства определяются содержанием кислорода в осажденном материале; остаточный газ также воздействует на нуклеацию и рост морфологии первичного осаждения.

И инфракрасная радиация, и теплота конденсации передают значительные количества теплоты материалу рулонов, т. е. теплоты, которая часто должна минимизироваться. Когда мощность, подаваемая на источник испарения, увеличивается, поток выпариваемого вещества, эмитируемого источником, увеличивается быстрее излучательной способности источника выпариваемого вещества. Это связано с тем, что давление пара увеличивается экспоненциально (в геометрической прогрессии) в зависимости от температуры, в то время как излучательная способность увеличивается пропорционально только четвертой степени температуры. Таким образом, для фиксированной толщины покрытия большая мощность, подаваемая на испаряющиеся источники, как правило, приводит к сокращению нагревания рулонов, образованию морщин и деформации покрытия. Для контроля температуры во время осаждения обрабатываемые рулоны могут соприкасаться с охлажденными или подстуженными рулонами; этот контроль температуры является существенным для тонких рулонов, имеющих низ-

кую теплоемкость. Кроме того, поскольку нагревание подложки уменьшается при осаждении материала, отражающего инфракрасное излучение, такие материалы легче производить, чем материалы, поглощающие инфракрасное излучение.

Теплота излучения от источников испарения является значительной; поэтому для контроля нагревания, вызываемого тепловым излучением, используются водоохлаждаемые экраны и экраны излучения. Особое значение имеет необходимость экранирования рулонов от подающей проволоки, как правило, поставляемой на пластмассовых катушках или бобинах. Для того чтобы можно было обеспечить нагревание и охлаждение источников испарения, в процессах теплового испарения существенное значение имеют водоохлаждаемые заслонки; в противном случае значительные количества рулонов будут потрачены впустую, если перемещать их с большой скоростью для предотвращения теплового искажения.

Упомянутые выше заслонки обеспечивают еще одну функцию, поскольку они могут оставаться частично закрытыми, предоставляя поверхность свежесосажденного металла, на которой реагирует остаточный газ. Хотя заслонки, как правило, закрываются только в такой степени, чтобы уменьшить скорость осаждения приблизительно на 10%, в результате этого обычно получают осаждения более высокой чистоты и плотности. Большинство реакций между выпариваемым веществом и остаточными фоновыми газами являются гетерогенными или поверхностными реакциями; гомогенные реакции или реакции газовой фазы являются редкими.

Для источников испарения используются различные средства нагревания, включая резистивные, индуктивные источники теплоты и нагревание электронным лучом, при этом каждое из этих средств описывается в указанной выше последовательности с акцентом на его характеристики при использовании для нанесения покрытий на рулонные материалы.

1. Резистивное нагревание

Резистивное нагревание с помощью композитных интерметаллических стержней в качестве источника испарения используется приблизительно в 90% установок нанесения покрытий на рулонные материалы. В большинстве случаев — это испарение алюминия в виде проволоки, сплава 1199, чистоты 99,99%, используемой в системах подачи проволоки, имеющих независимое управление скоростью для каждого мотка проволоки. Стержни нагревателя должны быть электрическими проводниками; они состоят, как правило, из композитов TiB_2 , BN и AlN со специально подготовленным составом для минимизации эрозии. Стержни нагревателя располагаются на расстоянии приблизительно 0,15 м (6 дюймов) друг от друга по ширине рулонов, причем самые крайние стержни центрируются под краем рулонов. Для очень высокоскоростного покрытия алюминия используется два ряда стержней, расположенных под рулонами, как правило, в шахматном порядке по отношению к первому ряду.

2. Индуктивное нагревание

Индуктивное нагревание используется приблизительно в 7% установок для нанесения покрытий на рулонные материалы, в которых применяется осаждение алюминия или аналогичных металлов, в частности, таких как медь или серебро. Полупроводниковые переключающиеся источники питания, или в прошлом, двигатель-генераторные установки обеспечивают питание в диапазоне частоты от 10 до 100 КГц для индуктивных susceptоров, нагревания материала тигля или непосредственно выпариваемого металла.

Во время индуктивного нагрева часто наблюдается выплескивание маленьких металлических шариков из лодочек или тиглей. Беспокойство также вызывает поперечная неоднородность рулонов покрытия при использовании подобных методов нагрева. Разбрызгивание и неоднородность покрытия можно значительно уменьшить посредством тщательной конструкции лодочки, подбора материала лодочки и конструкции индуктора. В зависимости от выпариваемого материала ресурс тигля может представлять собой неразрешимую проблему.

3. Нагревание электронным лучом

На нагревание электронным лучом приходится 2% нанесения покрытий на рулонные материалы; типичными значениями напряжения является диапазон от 10 до 40 кВ. Как правило, дуги вызывают нестабильность в скоростях осаждения: дуги образуются, когда давление слишком высокое или когда межслойные соединения и изоляторы загрязняются, в особенности магнитными материалами. Дуги можно минимизировать, используя прожекторы электронного луча с дифференциальной откачкой, сокращая давление внутри прожекторов и их загрязнение. Косвенно нагреваемый электронный эмиттер улучшает ресурс нити. Надежность источника питания — это также постоянно повторяющаяся трудность для многих систем электронного луча.

Стержни, пропущенные через нижнюю часть тигля, или проволока, опущенная в расплавленную ванну материала, позволяют получить гораздо более длительные циклы осаждения, чем обеспечивается инвентаризацией материалов в лодочке или тигле в начале цикла. Такие методы являются особенно важными при попытках контроля состава испаряемого сплава путем содействия стабилизации уровня расплава.

Управление составом сплава реализуется легко, когда сплав испаряется конгруэнтно. Конгруэнтное испарение аналогично азеотропу (постоянно кипящая смесь), обеспечивающему фиксированный состав при испарении: NiFe (15%) (Пермаллой) — это хороший пример, так же как и SiGe. Материалы, значительно приближающиеся к составу конгруэнтного выпариваемого вещества, могут осаждаться путем фокусировки электронного луча на малое пятно на стабильном уровне расплава. Это малое пятно является крайне нагретым, и диффузия в расплаве ограничивает доступность и наличие компонента более высокого давления пара. Использование подачи стержня или подачи проволоки так, как описано, может обеспечить необходимый контроль уровня расплава. Примером осажденного материала с использованием этой процедуры является NiCr (17%) (Nichrome™).

Материалы тиглей и лодочек

Материалы, из которых изготовлены тигли, или футеровки, часто в значительной степени ограничивают процесс испарения, поскольку некоторые расплавленные металлы агрессивно действуют почти на любой материал. Расплавленный алюминий характеризуется этой проблемой, растворяя большинство материалов, с которыми он соприкасается. Для тиглей и стержней для нагрева с подачей проволоки разработаны материалы, которые являются вполне адекватными для испарения алюминия. Учитывая время и расходы на замену стержней подачи проволоки или тигли, замена становится в основном экономической проблемой: на операционные показатели это не оказывает большого воздействия. Для некоторых выпариваемых материалов невозможно подобрать материалы тигля или стержня с долгим сроком службы, надежностью, низкими затратами и минимальным загрязнением, которые, как правило,

предусмотрены для покрытий с рулона на рулон. Испарение при работе в условиях малой лаборатории не является адекватным показателем работоспособности стержней или тигля в типичных производственных условиях нанесения покрытий с рулона на рулон.

Некоторые приведенные выше ограничения, которые существуют для имеющихся тигельных материалов, становятся менее критичными при электронно-лучевом нагревании по следующим трем причинам:

1. Как правило, тигли устанавливают в медный под, охлаждаемый водой. Температура на стыке между расплавом и тиглем значительно ниже температуры того же самого стыка в системе с резистивным нагреванием. В системе с резистивным нагреванием вся необходимая мощность обеспечивается через этот стык, в то время как в системе электронного луча мощность подается через верхнюю расплавленную поверхность. Снижение температуры стыка всего лишь на 100—200 К может обеспечить большую термодинамическую стабильность, уменьшая при этом скорости диффузии, скорости реакции, тепловые напряжения, растрескивание и эрозию, впоследствии восстанавливая соединения реакции, образующиеся на стыке. Растрескивание и эрозия — это значительные механизмы отказа для стержней резистивного нагревателя. Материалы тигля и лодочек проявляют лучшую стабильность при использовании электронно-лучевого и индуктивного нагревания, а также меньшую стабильность при использовании в системах с резистивным нагреванием.

2. Значительный режим отказа тиглей относится к различиям в тепловом расширении и сжатии между материалом тигля и испаряемым веществом при нагревании до точки плавления или охлаждении ниже точки плавления испаряемого вещества. Изменения объема в точке плавления также создают напряжения. Тигли и лодочки иногда трескаются при приближении к этой температуре. Если материал источника испаряемого вещества не смачивает лодочку или тигель, эти напряжения уменьшаются, но при резистивном испарении нагревание плохо передается при отсутствии смачивания. Это вынуждает выбирать материалы лодочки или стержня, которые реагируют и смачиваются, по крайней мере в какой-то степени. Для тиглей с нагреванием электронным лучом такое требование отсутствует.

3. Тиглям при использовании электронно-лучевого нагревания требуется иметь всего лишь некоторую электрическую проводимость при рабочих температурах; в то время как в видах применения с резистивным нагреванием тигли, лодочки и стержни должны быть хорошими проводниками при температуре использования, в результате чего выбор материала ограничен.

Метод сокращения загрязнения расплавов посредством выбора правильного материала тигля заключается в использовании нерасплавленных оболочек испаряемого материала, окружающих ванну расплавленного испаряемого вещества, которые называются «черепом». Для поддержания большого температурного градиента, который обычно подразумевается в такой структуре, требуется очень высокий поток мощности электронного луча. Крайним случаем в этом отношении является неиспользование тигля при непосредственной плавке испаряемого вещества в поде. При очень высоких величинах мощности становится очевидной и даже неприемлемой гидродинамическая нестабильность в формировании поверхностных волн и помешивании расплава.

Тепловая изоляция в виде гибкого войлока или ткани, помещенная между тиглем и подом, например, сокращает передачу тепла от тигля поду. Это обеспечивает более высокие скорости

испарения или более низкую мощность электронного луча, т. е. препятствует образованию «череп», но требует большей стабильности материала тигля. В случае тепловой изоляции тигельный материал можно тогда выбрать, не обращая большого внимания на необходимость минимизации теплопроводности.

6.1.3.2. Распыление

Базовый процесс распыления требует мишени, обладающей электропроводностью, на которой поддерживается отрицательный электрический потенциал. Она должна быть окружена газом, с которого могут вытягиваться ионы в направлении к мишени, выбивая атомы мишени. Более подробно смотрите подраздел 5.1. Скорость осаждения является крайне низкой, если используется диодное распыление. Основной метод увеличения скорости распыления заключается в магнитном ограничении или захвате энергичных вторичных электронов, эмитируемых в результате столкновений ионов с мишенью. Эти электроны захватываются магнитным полем рядом с мишенью, генерируя обильный поток ионов, которые подвергают мишень распылению; таким образом достигают крайне высоких скоростей распыления. Электронные ловушки для энергичных электронов создаются магнитными полями от 300 до 3000 гаусс (от 0,03 до 0,3 тесла), пересеченных электрическими полями, генерируемыми мишенью. Мишень сильно охлаждают во время распыления; испарение здесь роли не играет. Скорость осаждения, достигаемая с помощью этого процесса, становится главным образом ограниченной эффективностью охлаждения мишени.

Или же для того, чтобы увеличить скорости распыления, может использоваться одна из следующих процедур: 1) усиленная подача электронов, в частности такая, которая создается при триодном распылении, либо 2) обильно подаваемые ионы — попытка осуществить это имеет ограниченный успех в осаждении ионным лучом или с помощью распыления с микроволновым усилением. Распыление с микроволновым усилением является очень полезным для распыления магнитных материалов.

Для качественного нанесения покрытий на рулонные материалы нужно тщательно выбирать источники питания для распыления. Надежность и способность подавления дуг — это два существенных требования к источникам питания, необходимых для металлизации рулонных материалов; оба требования становится труднее выполнить, по мере того как мощность системы приближается к 1 МВт. Время реагирования подавления дуги является критическим фактором в высокоскоростной рулонной металлизации, поскольку отключение источника питания в 100 микросекунд может привести к непокрытому участку рулона около 0,5 фута.

В распыленных пленках напряжение осажденной пленки может быть минимизировано путем регулирования давления распыления до оптимального значения, как правило, в пределах от 3 до 6 мТ в зависимости от атомного веса распыляемых видов [2].

1. Высокоскоростное распыление

Распыление часто рассматривают как медленный процесс. Этот процесс является быстрым, если он используется при высокой полной мощности. Он также является компактным при высокой плотности мощности; это требует низкого импеданса мишени и плазмы и адекватного охлаждения мишени. Для многих видов продукции возможно осаждение широкого разнообразия материалов при относительно высокой скорости рулонов, т. е. от 5—10 м/мин. Материал удаляется посредством распыления из мишеней при скорости от 0,5 до 3 мг/Дж или 1,8—11 г/кВт-час в зависимости главным образом от материала мишени и состава газа распыления.

Для покрытия рулонов высокая скорость распыления требует мощности 0,1—1,0 МВт при конструкции мишени, обеспечивающей эффективное водяное охлаждение, особенно при высоких плотностях мощности. Система шириной 150 см, имеющая мишени распыления, работающие при полной мощности 1 МВт, удаляет, например, 1000 г/ч меди с мишеней, производя покрытия толщиной до 20 нм при скорости 5 м/мин. Многие материалы мишени могут использоваться при плотностях мощности 200 Вт/см² при условии эффективного охлаждения мишени. При таких высоких плотностях мощности объем резервуара материала, хранимого в мишени, однако, как правило, является неадекватным, поэтому плотность мощности 50 Ватт/см² часто является полезным компромиссом между сроком службы мишени и компактной установкой распыления. Некоторые конструкции мишени и конфигурации магнитного поля обеспечивают более эффективное охлаждение мишени и более низкий импеданс мишени, чем другие конструкции. Эти характеристики были достигнуты с помощью тубулярного распыления [2, 3].

2. Реактивное распыление

Высокая скорость осаждения и очень высокие плотности мощности, достигаемые с помощью оборудования распыления, делают возможным контролируемое реактивное распыление.

Преимущества реактивного распыления заключаются в том, что многие соединения могут образовываться с помощью относительно легко изготавливаемых недорогостоящих металлических мишеней; скорости осаждения этих материалов могут быть высокими; недорогостоящие мишени и высокие скорости осаждения обеспечивают производство дешевой продукции. Трудность, связанная с реактивным распылением, — это, как считается, сложность управления процессом, которая сопровождает данную универсальность. Конструкция оборудования и технология эксплуатации устраняют большинство проблем, которые свойственны реактивному распылению.

Реактивные пленки на поверхности катода (мишени) могут уменьшать скорость распыления. Следует сбалансировать поток реактивного газа с физическим потоком пара для достижения желаемого состава осаждаемой пленки. Этого невозможно достичь путем измерения и контроля парциального давления. Если процесс распыления хорошо спроектирован с учетом стабильности, управление потоком газа лучше всего осуществляется контроллерами массового потока; нестабильность устраняется соответствующей конструкцией и эксплуатацией оборудования, а не управлением парциальным давлением газа.

Тем не менее бытует мнение о существовании сложности процесса и трудностях с управлением. При распылении с помощью смесей реактивного газа и аргона соотношение между свойствами пленки и скоростью впрыска реактивного газа, по общим наблюдениям, является весьма нелинейным. По мере того, как скорость впрыска реактивного газа приближается к уровню, необходимому для получения стехиометрического покрытия, увеличение парциального давления реактивного газа в системе распыления получается за счет уменьшения скорости откачки осажденного покрытия геттерным насосом. В результате этого разряд распыления претерпевает резкий переход в режим, в котором скорость распыления металла, а следовательно, и скорость осаждения реактивного соединения резко уменьшаются.

Широко наблюдается большое снижение напряжения разряда и относительной скорости осаждения во время типичного перехода. Уменьшение напряжения при высоких скоростях впрыска кислорода — это переход от осаждения металла к осаждению соединения. Уменьше-

ние напряжения при низких скоростях вырыва кислорода — это переход от соединения к металлу. Сокращение скорости распыления, как считается, главным образом вызывается образованием соединения на поверхности мишени. Для разрядов, возбуждаемых при постоянном токе, сокращение напряжения разряда является результатом более высокой эмиссии вторичных электронов, характерной для соединений.

Этот гистерезис или бистабильное поведение существует как для напряжения разряда, так и для скорости осаждения. Процесс будет оставаться на нижней кривой до тех пор, пока в составе рабочего газа не снизится количество реактивного компонента, что может привести к отсутствию слоя соединения на мишени. Мишень, на которой образовался такой слой, часто называется «отравленной». Очень заметные последствия отравления могут возникать во время реактивного распыления материалов с помощью кислорода, образующего цепкие, непроводящие окислы, такие, в частности, как Al, Cr, Ti и Ta. Отравления не происходит в случае Au, где скорость распыления для чистого кислорода не сильно отличается от скорости распыления для аргона.

Эффект отравления создает практические проблемы: неожиданное понижение скорости осаждения означает потерю контроля над толщиной. Точный контроль стехиометрии не существует, что является очень важной проблемой для прозрачного проводящего оксида индий—олово. Для восстановления и возврата к соответствующей рабочей точке поток реактивного газа должен быть уменьшен до нижней кривой в петле гистерезиса. Пока работа не будет стабилизирована снова, получаются только бракованные рулоны. Ограниченный успех произошел при работе непосредственно в точке перехода [4].

Соответствующим образом сконструированное оборудование и технология процесса, естественно, не дают подобных результатов. Большинство обсуждений этих гистерезисных переходов сосредоточены на процессах распыления на катоде, игнорируя остальную часть системы. Вся система включает в себя конструкцию мишени, геометрию системы, осаждение и геттерную откачку на окружающих стенках, положение форсунок газа и общий газовый поток, в том числе поток неактивного аргона, который в значительной степени зависит от способности откачки вакуумной системы.

Большинство моделей распыления не зависит от скорости. Они исходят из того, что давление реагирующего газа является однородным по всей системе, поэтому они прогнозируют отравление мишени. В реальности высокие скорости распыления генерируют пространственные градиенты в концентрации реагирующего газа: концентрации реагирующих газов не находятся в гидростатическом равновесии. Высокие плотности minority обеспечивают относительную чистоту и свободу мишеней от реагирующих веществ. Высокие потоки газа аргона используются для того, чтобы концентрация реагирующего газа мало изменялась при изменении скорости геттеринга при приближении к насыщению; концентрация зависит главным образом от потоков газа системы, заданных оператором.

Геометрия трубчатых мишеней распыления создает радиальное распределение металлического потока. Давление реагирующего вещества, необходимое для полной реакции с подложкой, таким образом, значительно меньше давления реагирующего вещества, необходимого для отравления мишени. Магнитные поля имеют высокий уровень, 0,1 Т, и конфигурированы для создания эффективных ловушек, таким образом, система не ограничена по скорости вторичными электронами, как типичные планарные мишени. Напряжение является низким даже при отсутствии реагирующего газа, поэтому оно никогда не демонстрирует падения при

дополнительном реагирующем газе. Мишень работает стабильно в пределах широкого диапазона потоков реагирующих веществ, не проявляя никаких переходов и, конечно, никакого би-стабильного поведения. Это способствует очень стабильному и контролируемому процессу.

Для распыления следует подбирать счетчики массы потока газа, не имеющие нулевого дрейфа и обладающие хорошей стабильностью усиления. Скорость реакции, обеспечивающая быстрое включение, которая является важным фактором для обработки полупроводников периодического действия, не имеет значения для осаждения с рулона на рулон (непрерывного действия). Медленная реакция (30 сек.) является приемлемой; она помогает минимизировать зашкаливание при включении.

Далее приводим замечания, касающиеся выбора материалов и сплавов для распыления:

- материалы, используемые для нанесения покрытий на рулоны в целом необязательно должны быть такими же чистыми, как материалы, используемые в полупроводниковой промышленности. Часто только несколько конкретных примесей представляют собой предмет для беспокойства и требуют уменьшения. Как правило, содержание газа мишеней требует минимизации, в особенности содержание кислорода, азота или водорода; например кислорода в меди. Включения оксидов и пустот в металлические мишени и мишени из сплавов способствуют образованию дуг, поэтому их присутствие нужно свести к минимуму;
- как правило, для металлизации используется коммерчески доступный сплав, поэтому варианты покрытия ограничены;
- в готовом виде материал должен иметь низкую проницаемость, обычно в состоянии после отжига, в противном случае магнитное поле, используемое для усиления распыления, будет закорачиваться мишенью. «Ферромагнетизм» [5] является полезным для определения таких магнитных свойств;
- после распыления материал должен быть немагнитным. Если он становится намагнитным, например, в силу изменения кристаллической структуры, в этом случае частицы и осколки распыленного материала прилипают к мишеням, вызывая образование дуги. Эта проблема наблюдается при распылении некоторых типов коррозионностойкой стали. Изготовление мишени может представлять собой значительную техническую проблему для определенных материалов и конструкций мишени, в особенности для мишеней, используемых при высоких плотностях мощности.

6.1.3.3. Осаждение катодной дугой

Источники катодной дуги преобразуют материал твердого катода в плазму, пар и капли расплава. Плазма имеет более высокую концентрацию ионов, чем в других физических процессах парового осаждения; эти ионы часто находятся во множественных состояниях заряда и имеют высокую кинетическую энергию. Они обеспечивают внешний контроль за морфологией пленки и покрытием на поверхностях, не находящихся на линии прямого видения. С помощью этой технологии легко производится осаждение огнеупорных металлов и реактивное осаждение огнеупорных соединений, результатом которых является производство твердых и износостойких материалов. Растворенные капли и микрокапли, эмитируемые из этих источников, могут быть серьезным ограничением для многих видов применения; на сокращение этой проблемы было потрачено много усилий. Материалы катода должны обладать электропроводностью и иметь однородную плотность; работа с расплавленной мишенью сокращает

эмиссию микрокапель. Эта технология применялась главным образом в нанесении покрытий на инструменты и оборудование в установках периодического действия, но она имеет определенную полезность и в нанесении покрытий на рулонные материалы.

6.1.3.4. Химическое осаждение из паровой фазы

Химическое осаждение из паровой фазы (CVD) в различных формах иногда используется для нанесения на рулонные материалы. Этот процесс характеризуется требованием высоких температур подложки, которые могут быть уменьшены усилением реакции с помощью плазмы, лазера или энергии микроволн. Кроме того, для улучшения адгезии и изменения физических и химических свойств поверхностей в плазменной модификации могут использоваться материалы, подаваемые в виде газа, которые возбуждаются и реагируют или взаимодействуют с ребрами жесткости.

4.1.3.5. Осаждение органических материалов

Огромные количества органических материалов могут термически осаждаться и использоваться для получения рулонных изделий. Мономеры и олигомеры часто легко испаряются, и материал полимерного источника может разлагаться, осажая материал с малой молекулярной массой. После осаждения целесообразным является отверждение материалов с помощью функциональных групп посредством воздействия лучей электронов и ионов низкой энергии. Дипараксиллин производства Union Carbide (выпаренный, подвергнутый крекингу, полимеризации) осаждает органическую пленку без ярко выраженного этапа отверждения. Осаждение тонких пленок органических материалов может создавать защитные покрытия, смазочные слои, гидрофобные пленки и обладать другими функциональными свойствами.

6.1.4. Вакуумные системы для нанесения покрытий на рулонные материалы

6.1.4.1. Вакуумные насосы

Вакуумные системы нанесения покрытий на рулонные материалы являются не очень чистыми в силу введения обильных количеств воды, воздуха и органических материалов, выделяющихся из больших рулонов, на которых наносится покрытие в этих вакуумных системах. Площадь поверхности рулонов, подвергаемая покрытию, может быть в 100—1000 раз больше площади внутренней поверхности самой вакуумной системы, таким образом рулоны могут стать преобладающим источником газовой выделенности во время нанесения покрытия. Как правило, рулоны полиэфирных веществ содержат от 0,5 до 1% по массе газа и летучих веществ. Эти различные факторы главным образом определяют выбор, эксплуатацию и показатели работы насоса. Они, безусловно, контрастируют с практиками и проблемами, вызывающими беспокойство, в других областях вакуумной техники. Беспокойство по поводу насосов также касается «времени откачки» камеры, газовой выделенности подложки и камеры во время нанесения покрытия, газовых нагрузок от испарения и реактивного распыления.

В подразделе 4.7.4 приводится рассмотрение газовой выделенности полимерных материалов, с особым акцентом на том обстоятельстве, что из рулона исходит малое количество газовой выделенности до тех пор, пока он не будет размотан во время нанесения покрытия. Кроме того, небольшие частицы полимерного материала, образующиеся во время предыдущих операций, особенно операций продольного нарезания и подтягивания рулона при наматывании, могут за-

грязнить систему и насосы, если не были выполнены процедуры очистки для удаления пыли и частиц перед нанесением покрытия.

Насосы, широко используемые в системах нанесения покрытий на рудонные материалы, перечисляются ниже: они подбираются для удовлетворения конкретных потребностей этих систем:

Предварительное разрежение, форвакуумирование

Механические компрессорные насосы

Роторные поршневые

Роторные лопастные

Осевые винтовые

Средневакуумные

Двухроторные вакуумные насосы (насосы Рутса) (подраздел 2.3)

Пароструйные бустерные насосы

Высоковакуумные

Диффузионные насосы (подраздел 2.4)

Турбомолекулярные насосы (подраздел 2.6)

Ловушки

Криогенные (гелиевый рефрижератор) (подраздел 2.5)

Ловушки Мейсснера (охлаждаемые жидким азотом)

Вымораживающие ловушки (рефрижератор CFC)

Кроме того, в результате реакции между остаточным газом и реактивными парами металла, в частности алюминием или титаном, эффективно откачивается остаточный газ. Это откачивание или «геттеринг» происходит как побочный продукт процесса осаждения, часто оказывая резкое воздействие как на продукцию, так и на процесс. Коммерчески производимые геттерные насосы и насосы распыления не используются в вакуумных системах нанесения покрытий на рудонные материалы.

Диффузионные насосы являются предпочтительными высоковакуумными насосами для нанесения покрытий на рудонные материалы. Первоначально это предпочтение было связано с их доступностью; позднее низкая стоимость и надежность стали основными причинами. Надежность диффузионных насосов несколько переоценивается, поскольку они требуют больше технического обслуживания, очистки и ухода, чем, как правило, получают. Им также необходимы водоохлаждаемые ловушки для минимизации обратного потока, они не обеспечивают стабильной эффективности откачки, если они работают при газовых нагрузках, близких к их номинальной производительности.

Криоловушки в различных видах — это очень полезные насосы для процессов нанесения покрытий на рудонные материалы. Крионасосы с использованием гелиевого охлаждения лучше всего используются отдельно или с турбомолекулярными насосами: крионасосы, как правило, не используются в сочетании с диффузионными насосами. Ловушки Мейсснера и охлаждаемые ловушки CFC используются особенно для улавливания водяного пара, в особенности совместно с диффузионными насосами.

Надежная работа насоса имеет существенное значение, даже когда насосы испытывают высокие газовые нагрузки и воздействие конденсируемого газа, в особенности водяного пара.

Системы рециркуляции масла, газовые продувки и балластные клапаны помогают поддерживать масло прохладным и всю систему сухой, продлевая срок службы как механического насоса, так и масла. Большие насосы с относительно медленной скоростью вращения, как правило, работают при более низкой температуре, претерпевают меньший износ и имеют более долгий срок службы уплотнения по сравнению с маленькими насосами с аналогичной мощностью, достигаемой путем использования высокой скорости вращения. Стойкость к водяному пару и способность насоса качать водяной пар — это основные условия работы для механических насосов, используемых в операциях нанесения покрытий на рулоны, в особенности тех, которые используются во время регенерации ловушек или тех, которые откачивают камеры, где размазываются рулоны.

Пропускная способность или массовый поток газа связаны с вводом мощности и КПД насоса. Производительность часто является более важной, чем быстрота действия насоса для большинства процессов нанесения покрытий на рулонные материалы, поскольку насосы часто вынуждены работать на пределе массового потока, в особенности в результате процесса распыления. Все эти насосы имеют ограничения по давлению и мощности. Если механические насосы приводятся в действие за пределами номинальной мощности, они теряют масло, могут перегреваться и застопориться; струи диффузионных насосов останавливаются, а давление камеры резко повышается; ловушки могут нагреваться, выпуская ранее захваченный газ.

Подаваемый рулон должен, как правило, быть изолирован от камер покрытия посредством пазов или роликов, ограничивающих проводимость. Эти особенности конструкции помогают уменьшить газовыделение из подложек, из которых газ натекает в камеры нанесения покрытия. Изоляция между разными секциями вакуумной камеры с различными функциями обеспечивается пределами проводимости между секциями с отдельными насосами для каждой секции [6]. Этот конструкционный подход сокращает перекрестное загрязнение между последовательными процессами, часто обеспечивая эксплуатацию при различных составах газа и уровнях давления. Обычно камеры подаваемых рулонов откачиваются посредством больших насосов Рутса и форвакуумируются малыми насосами Рутса, которые в свою очередь форвакуумируются роторными поршневыми насосами. Это надежный комплект насосов, если он эксплуатируется правильно для минимизации загрязнения водяным паром, продуктами коррозии и распада масла.

Уровни давления менее 20 мм рт. ст. вполне соответствуют работе пароструйных бустерных насосов. Насосы Рутса лучше всего подбираются вместе с обходными клапанами, обеспечивающими высокие входные давления. Насосы Рутса без обходных клапанов могут запуститься при давлениях между 10 и 20 мм рт. ст., в то время как насосы Рутса с обходными клапанами могут эксплуатироваться при атмосферном давлении и способствовать эффективности откачки при уровнях давления значительно выше 20 мм рт. ст. При определенных условиях давления и производительности насосы Рутса работают с малыми коэффициентами сжатия, ограничивая показатели работы.

Системы форвакуумируются до пределов между 0,1 и 1 мм рт. ст. в зависимости от типов используемых насосов и скоростей открытия клапанов. При более низких давлениях форвакуумирования потенциал обратного потока масла механического насоса должен снижаться посредством использования фильтров, ловушек и насосов Рутса. Для минимизации обратного потока диффузионные насосы не должны подвергаться действию высоких давлений во время перехода на другой тип насоса.

6.1.4.2. Вакуумметры (см. подраздел 3.1)

Характеристики вакуумметров для процессов нанесения покрытий на рулонные материалы строго ограничиваются следующими соображениями:

- стабильность нуля в течение более продолжительных циклов, в особенности при увеличении температуры камеры;
- способность точно задавать ноль, даже если остаточное фоновое давление является высоким, что соответствует общераспространенной ситуации;
- реакция на загрязняющие материалы;
- воспроизводимость результатов при замене трубки вакуумметра;
- надежность трубки вакуумметра и электроники;
- реакция на газовые смеси, а также может или не может газовый фактор быть определен.

Тепловые вакуумметры

Широкий диапазон и надежность тепловых вакуумметров для измерения теплопередачи и конвекции делают их полезными для контроля предварительного разрежения, предельного остаточного давления, давления форвакуумирования и рабочих блокировок, включая блокировки безопасности на источниках питания и блокировки управления трубками ионизационных вакуумметров. Стабильность нуля является весьма адекватной; ноль может устанавливаться с помощью герметизированных вакуумированных трубок, используемых при очень низком давлении. Загрязнение трубок тепловых вакуумметров насосным маслом может представлять собой трудность, но керамические металлические фильтры грубой очистки, установленные между системой и трубкой указателя, решают эту проблему.

Ионизационные вакуумметры

При более высоких уровнях давления, 10^{-4} мм рт. ст., типичных при нанесении покрытий на рулонные материалы, в особенности в системах распыления, триодные трубки (тип 504) или вакуумметры Granville-Phillips Stabil-Ion™ являются особо полезными. Стандартный вакуумметр Байярда — Альперта (БА) является неэффективным выше уровней давления $2 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст., хотя трубки вакуумметра БА широкого диапазона могут представлять определенную ценность. Некоторые контроллеры вакуумметров достигают линейных характеристик даже с трубками БА при более высоких уровнях давления посредством использования короткого времени возбуждения. Ноль электрометра автоматически устанавливается в системах ионизационных вакуумметров даже при высоких уровнях давления, и стабильность нуля является очень хорошей. Надежность электроники для возбуждения трубок ионизации значительно улучшена.

Емкостные вакуумметры

Стабильность нуля является неадекватной в более старых конструкциях, но стала лучше в некоторых новых вакуумметрах. Если система не достигает уровней давления, которые являются достаточно низкими, ноль указателя не может быть точно установлен. Конечно, ценной функцией является измерение уровней давления, которые не зависят от состава и свойств газа.

6.1.5. Подложки (рулоны)

6.1.5.1. Материалы рулонов

Полимеры (смотрите подробное рассмотрение в конце списка)

Полиэфир (Полиэтилентерептат) (PET) — это главный материал данной отрасли; он выпускается в рулонах толщиной от 1,5 до 175 μm .

Полиимид (KaptonTM) используется для гибких схем. Этот материал выдерживает очень высокую температуру, также изготовленные из него виды продукции поддаются пайке.

Полиамид (NylonTM)

Полиметилметакрилат (PlexiglasTM, LuciteTM)

Поликарбонат (LexanTM)

Полиэтиленпталат

Полиэтилен

Полипропилен

Политетрафторэтилен (TeflonTM)

Полистирол

Ацетат целлюлозы

Полivinилиденхлорид (SaranTM)

Металлические фольги

Бумажная продукция

Крафт-бумага и стандартная бумага

Текстиль

Ткани и войлоки или нетканые материалы из натуральных и синтетических волокон, включая стеклянные волокна.

Кроме широкого разнообразия перечисленных полимеров, имеются сополимеры, полимерные смеси, блок-сополимеры, совместные экструзии, слоистые материалы и ламинаты. Многие параметры обработки определяют внутреннюю структуру и, следовательно, свойства и показатели работы каждой полимерной системы.

Например, полиэфир (PET) может иметь целый диапазон значений температурного коэффициента линейного расширения, гидроскопического расширения, усадки при нагревании, модуля упругости и уровня тримеров. Значение каждого из этих свойств зависит от количества вытяжки во время ориентации, от температуры и времени отверждения при нагреве: все это приводит к разным количествам кристалличности. Вытяжка — это фактор, который, как правило, отличается в продольном направлении рулонов (направление механической обработки) от поперечного направления, создавая свойства, которые являются анизотропными.

Можно отметить различные ограничения полимерных подложек. Типичным является низкий модуль упругости (модуль Юнга), в особенности по сравнению с модулем стекла и металлов. Типичным для PET является модуль $(3,5 — 5,6) \cdot 10^3$ МПа, одна десятая значения модуля для стекла и металла. Кроме того, качество полимеров ухудшается при нагревании, они гидролизуются и являются проницаемыми для водяного пара, часто являясь источником кислот или оснований в стыках между полимером и тонкими пленками. Пластификаторы в некоторых полимерах мигрируют: хорошим примером этого является винил (поливинилхлорид). Некоторые из этих пластификаторов легко диффундируют на поверхность рулонов, вызывая две проблемы: 1) увеличение давления в вакуумной камере во время осаждения по мере того, как испаряются и разлагаются пластификаторы, и 2) пластификаторы образуют жирные слои на поверхности полимера, приводя к возникновению трудностей с образованием связей для осаждаемых в вакууме пленок.

Все эти ограничения полимеров имеют тенденцию ускорять коррозию и уменьшать адгезию, приводя к возможному отказу продукции. Многие полимеры также проявляют двулучепреломление, рассеивание и шероховатость поверхности, ухудшение оптических характеристик и опасную полярization.

6.1.5.2. Обращение с рулонами

Главная цель заключается в том, чтобы развернуть рулон для нанесения покрытия, провести его мимо источников осаждения, включая, если необходимо, такие этапы процесса, как дегазация, воздействие плазмы, нуклеация и мониторинг свойств; затем свернуть рулон снова. Могут возникнуть трудности, т. е. образование морщин и складок, рулоны будут наматываться с перекосом вбок (телескопирование) или будут наматываться слишком туго, края будут собираться быстрее центра рулона, возможны пузыри и провисание в центре рулонов, образование трещин и создание точечных дефектов.

Прежде чем обращаться к решению этих проблем, рассмотрим типичную систему привода подачи рулонов. Такая система имеет по крайней мере четыре двигателя, каждый из которых имеет управление перемещением рулонов в четырех квадрантах. Два из этих двигателей обеспечивают натяжение рулонов, один — сворачиваемого рулона и один — разворачиваемого рулона, третий двигатель приводит рулон в движение со скоростями, выбранными пользователем. Двигатели подают крутящий момент, регулируемый обратной связью для управления натяжением рулонов. Натяжение рулонов определяется с помощью либо прямого измерения, либо системой, рассчитывающей диаметр рулонов и трение для определения натяжения рулонов по току двигателя. Механически многие проблемы с приводом подачи рулонов могут быть решены при условии использования соответствующих двигателей и приводных систем, независимо регулируемых вдоль пути рулонов. Используются различные методы для изолирующих секций, чтобы обеспечить натяжения отдельно для разворачивания и сворачивания. Они включают либо тянущий ролик, либо ролик «задания темпа» с «направляющим» роликом, иногда используемым для прижатия рулонов к ролику «задания темпа» для предотвращения буксования рулонов. Если для прижатия к высокотемпературному ролику «задания темпа» используются рулоны, которые не были подвергнуты дегазации, направляющие ролики играют существенную роль для того, чтобы избежать буксования, вызываемого газовой смазкой. Чтобы предотвратить накопление на краях, разворачиваемые рулоны часто перемещают по оси туда и обратно на несколько миллиметров. Это перемещение является медленным, приводимым в действие гидравлически и называется «боковое выравнивание».

Приводные двигатели и двигатели натяжения обычно монтируются вне вакуумной камеры. Поворотные сквозные соединения, герметизированные либо уплотнительными кольцами, либо магнитной жидкостью, позволяют передавать механическую мощность от двигателей в вакуумные камеры. Уплотнительные кольца часто применяются в системах нанесения покрытий на рулонные материалы, поскольку давление не является крайне низким, и постоянное вращательное движение уменьшает дифференциальный перепад давления на многочисленных уплотнительных кольцах. Приводные двигатели подсоединены к роликам задания темпа через высокие передаточные отношения, а двигатели натяжения соединены через низкие передаточные отношения, устанавливая соответствие между механическим импедансом двигателя натяжения и рулонами. Гибкие муфты, например муфты марки Lovejoy Uniflex™, играют существенную роль, поэтому их устанавливают с каждой стороны магнитно-

жидкостных сквозных соединений для уменьшения радиальной нагрузки на такие сквозные соединения.

Для полимерных рулонов обычно используется натяжение, которое создает напряжение рулонов в пределах от 0.5 до 4 МПа в зависимости от модуля упругости рулонов. Рулоны тонких полимеров с толщиной 4–20 μm и тоньше требуют управляемого ускорения и вспомогательных приводов для уменьшения морщин. Вспомогательные приводы подают крутящий момент на холостые ролики через подшипники путем вращения валов, на которых установлены холостые ролики, причем требуется четыре подшипника на один вал и комплект роликов. Для очень тонких материалов или материалов с низким модулем упругости как ограниченные или контролируемые коэффициенты ускорения, так и «вспомогательные» приводы играют полезную роль для уменьшения воздействий трения подшипника и инерции ролика. По сравнению с полимерными материалами бумажные рулоны требуют более высокого натяжения, которое будет значительно превышать натяжение для металлической фольги, в особенности если необходимо поддерживать контакт между рулонами и охлаждающим роликом.

Центровка роликов или параллельность между осями последующих роликов, часто называемая «выверкой», играет критическую роль для минимизации образования морщин и складок на рулонах. Кроме того, морщины рулонов зависят от калибра (толщины) и ширины рулонов, натяжения и модуля упругости материала, углов оборачивания материала вокруг роликов, скорости, длины пролета, центровки или выверки роликов, о которой уже говорилось, диаметра роликов, биения роликов и трения между рулонами и роликами.

Расположение или планировка роликов внутри вакуумной системы играет значительную роль в образовании морщин рулонов из-за центровки роликов. Это расположение задает степень оборачивания рулонов вокруг каждого ролика и свободный пролет между каждой парой роликов, при этом и то, и другое определяют точность необходимой центровки роликов. Определение пролета или длины (L) рулонов между любой парой роликов и нормализация для данной ширины рулонов (W) дает соотношение L/W . Если соотношение L/W увеличивается, центровка роликов не требует такой точности, но увеличить это соотношение трудно в пределах имеющегося ограниченного пространства внутри типичных вакуумных установок по нанесению покрытий. Увеличение калибра рулонов увеличивает их жесткость и оказывает такое же воздействие, как увеличение соотношения L/W , которое требует менее точной центровки. Материал рулонов или покрытие могут также прилипать к роликам, требуя более точной центровки. Система может быть центрирована или выверена для движения рулонов в одном направлении и не выверена для движения рулонов в противоположном направлении. Необходимо, чтобы рулоны приближались к каждому ролику перпендикулярно оси вращения каждого ролика. Морщины возникают не только из-за неправильной центровки рулонов и роликов, не являющихся точно цилиндрическими, но также из-за плохого качества скручивания рулонов, неравномерной усадки и расширения рулонов, вызываемых нагреванием рулонов во время осаждения пленки.

Небольшое сжатие любой, даже самой прочной вакуумной камеры происходит при откачке; это вызывает упругий и изгиб стенок камеры. Этот изгиб или упругая деформация стенок вакуумной камеры может легко разрушить центровку роликов, если его не предотвратить посредством соответствующей конструкции. Системы транспортировки рулонов внутри вакуумной системы часто устанавливаются на плитах, хорошо изолированных от стенок вакуумной системы, и на всех механических сквозных соединениях используются гибкие муфты. Эти

плиты для установки роликов лучше всего изготавливать из стали или твердого алюминия, поскольку коррозионностойкая сталь не является достаточно жесткой. Система привода рулонов, механически подсоединенная слишком жестко к камере с гибкими стенками, не может быть центрирована или выверена одновременно как при атмосферном давлении, так и при вакууме. Это представляет собой очень обременительную проблему.

Адгезия свеженанесенных пленок к роликам, транспортирующим подложку, в особенности если пленка является свободной от оксида, может вызывать образование морщин, причиной которых будет прежде всего оборудование для транспортировки рулонов, которое не имеет должной центровки или выверки. Поэтому передняя поверхность свеженанесенной пленки по возможности не должна быть в контакте с роликами. Это особенно важно в случае испаряемых металлов, поскольку может иметь место неадекватная адгезия между пленкой и подложками. Поднятие небольших частиц осажденного в вакууме металла с покрытых рулонов и передача этого металла на ролики — это проблема, которую приходится время от времени наблюдать. Этот дефект, называемый «пикинг», может быть устранен: 1) улучшением адгезии между металлической пленкой и рулонами посредством использования плазменных грунтовочных и барьерных слоев. 2) повторным пропусканием рулонов через установку нанесения покрытия для того, чтобы избежать соприкосновения передней поверхности или 3) окислением поверхности металлической пленки до того, как она будет соприкасаться с роликом.

6.1.5.3. Контроль температуры и дефекты рулонов

Контроль температуры рулонов

Контроль температуры рулонов во время осаждения — это важный аспект контроля качества продукции. Он, как правило, достигается с помощью охлаждающих или нагретых роликов для стабилизации температуры рулонов и обеспечения размерной стабильности рулонов. Пленки могут осаждаться на материалы, которые находятся либо в пролете между роликами, либо прижимаются к ролику с контролируемой температурой. Свободный пролет является особенно полезным, если рулоны нельзя прижимать равномерно к такому ролику, как это часто имеет место в случае рулонов из металлической фольги. Инфракрасные и ультрафиолетовые лампы способствуют газовыделению из полимерных рулонов.

Коэффициент теплоотдачи в вакууме, как правило, составляет 140—1280 Вт/м²·К между рулонами и охлаждающим роликом для PET и полиимидов. Он очень чувствителен к количеству газовыделения из рулонов, давлению захваченного ловушкой газа, чистовой отделке поверхности ролика, поверхности полимера и его податливости [7—12].

Удобной формулой, связывающей длину и толщину рулонов с диаметром роликов, в которой используются одни и те же размерные единицы, является следующая:

$$L = \frac{\pi(D_o^2 - D_i^2)}{4t}, \quad (1)$$

Дефекты рулонов

В рулонах полимерных материалов часто наблюдаются различные дефекты. Существенной проблемой рулонов является воздух, захваченный в рулоны материала перед нанесением вакуумного покрытия, вызванный неадекватным натяжением материала, высокой скоростью рулонов и методом скручивания. Захваченный воздух может вызывать телескопирование, поскольку он расширяется в вакууме и смазывает ролик, позволяя ему скользить в сторону или



телескопировать характерным ступенчатым образом. Этот воздух также оказывает воздействие на процесс осаждения пленки, если слишком большое его количество перетекает в область осаждения. Дефекты рулонов включают твердые ленты, представляющие собой более голстый слой материала; пузыри рулонов, которые на некоторых участках длиннее, чем на других; волнообразность срезания кромок; точечные дефекты, возникающие или усиливающиеся из-за перегрева, загрязнения роликов и материала.

6.1.6. Управление процессом

6.1.6.1. Мониторинг и контроль во время осаждения

Во избежание царапин как на рулонах, так и на осажденной пленке при измерении параметров тонких пленок на движущихся рулонах неконтактные измерения играют важную роль, особенно в вакууме. На линии и даже в вакууме можно выполнять неконтактный мониторинг электропроводности, оптической передачи и отражения, магнитных свойств и температуры подложки. Компания Delcom Instruments, Inc. производит мониторы проводимости, с помощью которых можно получить нужные результаты. Мониторинговое оборудование должно обладать точностью измерений и стабильностью нуля. Эти качества необходимы для обеспечения процесса нанесения покрытий на рулонные материалы, поскольку ноль нельзя сбрасывать в ходе циклов. Сочетая данные, полученные при применении предыдущих методов, наряду с офлайнowymi калибровками с помощью XPS, ICP, эллипсометрии и других аналитических методов, дополнительные параметры материала могут быть измерены в онлайн-режиме неконтактным образом.

В целом полезной концепцией, применяемой нечасто, является исключение некоторых неизвестных параметров, являющихся общими для различных измерений, при определении дополнительных параметров. Например, измерения как электропроводности, так и оптической передачи позволяют определять объемное удельное сопротивление и толщину пленки в онлайн-режиме во время осаждения, например, в кермете Al/AlO_x , используемом для микроволнового нагрева пленок. Опять-таки с помощью измерений электропроводности и оптической плотности медной пленки можно вывести во время осаждения также и содержание кислорода в онлайн-режиме. Слишком большое содержание кислорода в меди приводит к ее быстрой коррозии в некоторых средах. Как упоминалось ранее, оба примера требуют офлайн-калибровки соответствующих образом спроектированных экспериментальных циклов, за которыми следует соответствующее приведение данных. Как только соответствующие данные будут собраны, оптические модели и эффективные аппроксимации среды позволят получить представление о готовых изделиях.

6.1.6.2. Измерение параметров тонких пленок после осаждения

Измерение тонких пленок на гибких пластмассовых подложках сопряжено с рядом проблем, которые не встречаются в случае плоских, жестких стеклянных подложек. Плоскостность и обратные отражения поверхности могут быть преодолены, позволяя выполнять оптические и эллипсометрические измерения; электрические свойства могут быть измерены с помощью разнообразных стандартных и нестандартных методов.

Непрерывные процессы нанесения покрытий обеспечивают несколько преимуществ. Одно преимущество, например, заключается в том, что первые несколько метров материала можно отправить в брак как материал, произведенный во время «переходных процессов».

происходящих при запуске нанесения покрытий. Весьма иная ситуация существует для осаждения на полупроводники, где такие переходные условия слишком часто легко включаются в начало осаждения. Пусковые переходные процессы вызываются разнообразными событиями, в процессах нанесения покрытий как периодического, так и непрерывного действия. Некоторые из них включают очистку мишени в начале процессов распыления, течь уплотнительных колец через роторные сквозные соединения при запуске вращения, регулировке согласно спецификациям и нагревании источника.

Еще одним преимуществом непрерывного нанесения покрытий является то, что мониторинг определенных параметров часто осуществляется легче на движущихся подложках, чем на фиксированных, когда движущаяся подложка выходит из зоны осаждения. В этой точке легче выполняются измерения оптических, электрических и магнитных свойств осажденной пленки, а также измерения температуры подложек, причем для всех этих измерений используются неконтактные методы. Хороший мониторинг и контроль процесса позволяют успешно производить функциональные пленки, выдерживающие все виды воздеиствий и агрессивного влияния окружающей среды.

6.1.7. Основные требования к вакуумным покрытиям рулонных материалов

Осаждаемые в вакууме покрытия должны плотно держаться на подложках, быть стойкими к коррозии и истиранию. Рассмотрим некоторые причины и механизмы, приводящие к отслаиванию и коррозии пленок.

Ниже приведен перечень воздействий вакуумной среды и атмосферы, которым могут вполне подвергаться функциональные пленки, осажденные в вакууме во время использования или последующих этапов производства. В равной степени это также список испытаний, которым могут намеренно подвергаться пленки. Некоторые из этих воздействий включают воздействие повышенных температур, кислот, оснований, воды, электрических полей, а также механического износа и изгиба. Если говорить конкретно, то от материалов на основе полиимида требуется термостойкость до температуры 325 °С; воздействию кислот должны противостоять многие проводники; они должны выдерживать воздействия щелочей; либо КОН, либо известь; погружение в кипяток является одним из самых быстрых испытаний пленок. Электрические поля и поток тока могут вызывать миграцию ионов и вакансий, вызывать нагревание тонких пленок и стимулировать различные электрохимические реакции.

Эти ускоренные тесты или, как их можно назвать, гипертесты, могут предоставить полезную информацию о характере механизмов, которые могут ухудшить адгезию. Агрессивные воздействия на границу раздела полимер—металл часто имеют электрохимический компонент. Хотя результаты испытаний на отслаивание и адгезию интерпретируются с трудом и часто предоставляют ограниченную и противоречивую информацию, их становится легче понять, если они выполняются после воздействия таких гипертестов на изделия, в особенности если изделия разрушаются. Прежде чем рассматривать подходы к улучшению адгезии, рассмотрим коррозионную и абразивную стойкость.

6.1.7.1. Коррозионная стойкость

Проблема с коррозией тонкой пленки формулируется просто: скорость коррозии, в среднем составляющая 25 мкм/год, как правило, является приемлемой для большинства материалов, в частности в химической промышленности, производстве автомобильных кузовов и даже в

строительстве мостов. Однако с такой скоростью пленка толщиной 100 нм полностью разрушится от коррозии за один или два дня. Часто функциональные тонкие пленки должны сохранять свойства в течение пяти или более лет.

Вот несколько способов уменьшения скорости коррозии:

- уменьшить примеси в первичном осаждении, особенно в оксидах, путем осаждения пленок с высокой скоростью и при низком фоновом давлении с частично закрытыми заслонками;
- сократить пустоты в осажденном материале как путем нуклеации во избежание первичных коллоидальных осадений, так и путем минимизации содержания кислорода, как указывалось выше, при высоких скоростях осаждения и низких уровнях давления;
- выбрать те сплавы, которые могут образовывать прилипающие, плотные, непроницаемые оксидные пленки на своей поверхности: коррозионностойкую сталь, ИнконелTM и МонелTM;
- добавить верхние слои: нанести очень тонкую, плотную, прилипающую и нерастворимую оксидную или плотно связанную органическую пленку. Такая оксидная пленка функционирует так же, как оксиды, образовавшиеся на сплавах, упомянутых выше, но не является самогенерирующейся, поэтому может наноситься на различные материалы, которые в иных случаях не образовывали бы защитный оксидный слой. Типичным примером органической системы является использование 1% бензотриазола в ВителTM РЕТ для защиты меди;
- использовать аморфные материалы, поскольку они имеют удивительно низкие скорости коррозии;
- улучшить адгезию. Адекватная адгезия играет существенную роль в предотвращении образования водных пленок на стыках; это важный этап в сокращении химических воздействий в этих местах.

6.1.7.2. Стойкость к абразивному износу

Стойкость к абразивному износу — это также ценное свойство, присущее функциональным тонким пленкам. Его можно улучшить путем смазывания тонкой пленки и путем улучшения адгезии во избежание срезания тонкой пленки с материала подложки во время абразивного истирания.

6.1.7.3. Адгезия

Существует несколько механизмов, вызывающих потерю адгезии.

1. Анодный отрыв связан с окислением металла, предоставляющего электрон и противоион полимеру, который затем восстанавливается.
2. Катодное и газовое вспучивание в результате коррозии, вероятно, являются одним и тем же механизмом. Смежный металл, такой, в частности, как хром, может окисляться, позволяя восстановиться протонам из доступной кислоты. Эта реакция генерирует пузырьки водорода, которые затем появляются на стыках или в самом слабом материале. Эта проблема может быть предотвращена путем адекватного окисления, но не перекисления барьерных слоев.
3. Катодное расслоение находится в окислительном процессе, где полимеры, как правило, претерпевают окисление. При условии, что будет небольшое количество ультрафи-

олетового света, фотоокислительное разложение вызовет аналогичные окислительные реакции. Например, полиимид изменяет свой цвет на характерный красный цвет при окислении. Эта легкость окисления делает его плохим вариантом выбора для использования с некоторыми металлами.

4. Широко наблюдаемый эффект — это потеря адгезии или отслоение металлической пленки во влажном состоянии, т. е. эффект, который является обратимым после высушивания. Горячая вода часто создает этот эффект, указывая на то, что электростатические и вандерваальсовы силы — это единственные действующие силы связи, хотя свою роль может играть гидролиз полимера. Связующие агенты, а именно реактивный силан и титанаг, могут решить данную проблему.
5. Разбухание полимера.
6. Тепловые циклические напряжения.

Выше изложены две основные причины для улучшения адгезии: уменьшение коррозии и увеличение стойкости к абразивному износу. Сама адгезия — это также существенное требование для большинства функциональных тонких пленок. Рассмотрим следующие способы улучшения адгезии.

Полимеры разлагаются при нагревании, гидролизуются и являются проницаемыми для водяного пара, часто выделяя кислоты или основания в стыки между полимерами и тонкими пленками. Эти ограничения полимеров имеют тенденцию ускорять коррозию и уменьшать адгезию, приводя к возможному отказу изделия.

Аморфный слой, генерируемый посредством воздействия ламп-вспышек на полимеры, может использоваться для придания жесткости поверхности полимера. При осаждении тонкой пленки аморфный слой улучшает силу сцепления в полимере около стыка.

Плазменная грунтовка при низком давлении может улучшить адгезию и уменьшить скорости коррозии металлических пленок, осажденных на полимерные подложки. Перед осаждением тонкой пленки рядом с полимерной поверхностью может генерироваться плазма соответствующего газа. Этот процесс может создать координационные или ковалентные связи между подложкой и осажденными в вакууме тонкими пленками. Окисляющие плазмы также удаляют поверхностные слои и слабо связанные загрязняющие вещества, как правило, толщиной 10—20 нм; плазмы часто сглаживают поверхности полимеров. Эффекты плазменной обработки являются очень стабильными, потому что воздействие плазмы вызывает значительное химическое изменение на поверхности. Модификация поверхности и усиление адгезии посредством плазменной химии — это процесс, ограниченный поверхностными слоями. Вакуумный ультрафиолетовый свет, генерируемый такой плазмой, оказывает воздействие на более глубокие слои полимеров.

Уменьшение окисления и улучшение стабильности может достигаться на стыках между полимерными поверхностями и металлическими пленками путем образования соответствующей барьерной пленки. Нанесение барьера должно хорошо координироваться с обработкой подложек плазмой. Барьерные пленки должны быть тонкими, нерастворимыми и обладающими диэлектрическими свойствами; последнее обстоятельство позволяет уменьшить электрохимические взаимодействия. Как только подложка будет в вакууме, желательно обеспечить как можно больше покрытий за один проход, таких, в частности, как плазменная грунтовка, барьерные и нуклеационные пленки, функциональные пленки, верхние покрытия и смазывающие вещества.

Литература

1. Л. И. Мэссель и Р. Глэнг, Справочник технологии тонкой пленки (МакГро-Хилл, Нью-Йорк, 1983) первоначально опубликован в 1970 году.
2. Дж. Л. Воссен и У. Керн, Технология тонкой пленки (Академик Пресс, Нью-Йорк, 1978)
3. Дон Гриффин. Новый двойной вращающийся катод распыления C-MAG^{1M}, докл. Третьей междунар. конф. по покрытию рулонов в вакууме, Сан Антонио, штат Техас (1989), стр. 62—74.
4. Р. Ф. Бунша. Технологии осаждения для пленок и покрытий — разработки и виды применения (Нойес Паббликейшнз Вествудж, Нью Джерси, 1982), стр. 231—235.
5. Р. М. Бозорт. Ферромагнетизм (Ван Ностранд, Нью-Йорк, 1951).
6. Дж. Кайзер, У. Шварц и У. Вагенр. О конструкции вакуумных установок нанесения покрытий. // Тонкие твердые пленки, 119 (1984) стр. 217—222.
7. У. М. Роузенау и Дж. П. Хартнегт, ред. Справочник по теплопередаче (МакГро-Хилл, Нью-Йорк, 1973), стр. 3—14, 3—18.
8. Х. Фенеч и У. М. Роузенау. Предсказание теплопроводности металлических поверхностей в контакте. Журн. по теплопередаче, докл. Американского общества инженеров-механиков, 85 (1963) стр. 15—24.
9. Т. Н. Везироглу. Корреляция экспериментальных результатов контактной теплопроводности. Прог. Астрон. Аер., 20 (Академик Пресс, Нью-Йорк, 1967).
10. А. М. Клаузинг и Б. Т. Чао. Журн. по теплопередаче, 87 (май 1965) стр. 243—251.
11. М. М. Иванович и Х. Фенеч. Американский институт аэронавтики и астронавтики, 3-е заседание по аэрокосмическим наукам, Нью-Йорк, 24—26 января 1966.
12. Х. Л. Аткинс и Е. Фрайд. 1-е Годовое собрание Американского института аэронавтики и астронавтики, доклад 64—253, Вашингтон, округ Колумбия, 29 июня — 2 июля 1964 года.

6.2. Разработка технологии сверхвысокого вакуума для ускорителей частиц и устройств ядерного синтеза с магнитным удержанием плазмы¹

Х. Ф. Дилла

*Jefferson Laboratory and Department of Physics,
College of William and Mary*

6.2.1. Введение

Развитие науки и технологии сверхвысокого вакуума в последние десятилетия было тесно связано с технологиями ускорителей частиц и устройств ядерного синтеза с магнитным удержанием плазмы. Эта связь была двухсторонней — иногда инновации в вакуумной технике были локомотивом развития машин и оборудования, а иногда передача технологии

¹ Данная статья была переработана на основе доклада, сделанного на 40-м Национальном симпозиуме Американского вакуумного общества и опубликована в J. Vac. Sci. Technol., A12 (1994) 862. (Перепечатано с разрешения Американского института физики.)

шла в противоположном направлении. В 1990-х гг., когда мы говорили об ускорителях и ядерном синтезе, то сразу в нашем сознании возникали образы национальных или международных проектов, стоивших многие миллиарды долларов, таких, в частности, как недавно отмененный сверхпроводящий суперколлайдер (SSC) в Соединенных Штатах, Большой Адронный Коллайдер (LHC), в настоящее время разрабатываемый в CERN (Европейском совете ядерных исследований), Европейской лаборатории физики частиц в Женеве, и Международной термоядерный реактор типа «токамак» (ITER), работы над которым в настоящее время выходят на проектно-конструкторскую фазу в трех различных международных конструкторских центрах. Это современные этапы эволюции, начавшейся 70 лет назад в области ускорителей частиц и более 40 лет назад в области ядерного синтеза с магнитным удержанием плазмы.

В ходе данной эволюции было разработано или заложено в конструкцию этих установок богатое научное наследие в области технологии сверхвысокого вакуума, включающее конструкции уникальных вакуумных резервуаров, методы вакуумной герметизации, высокоэффективные вакуумные материалы, методы очистки и кондиционирования в условиях сверхвысокого вакуума, вакуумные насосы, вакуумные приборы и вакуумные средства контроля. Зачастую развитие технологии было связано с достижениями в науке, лежащей в основе технологии, в такой, в частности, области науки, как физика поверхности, где эти достижения сделали необходимой разработку методов кондиционирования вакуумных резервуаров. В данной главе я остановлюсь на некоторых основных научных и технических достижениях, движимых необходимостью вакуумной среды для лучей ускоряющихся частиц или для нагревания и удержания высокотемпературных плазм.

Хорошо известный график пределов эффективности различных типов ускорителей частиц (рис. 1) был впервые построен Стэнли Ливингстоном в его книге, вышедшей в 1954 году и озаглавленной «Высокоэнергетические ускорители» [1]. Первоначальный график показывал пределы ускорения, увеличивающиеся на порядок каждые шесть лет. Прелесть данной тенденции оставалась удивительно точной вплоть до 1985 г., главным образом благодаря внедрению новых схем ускорения приблизительно раз в десятилетие и инновациям, связанным с ускорителями встречных пучков частиц по сравнению с экспериментами с фиксированной мишенью.

6.2.2. Накопители и потребность в технологии сверхвысокого вакуума

Семейство ускорителей, которое существовало, когда Ливингстон опубликовал свой в настоящее время известный график эволюции (т. е. электростатические, циклотроны, бетатроны и синхротроны), не предъявляли значительных требований к вакуумной технологии. По мере того, как эти установки становились больше, их конструкция предоставляла инженерам возможность заложить в ней экономичные методы изготовления вакуумных резервуаров и вакуумных насосных систем. Первый стимул для включения технологии сверхвысокого вакуума в конструкцию ускорителей появился с изобретением [2] накопителя, основанного на концепции Джеральда К.О'Нила в 1956 году. О'Нил предложил средство хранения ускоренных частиц в кольце интенсивно сфокусированных направляющих магнитов. Частицы ускоряются в обычном синхротроне и затем выбрасываются в накопитель (рис. 2). Преимущество передачи полного момента сталкивающихся лучей может быть получено посредством пересекающихся.

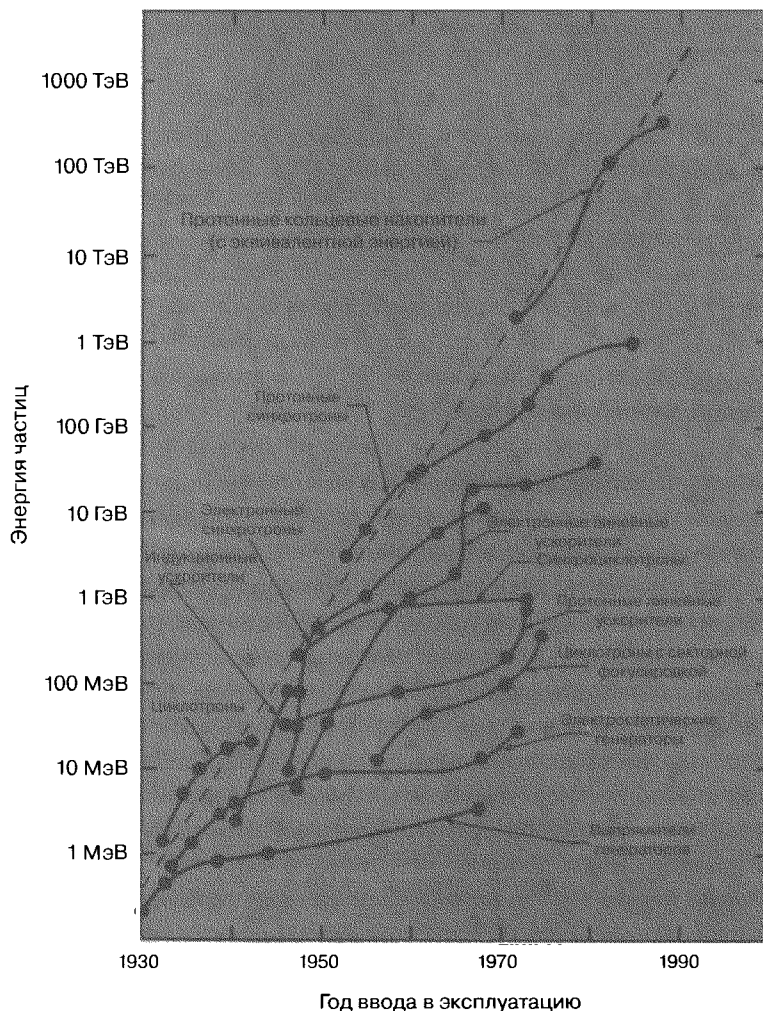


Рис. 1. Кривая Ливингстона — график эволюции эффективности ускорителей, который впервые была опубликована в 1954 г. [1]. Вариант, показанный здесь (с разрешения Стэнфордского центра по разработке линейного ускорителя Beam Line), был уточнен и включает установки, которые были введены в действие в последующие десятилетия. Закрашенные круги указывают на новые или модернизированные ускорители каждого типа

вращающихся в противоположных направлениях лучей от двух одинаковых накопителей. Преимущество пересекающихся лучей для достижения высоких энергий центра массы было предложено Керстом и его коллегами [3] приблизительно в то же самое время, что и описание накопителя О'Нилом; однако потенциально более высокие токи луча, а значит и более высокие скорости взаимодействия, были возможны со схемой О'Нила по сравнению с максимальным током луча, допускаемым методом «группирования пучка» Керста, применяемым в обычных синхротронах.

В первой работе О'Нила [2] по концепции накопителя он рассчитал, что время накопления будет составлять несколько секунд в типичной высоковакуумной среде ($\sim 10^{-7}$ мм рт. ст.).

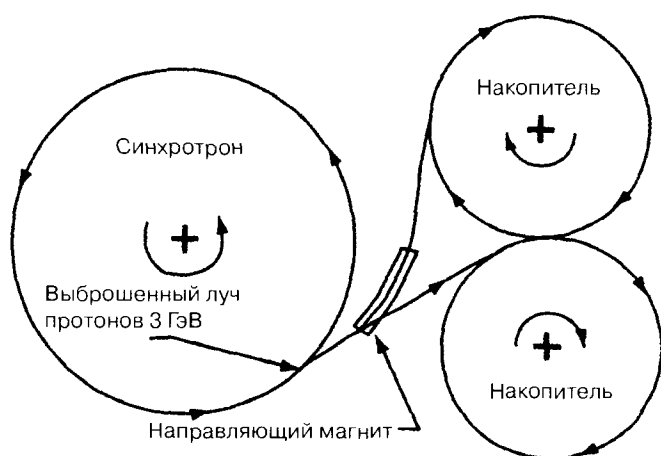


Рис. 2. Концепция накопителя
Г. К. О'Нила (1956)[2]

В последующей работе, опубликованной три года спустя О'Нилом и Вудсом [4], отмечалось, что «если использовать вакуумную технологию, уже разработанную в исследованиях термоядерной энергии, то время хранения составит часы». Речь шла о разработке, которая велась по соседству с институтом О'Нила, а именно о разработке устройства ядерного синтеза C-Stellarator [5], которое создавалось в Принстоне в 1958 г., его конструкция предусматривала вакуум на уровне 10^{-9} мм рт. ст. О'Нил начал сотрудничать с физиками в Стэнфорде по созданию двух электронных накопителей 500 МэВ. Строительство началось в 1958 г., а эксперименты по рассеянию электронов начались в 1961 г. Установка так и не дала сколько-нибудь значимых результатов для физики частиц; она использовалась для подтверждения квантовой электродинамики при энергии столкновений 1 ГэВ и для измерения ожидаемого малого поперечного сечения для получения тяжелых частиц (мюонов). Стэнфорд-принстонская установка, наряду с современной установкой — накопителем электронов 250 МэВ AdA, построенным в лабораториях Фраскати в Италии [6], — стали вехами в физике ускорителей. Это были первые среди длинной череды накопителей и коллайдеров, построенных на протяжении последующих двух десятилетий. По крайней мере два важных и существенных урока было вынесено из эксплуатации стэнфорд-принстонского коллайдера, которые окажут влияние на последующую разработку этих установок. Условия сверхвысокого вакуума, а отсюда и полезное время хранения электронов невозможно было поддерживать в вакуумной камере из коррозионностойкой стали из-за загрязнения, исходящего от встроенных масляных диффузионных насосов [7]. Во-вторых, было признано новое явление. Наблюдался значительный динамический эффект газовой выделения в присутствии сохраняемого электронного луча, который Е. Гарвин [7] объяснил газовой десорбцией, вызванной излучением синхротрона. Эффект был впоследствии изучен многочисленными группами [8], поскольку именно с преобладающей газовой нагрузкой необходимо иметь дело при разработке конструкции электронных или позитронных накопителей.

6.2.3. Создание сверхвысокого вакуума для первых накопителей

Следующий накопитель, построенный в Стэнфорде, Стэнфордское позитрон-электронное асимметричное кольцо (SPEAR) [9] и первый протонный накопитель, пересекающиеся кольцевые накопители (ISR) [10], построенные в CERN, являются значимыми вехами как в физи-

ке частиц, так и в истории сверхвысокого вакуума. Обе установки включали в себя конкретные инновации конструкции для обеспечения получения условий сверхвысокого вакуума с помощью сохраненного луча.

В целом вакуумные камеры накопителей в силу их длины и узкого поперечного сечения имеют крайне ограниченную проводимость. Проблемы вакуума, вызванные динамическим лучом, невозможно было решить, просто увеличив число систем встроенных вакуумных насосов. Требовались инновации для достижения поставленных целей по показателям работы и по реалистичности затрат на строительство. Эти инновации включали следующее:

- новую конструкцию вакуумного резервуара и методы изготовления;
- методы кондиционирования вакуумных резервуаров;
- распределенные вакуумные насосы;
- поглотители излучения синхротрона, совместимые со сверхвысоким вакуумом.

Необходимое динамическое давление ($<10^{-9}$ мм рт. ст.) является приблизительно тем же самым для достижения сохраненных лучей стабильного высокого тока ($>0,1\text{А}$) при разумном времени сохранения (часы) как для протонных, так и для электронных наполнителей, несмотря на то, что неблагоприятная газовая фаза и поверхностные взаимодействия в двух случаях отличаются. Для протонных накопителей требуется низкое газовое давление для минимизации рассеяния луча и минимизации нестабильности, которая впервые наблюдалась в ISR. При достаточном вакууме и достаточно очищенных поверхностях резервуара ионизированные остаточные виды газа, отталкиваемые лучом, воздействуют на поверхность, высвобождая больше газа посредством индуцированной ионами десорбции. При давлении более 10^{-9} мм рт. ст. эффект может стать лавинообразным, приводя к гашению тока луча [11]. Тщательные измерения коэффициентов индуцированной ионами десорбции, проведенные Мэтьюсоном и Ачардом [12], дали коэффициенты десорбции больше единицы для некондиционированных металлических поверхностей. При различных сочетаниях термической обработки резервуара и разрядной очистки коэффициенты индуцированной ионами десорбции могут быть снижены на два или три порядка.

Давайте рассмотрим конкретные характеристики конструкции устройства ISR, которые оказывали влияние на эффективность его вакуума. ISR (пересекающиеся накопители) состояли из пары вакуумных резервуаров длиной 1 км, которые пересекались в определенных точках для экспериментов со встречными лучами. Протонные лучи с током до 20 А при уровнях энергии до 28 ГэВ существовали в каждом накопителе. Продолжительная успешная эксплуатация этого устройства с 1971 по 1984 гг. стала возможной в большой степени благодаря успешной конструкции и реализации вакуумной системы вакуумной группой, возглавляемой Е. Фишером [13, 14]. Определенная доля усилий была направлена на внедрение лучших достижений существующей и известной на тот момент технологии сверхвысокого вакуума в конструкцию системы. Например, вакуумный резервуар 2 км длиной, полностью из коррозионностойкой стали подлежал термической обработке *in situ* при температуре до 300 °С и откачивался 300 триодными ионными насосами и 70 турбомолекулярными насосами. Значительные усилия были потрачены на соответствующее описание вакуумной среды: 500 модульных вакуумметров Байарда — Альперта и 26 анализаторов остаточного газа были использованы в качестве приборов системы. Вакуумная группа ISR разработала несколько методов кондиционирования материала резервуара, которые были использованы на многих последующих установках в CERN и на других объектах для оптимизации эффективности сверхвысокого вакуума. В ре-

в результате исследования диффузии водорода в коррозионностойкой стали [15] листовой материал, который использовался для изготовления резервуара, был подвергнут предварительной термической обработке в вакууме в течение 2 часов при 900 °С, снижая на порядок водородное содержание. Значительные усилия были посвящены разработке и квалификации эффективности химических рецептов вакуумных материалов очистки [16], а также разработке методов разрядной очистки с использованием аргона и смесей аргона—кислорода [17]. Эти исследования кондиционирования поверхности были распространены на алюминиевые поверхности [18] в 80-е годы XX века, когда CERN сосредоточил свое внимание на проекте 27-километрового Большого электронно-позитронного коллайдера (LEP), который был запущен в 1989 году [19].

Приблизительно в то же время, когда вводилось в эксплуатацию устройство ISR, было запущено устройство SPEAR [20] в Стэнфорде (1972). Множество инноваций конструкции, разработанных для этого коллайдера, были внедрены в последующих электронно-позитронных коллайдерах и накопителях. Требования к динамическому давлению на уровне $< 10^{-9}$ мм рт. ст. также предусматриваются и для электронно-позитронных накопителей, но в этом случае основной механизм рассеяния газа — это потери на тормозное излучение в столкновениях электронов с молекулами [21]. Срок жизни луча, определяемый этим механизмом рассеяния, изменяется обратно пропорционально увеличению молекулярной массы, с ущербом для компонентов остаточного газа с более высоким молекулярным весом. Как упоминалось ранее, источником динамической газовой нагрузки является десорбция, вызываемая излучением синхротрона. Это явление в настоящее время хорошо понятно с точки зрения газовой десорбции посредством фотоэлектронов, генерируемых излучением синхротрона. Измерения для изучения явления были впервые сделаны с помощью электронных источников, которые имитиро-

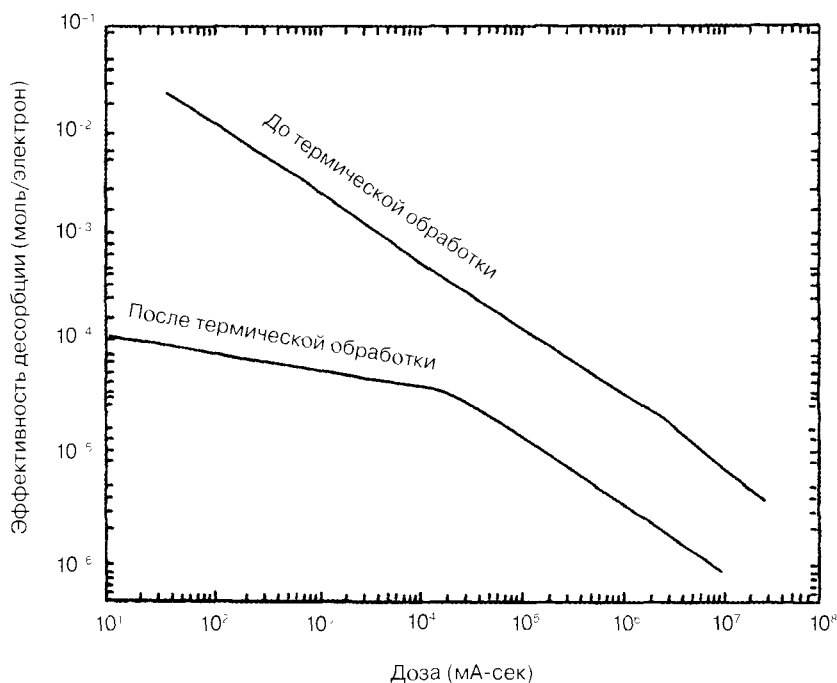
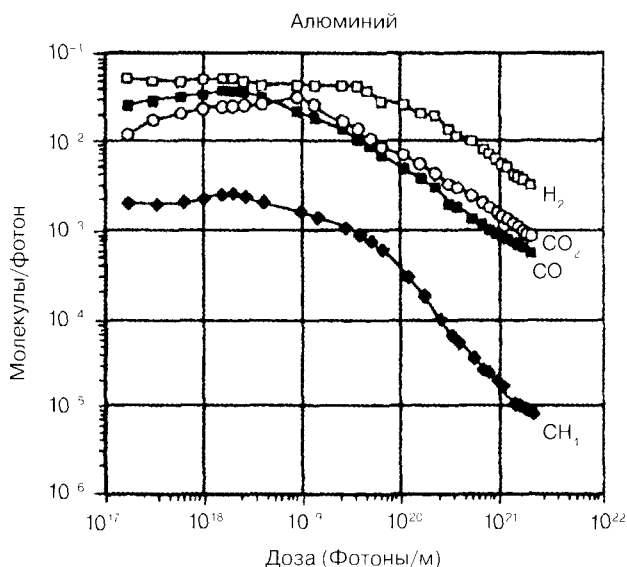


Рис. 3. Исследования электронной десорбции в Стэнфорде [7]

Рис. 4. Исследования фотодесорбции в CERN [8] (перепечатано с разрешения Elsevier Science Ltd.)



вали фотоэлектронную эмиссию, включая первоначальное измерение (рис. 3), выполненное вакуумной конструкторской группой SPEAR [7]. Впоследствии фактические измерения коэффициентов фотоиндуцированной десорбции были получены с помощью пучков синхротронного излучения на источниках света накопителя вакуумными группами в CERN [8], Брукхейвном [21] и КЕК в Японии [22].

Величины измеренных коэффициентов десорбции начинаются в диапазоне от 10^{-2} до 10^{-1} в зависимости от того, является ли подложка коррозионностойкой сталью, алюминием или медью, и уменьшаются обратно пропорционально в зависимости от дозы фотонов до 10^{-5} или 10^{-6} после воздействия луча, которое составляет 1–10 ампер-часов, соответствующее количеству фотонов 10^{22} – 10^{23} фотонов на метр вакуумного резервуара (рис. 4). Этот эффект «очистки лучом» оказался самым эффективным методом кондиционирования поверхности *in situ* для электронных накопителей. Синхротронная эмиссия, генерирующая фотоэмитированные электроны, и результирующая скорость фотоэмиссии могут быть рассчитаны для данного набора параметров электронного луча и известной геометрии вакуумного резервуара. Сочетание результатов этих расчетов с измерениями коэффициентов фотоиндуцированной десорбции позволяет конструкторам новых установок конструировать вакуумные камеры и связанные с ними системы откачки. Определенные усилия были потрачены на то, чтобы смоделировать [23] зависимость фотоиндуцированной десорбции от дозы, которая, очевидно, является лимитированной по скорости посредством диффузии компонентов H, C и O из поверхности, близкой к бомбардируемому металлу.

6.2.4. Разработка вакуумного резервуара накопителя и системы откачки

Большие динамические газовые нагрузки, присутствующие в электронных накопителях, явились локомотивом разработки уникальных вакуумных камер и связанных с ними систем откачки в целях выполнения рабочих требований к сверхвысокому вакууму. Решения, принятые для накопителя SPEAR [7], были инновационными и стали прототипом решений на следую-

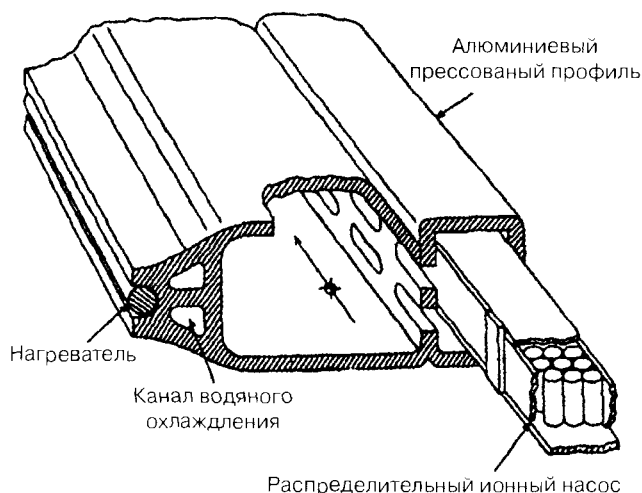


Рис. 5. Конструкция вакуумной камеры устройства SPEAR (1971)

иные два десятилетия конструирования накопителей. Использование простой трубной геометрии для вакуумных камер ускорителя с окнами встроенных насосов, расположенных с удобным интервалом друг от друга между магнитными зазорами, является достаточным для выполнения нежестких требований к вакууму большинства круглых ускорителей. Как правило, с помощью встроенных насосов можно получить быстроту откачки на единицу длины камеры порядка 1—10 л/с-м. Чтобы справиться с газовой нагрузкой, индуцированной синхротронным излучением, в электронном накопителе внутри лучевых камер были установлены так называемые распределенные насосы на основе либо ионных насосов, помещенных внутри поля отклоняющего магнита, либо на основе геттерных насосов (NEG).

На рис. 5 показана конструкция лучевой камеры [7], используемой в накопителе SPEAR, в котором размещались распределенные ионные насосы. Камера была изготовлена с помощью метода выдавливания алюминия (тип 6061). Это было эффективное решение для производства длинного (200 м) многокамерного, неконцентрического резервуара. Охлаждающий канал и ребристая поверхность были выдавлены на внешней стороне камеры для того, чтобы справиться с локализованной тепловой нагрузкой от падающего синхротронного излучения. Во многих накопителях, построенных после SPEAR, в особенности тех, которые специально предусмотрены в качестве синхротронных источников света, учтено преимущество камер из выдавленного алюминия, выражающееся в простоте изготовления и способности справляться с тепловыми нагрузками от синхротронного излучения с совместно выдавленными охлаждающими каналами (и в присущей алюминию высокой теплопроводности). Выдавленные конструкции камер, изготовленных после SPEAR, часто включали многокамерную систему, позволявшую лучевой камере быть изолированной от камеры, содержащей элементы распределенной насосной системы, в целях минимизации эффектов импеданса луча.

Использование алюминия для вакуумных камер накопителя дало толчок большому объему связанных разработок по использованию алюминиевых сплавов для вакуума, таких как эффективные методы очистки поверхности [18], методы склеивания алюминия и коррозионно-стойкой стали [24], сварка алюминия с вакуумной сертификацией и алюминиевые вакуумные компоненты [25].

По мере увеличения мощности синхротронного излучения для накопителей, предназначенных для использования в качестве специализированных источников света, потребовалось сконструировать специальные структуры, поглощающие синхротронное излучение для того, чтобы дипольные магнитные камеры справлялись с локализованными тепловыми нагрузками. Эти структуры были такие же простые, как медные бруски, припаянные к излучающей плоскости камер из коррозионностойкой стали, и такие же сложные, как водоохлаждаемые абсорберы с Cu , C или Be в качестве поглощающего излучение материала [26].

Разработка двух классов распределенных насосов для накопителей оказала значительное воздействие на дальнейшее развитие как ионных, так и геттерных насосов. Инновационное использование в SPEAR дипольных магнитных полей в качестве удерживающего поля для ячеек с разрядом Пеннинга ионного насоса [28] представляло собой развитие исследований Шурмана [27] и первоначально Пеннинга [28] зависимости магнитного поля от газовых разрядов поперечного поля. Малер и Трахтенберг из Новосибирска [29] и позднее Хартвиг и Коупцидис, DESY (Немецкий электронный синхротрон) [30], разработали конкретные формулы, применимые к конструкции и работе распределенных ионных насосов в ситуации как с низким, так и с высоким полем.

Для Большого электронно-позитронного накопителя (LEP) длиной 27 км в CERN требовалась более экономичная схема распределенных насосов, чем ионные насосы *in situ*. В LEP впервые были реализованы геттерные насосы (NEG) внутри вакуумной камеры в качестве первичного откачивающего элемента. Под руководством К. Бенвенути [31] CERN выполнил впечатляющий объем анализа конструкций и испытаний прототипов некоторых системы NEG (сплав ZrAl). В результате этого система работает хорошо с момента запуска LEP в 1989 году. В многочисленных других накопителях [32, 33] реализация NEG в качестве элемента распределенной насосной системы была начата даже до пуска LEP.

6.2.5. Холодные вакуумные камеры

Последними членами семейства коллайдеров для исследований в области физики частиц высокой энергии можно считать сверхпроводящий суперколлайдер (SSC) в Соединенных Штатах (строительство которого было отменено Конгрессом США в сентябре 1993 года) и Большой адронный коллайдер (LHC) в CERN (который находится в процессе конструирования и ожидает утверждения разрешения на его строительство странами-членами CERN). Огромная стоимость этих установок (более 11 млрд долларов для SSC и более 4 млрд долларов для LHC), которая диктуется их размером и необходимостью в тысячах самых современных сверхпроводящих магнитов, часто перевешивает разговоры о научных достоинствах.

Для целей настоящего исторического обзора конструкторская работа, которая выполнена по SSC и LHC, уже стала вкладом к базу знаний о сверхвысоком вакууме из-за конкретных проблем, связанных с вакуумными камерами накопителей, которые должны работать при температурах жидкого гелия [34, 35]. Для минимизации затрат на магниты лучевые камеры как SSC, так и LHC имеют относительно малый диаметр (≈ 5 см) и термически закорачиваются на температуру магнита (4,2 К для SSC и 1,8 К для LHC).

Обычно эмиссия синхротронного излучения от протонного луча SSC или LHC не является проблематичной с точки зрения создания динамической газовой нагрузки, если вакуумный резервуар имеет температуру окружающей среды. Для случая SSC коллайдер сохранил бы 70 мА протонных лучей при 20 ТэВ. Мощность синхротронного излучения на дипольные маг-

нитные вакуумные камеры составляет 0,14 Ватт/м. Газовая нагрузка, десорбированная из такого потока и излучения, могла бы быть легко обработана добавлением незначительной распределенной насосной системы, как это демонстрируется в электронных кольцах. При поверхностях, имеющих температуру окружающей среды, фотодесорбированные газы не будут переадсорбироваться на ближайших поверхностях и будут характеризоваться высокой вероятностью удаления из газовой фазы распределенными насосами.

Случай фотоиндуцированной десорбции и переадсорбции с поверхностью около 4 К является совершенно другим случаем. Все десорбированные газы, представляющие интерес (CO , CO_2 , CH_4 и H_2O), за исключением H_2 , откачиваются хорошо и имеют низкие значения давления пара равновесия на поверхностях при 4 К. Измерения изотермы на чистой коррозионно-стойкой стали при низких температурах показывают, что H_2 откачивается и давление пара H_2 остается низким ($<10^{-11}$ мм рт. ст.), только если покрытие поверхности H_2 остается ниже мономолекулярного слоя [36, 37]. Значения динамического давления для работы как SSC, так и LHC должны оставаться ниже диапазона 10^{-10} мм рт. ст. для предотвращения излишнего рассеяния луча и излишней тепловой нагрузки на криостат магнита в результате рассеяния луча. Предлагаемая особенность конструкции (рис. 6) внутри холодных вакуумных камер для того, чтобы не допустить превышения динамическим давлением предела 10^{-10} мм рт. ст., касается включения промежуточной температурной гильзы (при ~ 20 К) между апертурой луча и холодной стенкой резервуара. Эта гильза будет перехватывать синхротронное излучение и будет иметь частичное отверстие или перфорацию, чтобы пропускать десорбированные молекулы H_2 в промежуточное пространство. Рабочая температура холодного расточного отверстия LHC является достаточно низкой для откачки H_2 выше количеств мономолекулярного слоя, не превышая пределов динамического вакуума. Однако для SSC потребуется спроектировать какой-то вид криосорбционного материала для откачки многослойных количеств H_2 . Наиболее вероятным кандидатом является, по всей видимости, древесный уголь, исходя из предыдущих исследований откачивающих характеристики этого материала для программы ядерного синтеза [38] и последних работ, инициированных SSC.

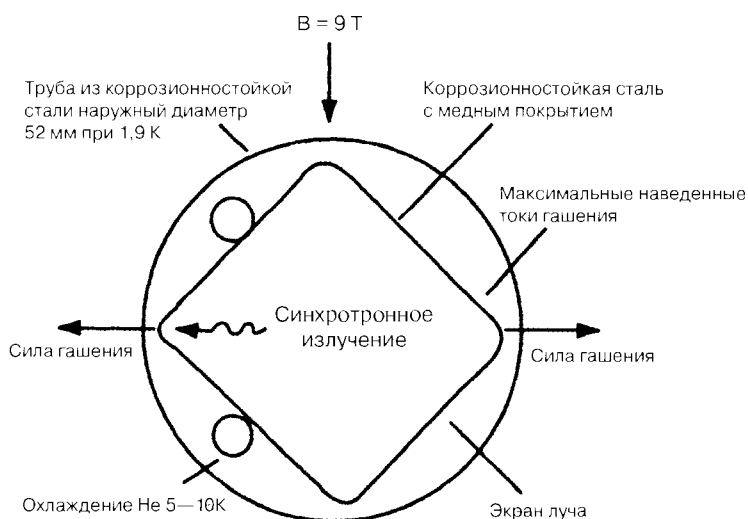


Рис. 6. Конструкция вакуумного резервуара LHC (1993) [35](© 1993 IEEE)



С отменой SSC эти исследования, наиболее вероятно, будут проводиться полностью применительно к ЛНС. Основные вопросы для решения — это понять явления фотоиндуцированной десорбции при низких температурах (1,8—20 К) на материалах — кандидатах для резервуаров, и конструкция экономичной холодной вакуумной камеры. Информация, полученная по первой теме, расширит наше понимание этого важного процесса и имеет приложение к другим важным научным и техническим проблемам, таким, в частности, как образование молекул на поверхностях зерна межзвездной пыли [39] и реакция динамического давления сверхпроводящих синхротронных источников света, используемых для рентгеновской литографии [40].

6.2.6. Сверхпроводящие высокочастотные ускорители

Кроме использования сверхпроводящих магнитов для экономии энергии при работе ускорителя, другим значительным применением сверхпроводимости в технологии ускорителя являются высокочастотные резонаторы ускорения [41]. Линейные ускорители главным образом состоят из набора высокочастотных резонаторов, отделенных время от времени магнитными элементами для коррекции оптики луча. В синхротронах энергию, которую теряет циркулирующий луч из-за синхротронного излучения и других процессов, хранят высокочастотные резонаторы, чередующимися с направляющими магнитами. Для обоих видов применения сверхпроводящие высокочастотные резонаторы сокращают эксплуатационные затраты, обеспечивают более низкий импеданс ускоряющему лучу и могут работать в режиме непрерывной волны при высоких градиентах. Недостатки сверхпроводящих высокочастотных резонаторов — это стоимость и сложность криогенного охлаждения и меньшая база эксплуатационного опыта. Последнее беспокойство постепенно снимается. В течение 1993 года мощность установленных ускорителей, обеспечиваемая сверхпроводящими высокочастотными резонаторами, превысила 1 ГэВ, главным образом благодаря завершению строительства сверхпроводящего линейного ускорителя в CEBAF. Непрерывного ускорителя электронного луча Лаборатории Джефферсона в Ньюпорт Ньюз, штат Виргиния [42]. Большие установки работающих сверхпроводящих высокочастотных систем находятся в накопителях в КЕК [43], DESY (Немецкий электронный синхротрон) в Гамбурге, Германия [44] и LEP [45]; последняя установка находится в процессе модернизации всех своих высокочастотных резонаторов, переходя на сверхпроводящие версии для того, чтобы удвоить достигаемую окончательную энергию (до 100 ГэВ) экономичным образом.

Более 20 лет разработок было вложено в сверхпроводящую высокочастотную технологию, в результате удалось добиться имеющегося в настоящее время технического уровня, благодаря которому можно изготавливать резонаторы производственного масштаба с градиентами ускорения более 20 МВ/м [46]. Эти высокоэффективные резонаторы также найдут применение в компактных линейных ускорителях постоянной волны для обеспечения работы лазеров на свободных электронах, которые будут полезными для промышленных видов применения, в частности для обработки материалов, где необходима высокая средняя мощность, в качестве энергетически эффективных ультрафиолетовых и инфракрасных источников света [47]. Успешное развитие сверхпроводящих высокочастотных резонаторов прочно связано с технологией сверхвысокого вакуума. Высокоэффективные и надежные резонаторы требуют крайне тщательной очистки и обработок поверхности, сборки в среде, свободной от загрязнения частицами, и методов вакуумной герметизации, совместимых со сверхвысоким вакуумом [48].

6.2.7. Большой ускоритель следующего поколения?

Как я отмечал при рассмотрении кривой Ливингстона, эволюция ускорителей ознаменовывалась новыми технологиями, позволяющими повысить эффективность при доступных затратах. Достигли ли круглые коллайдеры этого предела в случае SSC и LHC? Для того чтобы обеспечить альтернативные технологии для следующего поколения ускорителей частиц, в рамках нескольких международных программ сотрудничества изучаются конструкции линейных коллайдеров [49]. Этот проект следующего линейного коллайдера осуществляется командами, разрабатывающими конструкцию различных вариантов для пары линейных ускорителей 250 ГэВ для столкновений e^+ и e^- . Несколько команд исследует теплые ускоряющие структуры от 3 до 30 ГГц, а одна команда исследует сверхпроводящую высокочастотную структуру при 1,3 ГГц. Основными проблемами, связанными с теплыми структурами, которые главным образом основаны на успехе Стэнфордского линейного коллайдера (введенного в эксплуатацию в 1980 году [50] незадолго до LEP), являются следующие: крайне жесткие спецификации центровки, а также наличие и стоимость необходимой высокочастотной мощности. Главная проблема, связанная со сверхпроводящим вариантом, заключается в стоимости структуры резонатора/криостата. Как и в большинстве начинаний, здоровая конкуренция полезна, и конструкторские разработки уже принесли ценные результаты в области материалов, высокочастотных колебаний и криогенной техники.

Области физики ускорителей всегда удавалось привлекать способные научные и инженерные кадры, готовых работать вслепую ради новых схем ускорителей, характеризующихся как высоким риском, так и высокой потенциальной отдачей, включая сегодняшние исследовательские работы в области лазерно-плазменных такт-волновых ускорителей и ускорителей кильватерных волн. Кто знает, какой неизвестный пока ускоритель добавит еще одно семейство установок к кривой Ливингстон в течение следующих 20 лет?

6.2.8. «Дорожная карта» ядерного синтеза с магнитным удержанием плазмы

В истории ускорителей частиц кривая Ливингстона представляла собой полезную дорожную карту эволюции различных семейств ускорителей. Область разработки устройств для обуздания ядерного синтеза в целях выработки электроэнергии имеет аналогичную дорожную карту. Она называется кривой Лоусона, или критерием Лоусона, и основывается на расчетах Джона Лоусона [51] минимальных условий плотности плазмы, температуры плазмы и удержания энергии, необходимых для критической энергетической точки в плазме дейтерия—третия (D-T) (смотрите рис. 7). В течение первых двух десятилетий исследования ядерного синтеза устройства предназначались для магнитного удержания и нагревания водородных плазм низкой—средней плотности. В течение последних двух десятилетий схемы «инерционного удержания», основанные на лазерном или ионнолучевом сжатии гранул D-T, предоставили альтернативный путь развития для энергии синтеза. В таких схемах магнитного удержания плазмы получают плотности $> 10^{19} \text{ м}^{-3}$, температуры $> 10 \text{ кэВ}$ и время удержания энергии $> 1 \text{ с}$ для выполнения условия Лоусона. Для физиков и инженеров, начавших исследования в этой области свыше 40 лет тому назад, это казалось довольно-таки простой проблемой; однако данная проблема оказалась одним из самых трудных научных и технических вызовов нашего времени. Непрерывные усилия, прилагаемые на протяжении последних четырех десятилетий

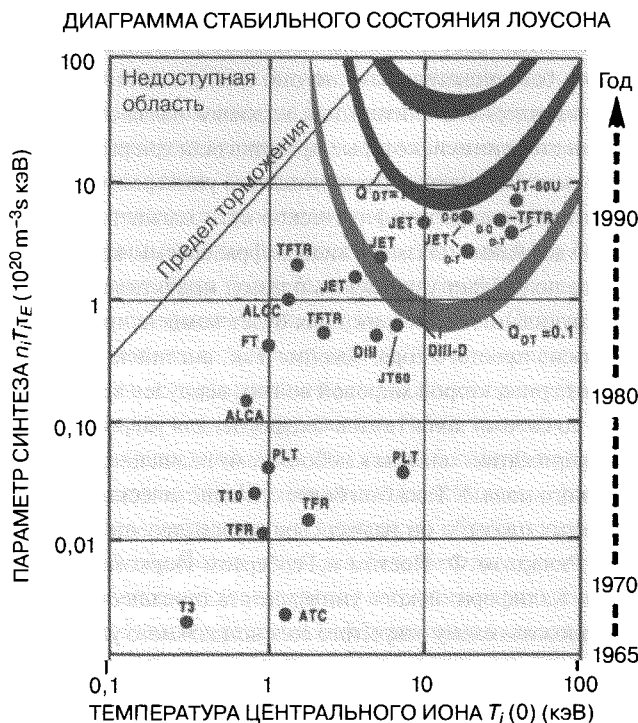


Рис. 7. Критерий Лоусона для усиления энергии в плазмах D-T, Принстонская лаборатория физики плазмы

учеными-практиками в Европе, Японии, России и Соединенных Штатах, увенчались трехкратным ростом производства плазмы и увеличением ее энергии более чем на 10 порядков, начиная с примитивных маленьких устройств 1950-х гг. до пределов 50—80% критерия Лоусона благодаря использованию гигантских токамаков в Принстоне [52] и Абингдоне, Англия [53]. Технология сверхвысокого вакуума сыграла значительную роль в разработке устройств ядерного синтеза с магнитным удержанием плазмы. Прежде чем я приведу конкретные примеры, которые главным образом основаны на разработках последних двух десятилетий, было бы познавательно рассмотреть раннюю историю 1950—60-х гг., когда основные проблемы исследований ядерного синтеза с магнитным удержанием плазмы и высокотемпературной плазмы еще только ставились на повестку дня.

6.2.9. История ядерного синтеза с магнитным удержанием плазмы

Исследования в области ядерного синтеза всегда имели ярко выраженную политическую окраску с момента начала этих исследований в 1950-х гг. на протяжении нескольких крупных циклов роста и спада государственного финансирования и вплоть до сегодняшнего дня, а также характеризовались очень неопределенным будущим. Возможности энергии ядерного синтеза или «управляемых термоядерных реакторов», безусловно, возникали в сознании физиков, наблюдавших воочию первые запущенные с участием человека термоядерные реакции во взрыве первых видов оружия с зарядом из дейтерия и трития. Первое серьезное усилие в Соединенных Штатах запустить программу исследования ядерного синтеза было инициировано

объявлением в марте 1951 года аргентинским диктатором Хуаном Пероном о том, что его страна овладела ядерной энергией с помощью немецкого ученого в изгнании Рональда Рихтера. Заявление оказалось безосновательным, но оно подтолкнуло США запустить секретную программу исследований ядерного синтеза под кодовым названием «проект Шервуд» [54]. У этой программы были сторонники, которые представляли три различные схемы магнитного удерживания плазм. Лиман Шпицер из Принстонского университета за которым, как правило, признается приоритет в раскрытии физической сути магнитного удержания, разработал концепцию геометрии удержания плазмы в виде цифры восемь, которую он назвал стелларатором. Соленоидальное поле будет удерживать плазму, индуктивно возбужденный ток будет нагревать плазму, а скручивание геометрии поля будет компенсировать тенденцию заряженных частиц дрейфовать из простого тора. Джеймс Так, английский физик, привлеченный к проекту «Манхэттен» в период второй мировой войны, вернулся в Лос Аламос со схемой, разработанной им вместе со своими коллегами в Оксфорде, для удержания и нагрева плазм в фокусе образца путем «прижатия» плазмы к небольшому радиальному потоку за счет быстрого увеличения тороидального поля. У Така был более оптимистический взгляд на возможную переменчивость удержанных плазм, и он назвал свое устройство «перхэпсатроном». Третья команда, возглавляемая Ричардом Ф. Постом и Гербертом Йорком, в ливерморском филиале Лаборатории радиации Калифорнийского университета (предшественнике Лаборатории Лоренса Ливермора) предложила схему открытого соленоидального удержания, которую они называли «зеркальными машинами».

Все ранние схемы были сопряжены с трудностями: удержание плазмы представлялось слабым, температуры плазмы были низкими, а используемая примитивная вакуумная технология гарантировала, что представляющие интерес компоненты плазмы будут заглушены примесями от удерживающих стенок камеры. Усугубляло трудности и слабое состояние разработанной аппаратуры и приборов для измерения свойств плазмы, а также примитивный уровень теоретического понимания этой сложной многокомпонентной жидкостной системы. Ситуация приняла, безусловно, другой оборот и темп, когда в 1958 году с секретного проекта «Шервуд» был снят гриф секретности в канун знаменитой конференции «Мирный атом» в Женеве. В этот момент стало ясно, что амбициозная русская программа ненадолго ушла вперед по сравнению с усилиями, предпринимаемыми Западом. Еще раз прозвучали заявления о близком успехе; на этот раз они были сделаны англичанами с их моделью самостягивающегося разряда в плазме «Зета» в 1957 году, но к моменту проведения Женевской конференции было доказано, что нейтроны, наблюдаемые в экспериментах «Зета», не являются термоядерными по происхождению [55]. Возрастающее понимание сложности проблемы удержания плазмы, замешательство в связи с преждевременными заявлениями об успехе, а также публичность, вызванная снятием грифа секретности, побудили превратить исследования в области ядерного синтеза в более уравновешенное сочетание теории, машин и измерений.

6.2.10. Модель С: первое устройство ядерного синтеза в условиях сверхвысокого вакуума

Когда Шпицер разработал свою концепцию стелларатора, он составил план продвижения технологии по упорядоченному пути от первооткрывательской Модели А, которая представляла собой настольную демонстрацию, к более крупной Модели В, предназначавшейся для перевода параметров плазмы на инженерный прототип (Модель С), который должен был стать

масштабной моделью реактора с окончательным переходом к полномасштабному реактору-прототипу (Модель D) [56]. Примечательный документ, оформленный командой Шпинера в 1954 году, фактически называет многие из важных подсистем, которые требуются реактору ядерного синтеза: вспомогательная система нагрева для достижения температур зажигания плазмы, магнитное «отводящее устройство» для удаления примесей плазмы и литиевый бланкет для поглощения нейтронов — продуктов синтеза и экстракции энергии из реактора. Обескураживающие результаты экспериментов стеллараторов серии В и аналогичные результаты программ сжатия плазмы и зеркал значительно изменили план Шпинера по разработке реактора. Модель С не должна была более быть масштабной моделью реактора — она будет следующим этапом выяснения физической природы плазмы. Однако модель С будет представлять самое крупное отдельное капиталовложение (35 млн долларов США), внесенное до сих пор в программу, и впервые промышленные подрядчики примут участие в конструировании и строительстве установки. Стелларатор модели С был запущен в 1961 году. Его вакуумный резервуар из коррозионностойкой стали был самой большой построенной на тот момент системой сверхвысокого вакуума [5]. Специальные двухстыковые фланцевые уплотнения с золотой проволокой позволяли проводить термическую обработку системы до температуры 450 °С. После термической обработки значения базового давления находились в пределах 10^{-10} мм рт. ст. Из-за обеспокоенности по поводу загрязнения углеводородами Модель С откачивалась с помощью двух больших ртутных диффузионных насосов, изолированных от тора клапанами со свинцовым уплотнением и фреоохлаждаемыми ловушками. Ртуть была выбрана в качестве жидкости откачки, так как ее случайное присутствие в вакууме тора можно было обнаружить с очень большой чувствительностью посредством плазменных спектроскопических методов, и высокотемпературная термическая обработка резервуара легко бы удалила загрязнение. Результаты работы вакуумной системы модели С были огромным успехом — результаты работы плазмы, с другой стороны, были обескураживающими.

В течение большей части 1960-х гг. ни одна из схем удержания плазмы, которой занимались Соединенные Штаты и Соединенное Королевство, не позволила добиться какого-либо значительного прогресса в направлении к Святому Граалю, представлявшему собой критерий Лоусона. Объем знаний о полностью ионизированных плазмах расширился в оптимальном темпе, дополняемый тщательными измерениями с помощью новых плазменных «диагностических» приборов и все усложняющейся теорией плазмы. Несмотря на эти достижения, к концу 1960-х гг. ни измерения, ни теории не могли объяснить экспериментаторам, почему их плазмы оставались относительно плохо удерживаемыми и холодными [57].

6.2.11. Русская революция в ядерном синтезе: токамаки

По мере того, как 1960-е гг. приближались к своему завершению, два тесно связанных политических события вызвали резкое изменение в темпах разработки ядерного синтеза. Холодная война препятствовала какому-либо значительному обмену информацией между западной и советской программами, за исключением коротких взаимодействий на конференциях по физике плазмы, организованных Международным агентством по атомной энергии ((IAEA). На конференциях 1965 [85] и 1969 [59] гг. русские утверждали, что геометрия их тороидальной магнитной камеры или «токамака» производит плазмы со временем удержания, измеряемым в миллисекундах, и температурой плазмы, приближающейся к одному киловольту. Эти результаты были встречены со скептицизмом, поскольку они представляли собой улучшение по

крайней мере на два порядка по сравнению с лучшими результатами конкурирующих западных устройств. Скептицизм был развеян в 1969 году, когда оттепель в отношениях холодной войны позволила руководителю программы ядерного синтеза в Курчатовском институте в Москве Льву Арцимовичу приехать в Мичиганский технологический институт для выступления с лекцией по проблемам разоружения. Импровизированная серия лекций по результатам токамака Т-3 Курчатовского института начала убеждать все большее и большее число американских специалистов по физике плазмы, которые ехали в Кембридж, чтобы послушать и задать вопросы Арцимовичу. Исчезли последние сомнения, когда группа английских физиков, находившаяся с визитом в Курчатовском институте, телеграфировала в Вашингтон, что они подтвердили результаты Т-3 посредством лазерных измерений рассеяния температуры плазмы и плотности, выполненных с помощью оборудования, импортированного ими из своей лаборатории в Калхаме [59].

Шла гонка токамаков. Токамаки строились в Оук Ридже [60], в МИТ [61] и на «Дженерал Атомикс Компании» [62] в Сан-Диего. Стелларатор модели С в Принстоне был преобразован в токамак за четыре месяца, и в первые два месяца эксплуатации еще раз подтвердили свойства удержания и пределы стабильности геометрии токамака. Более того, свойства удержания, по всей видимости, обладали благоприятной зависимостью масштаба от размера: время удержания энергии улучшалось в зависимости от квадрата радиуса плазмы. Быстро были составлены планы по второму поколению токамаков с увеличением размера на коэффициент 2, с последующим увеличением еще раз на коэффициент 2, в результате чего должно было получиться устройство, способное выполнить условие Лоусона. Эти смелые планы были заморожены на два года, пока эмбарго на арабскую нефть в 1973 году не стало толчком закачивания значительных объемов финансирования во все виды энергетических исследований. Принстонский большой тор (PLN) [63], токамак с вакуумным резервуаром 6 000 л и радиусом плазмы 0,5 м, был введен в эксплуатацию в конце 1975 года. Благодаря использованию водородно-нейтральных лучей высокого тока, разработанных в Национальной лаборатории Оук Риджа, PLT стал первым устройством ядерного синтеза, превысившим летом 1978 года минимальную температуру критерия Лоусона, равную 10 кэВ [64].

Научно-технический прогресс развивался головокружительными темпами в результате того, что бюджеты на ядерный синтез и связанную с ним деятельность росли на 30–40% в год в течение большинства десятилетий, следовавших за пороговым 1973 годом.

6.2.12. Примеси плазмы и вакуумная технология

Достижение высоких температур плазмы в токамаке PLT произошло не без нескольких ключевых разработок в области контроля за тем, как плазма взаимодействует со стенкой вакуумного резервуара. Спектроскопические измерения и измерения удельного сопротивления плазмы на первом поколении западных токамаков (ST и ATC в Принстоне, Ормак в Оук Ридже, Пульсатор в Германии и TFR во Франции) свидетельствовали о том, что примеси в плазме представляли собой постоянную проблему. Токамак ATC, построенный в Принстоне вскоре после переделки Модели С для испытания схемы магнитного сжатия нагреваемых плазм [65], достиг в 1974 году первой чистой водородной плазмы, не разбавленной углеродом и примесями плазмы, десорбированными со стенки вакуумного резервуара. Этот результат был достигнут испарением титана на большую долю стенки резервуара до разряда плазмы для подавления примесей в сочетании с впрыском водородного газа во время разряда [66].

В 1975 году первый из серии компактных токамаков с высоким полем, построенных в МИТ, Алькатор А, также достиг чистой плазмы « $Z_{\text{эф}} = 1$ » [67] посредством сочетания конструкции сверхвысоковакуумного резервуара, программированной подачей топлива в разряд с помощью впрыска водородного газа и первооткрывательского использования метода импульсной разрядной очистки для кондиционирования стенки вакуумного резервуара до воздействия высокотемпературных плазм. Метод очистки разрядом [68] был разработан Робертом Тейлором и быстро принят на вооружение всеми существующими экспериментаторами на токамаках. По иронии судьбы, когда сочетание метода разрядной очистки и метода геттерирования Ti было применено к устройству PLT, примеси с низким Z (углерод и кислород) были сокращены до такой точки, что эти ионы больше не охлаждали плазму кромки посредством излучения. Результирующая плазма кромки была достаточно энергичной для распыления излишних количеств металлических примесей из структуры «ограничителя» вольфрама, которая определяла радиус плазмы и защищала стенку вакуумного резервуара. Переход материала ограничителя на высокочистый графит решил проблему для PLT [69] и помог запустить программу разработок для огнеупорных материалов с низким Z , которые будут нужны для структур «первой стенки» в последующем поколении токамака [70].

Проблемы генерирования и подавления примесей в токамаках считались достаточно важными для разработки ядерного синтеза, и значительная часть экспериментальных программ по многим установкам и нескольким специализированным устройствам была посвящена исследованиям примесей. В рамках Эксперимента по исследованиям примесей Оук Риджа или устройства ISX в Оук Ридже был испытан прототип ограничителей графита PLT [71], разработан метод геттерирования Sr [72] и изучено однополярное дугообразование как источник генерирования примесей [73]. Методы транспорта примесей и улучшенного впрыска водорода были изучены на Дублет-токамаке в «Дженерал Атомикс» [74]. Крупномасштабные испытания структур магнитных отводящих устройств для контролирования транспорта как водородных компонентов, так и примесей-компонентов были проведены на токамаке PDX в Принстоне [75] и токамаке ASDEX в Гархинге, Германия [76]. Последние два токамака, которые были введены в эксплуатацию в начале 1980-х гг., требовали больших вакуумных резервуаров ($\sim 36 \text{ м}^3$), в которых должны были содержаться внутренние магнитные структуры для отводящего устройства и балластный объем для откачки частиц плазмы, которые нейтрализовались на пластине-мишени отводящего устройства (рис. 8). Объемы отводящего устройства были оснащены большими массивами источников испарения титана для обеспечения мощности водородной откачки до $2 \cdot 10^5 \text{ л/с}$. Устройство PDX также использовалось для испытания прототипного геттерного массива [77] (на базе сплава Zr-Al) и тороидального ограничителя большой площади, изготовленного из графитовых плиток [78]. Из-за большого размера вакуумных резервуаров PDX и ASDEX по сравнению с объемами плазмы (6:1) обе установки стали испытательными стендами для разработки водородных методов тлеющего разряда для очистки сложных структур вакуумного резервуара [79, 80].

6.2.13. На пути к безубыточным экспериментам

Быстрый темп реализации программы ядерного синтеза во второй половине 1970-х гг. аккумулировал и объединил графики проектирования и ввода в эксплуатацию трех поколений установок. Это ускорение сроков было наиболее заметно в истории больших токамаков, построенных с целью выполнения критерия Лоусона о нулевом энергетическом балансе. До то-

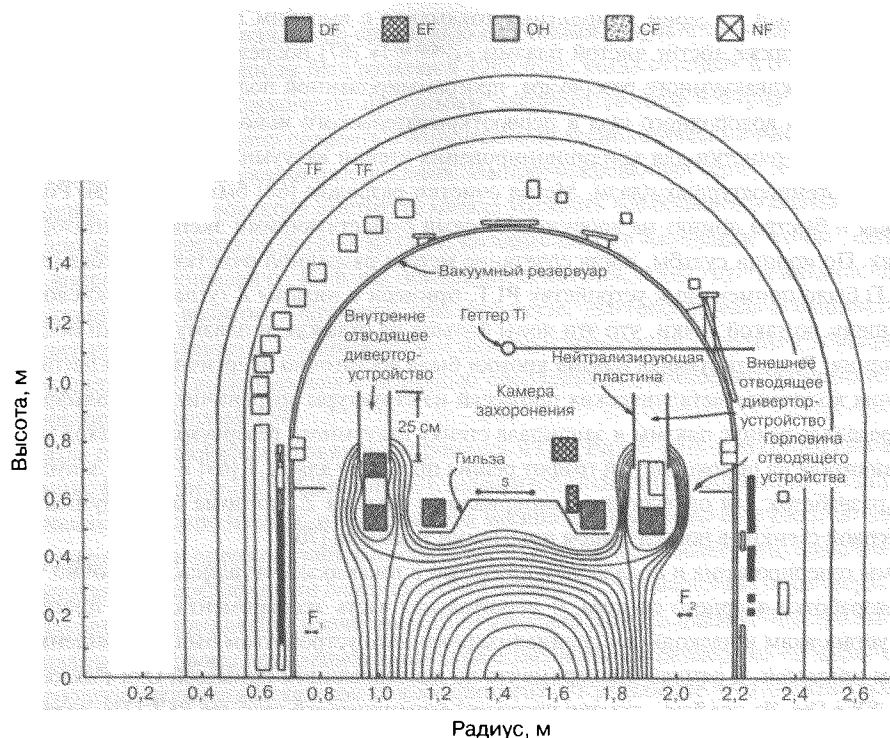


Рис. 8. Вакуумный резервуар токамака с откачкой посредством отводящего устройства (PDX, 1980), Принстонская лаборатория физики плазмы

го, как был зажжен первый разряд плазмы в PLT (или устройстве аналогичного размера, токамак Т-10 в Курчатовского института), уже существовали предварительные конструкции трех токамаков, которые были бы достаточно большими, чтобы достичь времени удержания плазмы, близкого к одной секунде, и включить достаточную способность нагрева плазмы и подачи топлива в плазму, позволяющие одновременно выполнить условия Лоусона, касающиеся температуры и плотности плазмы. Эти три больших устройства стали экспериментами-флагманами программ ядерного синтеза Соединенных Штатов, Европы и Японии: реактор испытания синтеза Токамак (TFTR) [52] в Принстоне начал работать в 1982 году; Совместный европейский тор (JET) [53], построенный рядом с Калхамскими лабораториями в Соединенном Королевстве, начал работать в 1982 году; токамак JT-60 [81] в Японии начал работать в 1984 году. Все три установки продолжают работать и сейчас, а их первоначальные программы были продлены до середины — конца 1990-х гг. Как TFTR, так и JET были предназначены для работы со смесями дейтерия и трития, и поэтому их эксплуатация осложнялась необходимостью обращения с радиоактивным газом [82, 83] и дополнительной активацией резервуара [84] нейтронами дейтерия—трития 14 МэВ. Объект JT-60 ограничивался водородными плазмами, а недавно завершенная модернизация установки (J-60U) позволила использовать топливо из дейтерия [85]. Из-за сложностей и затрат на топливо из дейтерия—трития существенные экспериментальные работы по дейтерию—тритию пришлось перенести на последний период эксплуатации как в случае TFTR, так и JET. В конце 1992 года физики JET разожгли одинарный разряд с топливом из дейтерия—трития, который произвел один мегаватт

энергии ядерного синтеза за долю секунды [86]. Выяснить физическую природу плазмы в этих устройствах с помощью одинарного разряда нелегко; однако этот недолговечный эксперимент достиг цели долгосрочной программы, заключающейся в производстве значительного количества энергии ядерного синтеза, и последующие шаги по отслеживанию запасов трития и удаление загрязнений с компонентов первой стенки резервуара были очень познавательными [87]. Как запланировано в настоящее время, JET вернется к расширенной серии экспериментов с дейтерием—тритием в 1996 году. TFTR приступил к двухлетней серии экспериментов с топливом из дейтерия—трития [88] в 1993 году, и впоследствии установка будет выведена из эксплуатации. До этих долгожданных экспериментов с дейтерием—тритием на JET и TFTR обе установки достигли впечатляющих параметров плазмы по графику Лоусона с использованием нагревания плазмы 20—30 МВт [89, 90] (как с источником нейтрального луча, так и с ионным циклотронным высокочастотным источником) и систем впрыска замороженных водородных шариков [91]. Были достигнуты параметры плазмы в пределах 80% минимальных требований Лоусона, кроме выхода на температурные рекорды плазмы, в три или четыре раза превосходящие достижения PLT [89]. Недавно эксперименты на JT-60U [92] и устройстве D III D [93] (на «Дженерал Атомикс») также достигли этих высокотемпературных режимов.

Эти впечатляющие результаты на больших токамаках потребовали непрерывной разработки материалов первой стенки, структур (конструкций) первой стенки и методов кондиционирования этих материалов, необходимых для контроля частиц плазмы кромки и примесей. Вакуумный резервуар TFTR защищен тороидальным массивом графита, состоящим из более 200 плиток [94]. Были разработаны специальные методы разрядной чистки для удаления больших количеств H_2O , поглощаемых этой структурой во время вентилирования в атмосферу [95]. Самые высокоэффективные разряды были достигнуты в TFTR после того, как первая стенка графита по принуждению стала вести себя как плазменный насос посредством кондиционирования структуры с помощью режима специальных разрядов He [96]. До инициации разрядов дейтерия—трития на TFTR были проведены обширные исследования механизмов улавливания и удаления трития для рециркуляции трития, захваченного в резервуаре [97]. После получения первоначального эксплуатационного опыта с использованием мелкозернистого графита для брони первой стенки на JET графит на участках высокого потока был заменен на Be [90], а устройства TFTR, D III D и JT-60U были модернизированы с переходом на композитные материалы с углеродным волокном [89]. После того, как первооткрывательское применение крупномасштабного процесса парового осаждения успешно нанесло покрытие всей первой стенки устройства TEXTOR в Германии в виде тонких слоев карбида бора [99], этот метод был применен на других токамаках (ASDEX, TFTR, D III D) в качестве средства модификации *in situ* свойств первой стенки.

Тщательный контроль поверхностных свойств структур первой стенки в этих больших токамаках не был бы возможным, если бы не поддерживались высоконадежная «вторая стенка» или структуры содержания вакуума. Сложные вакуумные резервуары должны удовлетворять многим ограничениям, включая стандарты сверхвысокого вакуума по герметизации, несмотря на сотни окон доступа для диагностических приборов и оборудования нагревания плазмы, а также соблюдать конструкционную целостность, выдерживающую циклические нагрузки в результате циклов термической обработки и больших сил, индуцированных вихревыми токами [100]. Потребность в незагрязняющихся системах вакуумной откачки большой мощности

для этих больших резервуаров стимулировала конструирование больших (>3500 л/с) турбонасосов [101], а связанные с ними системы нагревания нейтрального луча высокой мощности стимулировали конструирование больших не криоконденсационных насосов со скоростями, превышающими 10^6 л/с для водородных газов [102].

6.2.14. Следующий шаг в ядерном синтезе

Итак, в каком направлении дальше пойдет программа ядерного синтеза после того, как будут завершены демонстрационные эксперименты на JET и TFTR? Международные исследовательские круги ядерного синтеза и поддерживающие их государственные агентства более десятилетия спорят о том, каким будет следующий шаг. Эра, посвященная демонстрационному научной целесообразности энергии термоядерного синтеза, подходит к концу — после того, как на эти работы было потрачено значительно больше времени и больше капиталовложений, чем предусматривалось учеными, которые запускали проект «Шервуд». Некоторые утверждают, что следующий шаг должен касаться технической целесообразности токамак-реактора, если цель производства экономически доступной ядерной энергии останется актуальной в обозримом будущем. Другие заявляют, что этот следующий шаг является нецелесообразным и экономически недоступным и что в программе должны быть исследованы другие физические режимы, в результате которых может получиться более привлекательная конструкция реактора.

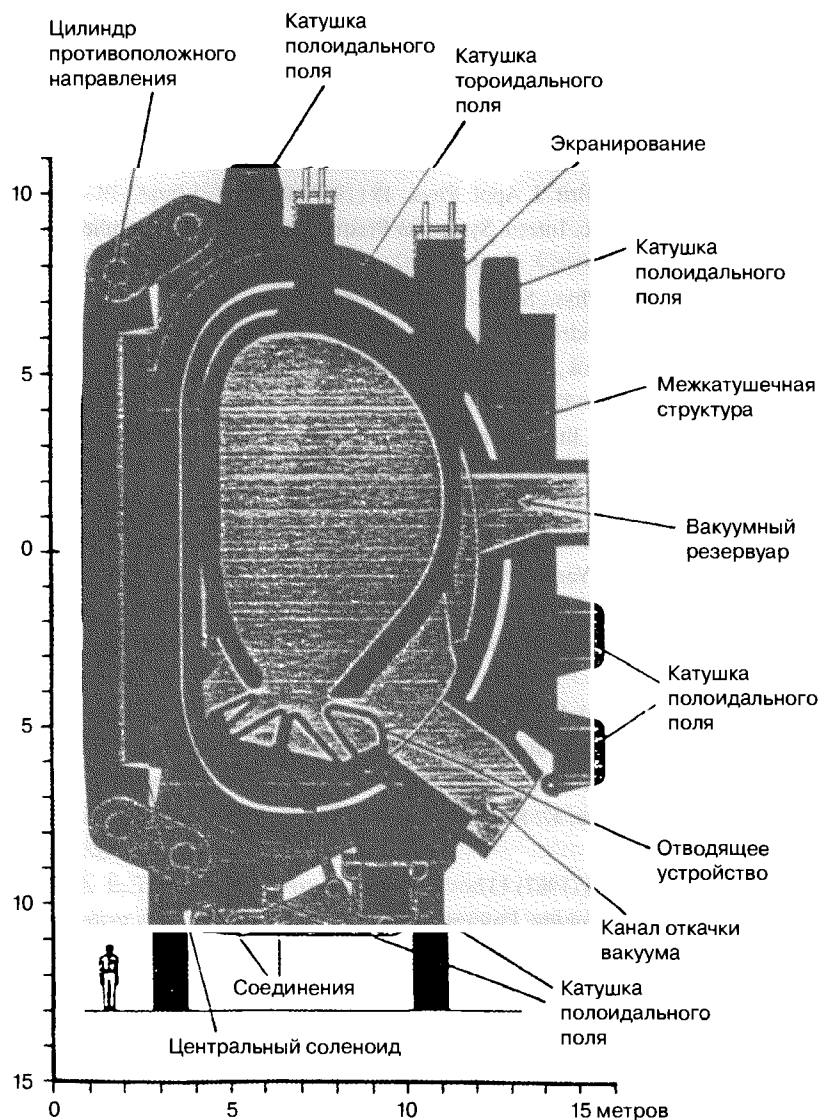
Устройство ядерного синтеза следующего этапа, подпитывающее эти споры, — это мегапроект, называемый ITER, Международный инженерный реактор токамак (рис. 9). Это устройство в настоящее время вступает в фазу конструирования после того, как трехлетние усилия по разработке его концепции были завершены командами ученых из Европы, Японии, России и Соединенных Штатов. Задачи установки включают демонстрацию горения плазмы длительностью 10^3 секунд с экстракцией энергии из системы литиевого blankets. Потребуется продемонстрировать эффективную защиту первой стенки, откачку отводящего устройства, восстановление трения и дистанционные системы технического обслуживания. Установка, вероятно, будет стоить где-то между расчетной стоимостью LHC (4 млрд долларов США) и SSC (11 млрд долларов). Ясность мышления научных кругов и разумность планирования со стороны партнерств, образованных между правительством и промышленностью, которые будут создавать устройство ядерного синтеза следующего этапа (и следующий большой ускоритель), необходимы для дальнейшего продвижения вперед этой важной области.

Благодарности

Автор признателен за квалифицированную помощь следующих коллег в подготовке данной статьи: К. Синклер из Лаборатории Джефферсона, Д. Кэрролл из Принстонской Лаборатории физики плазмы, С. Уофффорд, Национальная лаборатория Ливермора, К. Уильсон, Национальная лаборатория Сандия и А. Мэттьюсон из CERN. Эта работа подготовлена при поддержке Министерства образования США, контракт № DE-AC05—84ER40150.

Цитируемая литература

1. M. S. Livingston, High-Energy Accelerators (Interscience, New York, 1954).
2. G. K. O'Neill, Phys. Rev., 102 (1956) 1418.
3. D. W. Kerst et al., Phys. Rev., 102 (1956) 590.
4. G. K. O'Neill and E. J. Woods, Phys. Rev., 115 (1959) 659.



ITER 1993 – Вид в вертикальном разрезе

Рис. 9. Вакуумный резервуар ITER (1993), Принстонская лаборатория физики плазмы

5. G. Lewin and D. MuUaney, 1963 Vacuum Symp. Trans. (Pergamon, New York, 1964), p. 176.
6. C. Beraardini, G. F. Corazza, G. Ghigo, and B. Touschek, Nuovo Cimento, 18 (1960) 1293.
7. E. L. Garwin, 3 BeV colliding beam vacuum system, SLAC Memorandum (August 1963).
8. O. Grobner, A. G. Mathewson, H. Stori, and P. Strubin, Vacuum, 33 (1983) 397.
9. SLAC Storage Ring Group, Proc. 8th Intern. Conf. on High Energy Accelerators CERN, 1971 (European Organization for Nuclear Research, Geneva, 1971), p. 145.
10. CERN Report No. AR/Int. SG/64—9 (1974).
11. R. S. Calder, Vacuum, 24 (1974) 437.

12. A. Mathewson and M. H. Achard, Proc. 3rd Intern. Vacuum Congress, Vienna, 1977, Vol. 2, edited by R. Dobrozemsky et al. (Berger, Vienna, 1977), p. 1217; also see A. Mathewson, *Vuoto*, 11 (1951) 102.
13. E. Fischer, *J. Vac. Sci. Technol.*, 2 (1965) 142.
14. E. Fischer, *J. Vac. Sci. Technol.*, 9 (1972) 1203.
15. R. Calder and G. Lewin, *Brit. J. Appl. Phys.*, 18 (1967) 1459.
16. A. G. Mathewson, in Proc. Intern. Symp. on Plasma Wall Interactions, Julich, 1976 (Pergamon, Oxford, 1977), p. 517.
17. E. Fischer, *Jpn. J. Appl. Phys., Suppl. 2*, (1974) 199.
18. A. G. Mathewson, M. Andritschy, A. Grillot, O. Grobner, and P. Strubin, in Surface Conditioning of Vacuum Systems, AIP Conference Proc. No. 199 (American Institute of Physics, New York, 1990), pp. 110—123.
19. H-P. Reinhard et al, Proc. 11th Intern. Vacuum Congress, Cologne (1989).
20. J. LeDuff, *Nucl Instr. Meth.*, A239 (1985) 83.
21. H. J. Halama, in Vacuum Design of Synchrotron Light Sources, edited by Y. G. Amer, S. D. Bader, A.R. Kraus, and R.C. Niemann, AIP Conference Proceedings No. 236 (American Institute of Physics, New York, 1991), pp. 39—51.
22. T. Kobari, M. Matsumoto, T. Ikeguchi, and S. Neda, in Reference [34], pp. 347—354.
23. M. Andritschky, O. Grobner, A. G. Mathewson, F. Schumann, P. Strubin, and R. Souchet, *Vac-MMM*, 38(1988)933.
24. J. C. Schuchman, J. Godel, W. Jordan, and T. Oversluizen, *J. Vac. Sci. Technol*, 16 (1979) 720; also see J. C. Schuchman, *J. Vac. Sci. Technol. A* 1 (1983) 196.
25. H. Ishimaru, *J. Vac. Sci. Technol. A* 2 (1984) 1170.
26. Y. Morimoto, T. Shirakura, K. Konishi, S. Takahashi, S. Yokouchi, and S. H. Bee, in Reference [34], pp. 110—116.
27. W. Schurman, *Physica*, 36 (1967) 137.
28. F. M. Penning and K. Nienhuis, *Phillips Tech. Rev.*, 11 (1949) 116.
29. M. D. Malev and E M. Trachtenberg, *Vacuum*, 23 (1973) 403; 25 (1975) 211.
30. H. Hartwig and J. Kouptsidis, *J. Vac. Sci Technol.* 11 (1974) 1154.
31. C. Benvenuti, *Nucl Instr. Meth.*, 205 (1983) 391; C. Benvenuti and F Francia, *J. Vac. Sci Technol. A* 5 (1990) 3564.
32. R. F. Niemann, R. Benaroya, M. Choi, R. J. Dortwest, G. A. Goepfner, et al., in Reference [34], pp. 84—101.
33. S. H. Be, S. Yokouchi, T. Nishidono, Y. Morimoto, K. Watanabe, et al., in Reference [3], pp. 102—109.
34. W. C. Turner, *J. Vac. Sci Technol. A* 14 (1996) 2026.
35. A. G. Mathewson, in Proc. 1993 Particle Accelerator Conference (Institute of Electrical and Electronics Engineers, Piscataway, NJ, 1993), pp. 3828—3832.
36. C. Benvenuti, R. S. Calder, and G. Passardi, *J. Vac. Sci. Technol.*, 13 (1976) 1172.
37. M. G. Rao, private communication.
38. M. E. Fedorova, *Sov. Phys. Tech. Phys.*, 8 (1963) 434.
39. D. Hollenbach and E. E. Salpeter, *J. Chem. Phys.*, 53 (1970) 79; *Astrophys. J.*, 163 (1971) 155.
40. J. C. Schuchman, Reference [34], pp. 300—312.

41. Y. Kojima, in Proc. 1991 Particle Accelerator Conference (Institute of Electrical and Electronics Engineers, Piscataway, NJ, 1991) p. 16.
42. H. F. Dylla, L. R. Doolittle, and J. F. Benesch, in Proc. 1993 Particle Accelerator Conference (Institute of Electrical and Electronics Engineers, Piscataway, NJ 1993), pp. 748—752.
43. S. Mitsunoba et al., Proc. of the 5th Workshop on RF Superconductivity, DESY Rep. No. DESY M-92—01 (April 1992); p. 84.
44. A. Matheisen et al., in Reference [56], p. 44.
45. G. Cavallari, C. Benvenuti, R. Bernard, D. Bloess, E. Chiaveri, et al., in Reference [55], pp. 806—808.
46. D. Proch, in Reference [55], pp. 758—762.
47. H. F. Dylla, J. J. Bisognano, D. Douglas, C. W. Leemann, P. Liger, et al., in CEBAF1992 Summer Workshop, AIP Conference Proc. No. 269 (American Institute of Physics, New York, 1993), pp. 80—84.
48. J. Mammosser, in Proc. 6th Workshop on RF Superconductivity, Newport News, VA 1993 (CEBAF, Newport News, VA, 1994).
49. R. H. Siemann, in Reference [55], pp. 532—536.
50. M. Ross, in Reference [55], pp. 522—526.
51. J. D. Lawson, Proc. Phys. Soc., B70 (1957) 2.
52. R. J. Hawryluk et al. in Proc. 11th Intern. Conf. on Plasma Physics and Controlled Nuclear Fusion Research, Kyoto November 1986, Paper No. IAEA-CN-47/A-1-3 (International Atomic Energy Agency, Vienna, 1987).
53. E. Bertolini, in Proc. 11th Symposium on Fusion Engineering (Institute of Electrical and Electronics Engineers, Piscataway, NJ, 1986).
54. A. S. Bishop, Project Sherwood—The U. S. Program in Controlled Fusion (Addison-Wesley, Reading, MA, 1958).
55. B. Rose, A. E. Taylor, and E. Wood, Nature, June 14, 1958, pp. 1630—1632.
56. Lyman Spitzer et al., Problems of the Stellarator as a Useful Power Source (unpublished PPPL report, June 1954).
57. J. L. Bromberg, Fusion: Science, Politics and the Invention of a New Energy Source (MIT Press, Cambridge, MA, 1982), pp. 130—150.
58. L. A. Artsimovich et al. Experiments in Tokamak Devices, Nuclear Fusion, Special Supplement 1969 (International Atomic Energy Agency, Vienna, 1969).
59. N. J. Peacock, D. C. Robinson, N. M. J. Forest, P. D. Wilcock, and V. V. Sannikov, Nature, November 1, 1969, pp. 488—490.
60. G. G. Kelley, M. Roberts, and J. F. Clarke, Conceptual Design of the Onnack Facility, Oak Ridge National Laboratory Report ORNL-TM-2821 (unpublished, December 3, 1969).
61. B. Coppie and J. Rem, Sci. Am., 227 (1972) 65.
62. R. L. Hirsch, Doublet HCTR Experiment at Gulf General Atomic (unpublished, January 21, 1970).
63. H. P. Furth, Nucl. Fusion, 15 (1975) 487.
64. H. Eubank et al., in Proc. 7th Intern. Conf on Plasma Physics and Controlled Fusion Research, Innsbruck, 1978 (International Atomic Energy Agency, Vienna, 1979), p. 11.
65. R. A. Ellis, H. P. Eubank, R. Goldston, R. R. Smith, and T. Nagashima, Nucl. Fusion, 6 (1976) 524.

66. P. E. Stott, C. C. Daughney, and R. A. Ellis, *Nucl. Fusion*, 15 (1975) 431.
67. R. R. Parker, D. S. Pappas, and E. Apgar, *Bull. Am. Phys. Soc*, 21 (1976) 1141.
68. L. Oren and R. J. Taylor, *Nucl. Fusion*, 17 (1977) 1143.
69. E. B. Meservey, V. Arunasalam, C. Barnes, K. Bol, N. Bretz, et al., *J. Nucl. Mater.*, 93/94 (1980) 267.
70. W. B. Gauster, J. A. Koski, and R. D. Watson, *J. Nucl. Mater.*, 122/123 (1984) 80.
71. R. A. Langley, R. J. Colchin, R. C. Colchin, R. C. Isler, M. Murakami, J. E. Simpkins, et al., *J. Nucl. Mater.*, 85/86 (1979) 215.
72. R. K. Mioduszewski, J. E. Simpkins, R. H. Edmonds, R. C. Isler, E. A. Lazarus, et al., *J. Nucl. Mater.*, 128/129 (1984) 884.
73. R. K. Mioduszewski, R. E. Clausen, and L. Heatherly, *J. Nucl. Mater.*, 85/86 (1979) 963.
74. M. A. Mahdavi, C. J. Armentrout, F. R. Blau, G. Bramson, N. H. Brooks, et al., *J. Nucl. Mater.*, 111/112 (1982) 355.
75. D. M. Meade et al., in *Proc. Eight Intern. Conf. on Plasma Physics and Controlled Fusion Research* (International Atomic Energy Agency, Vienna, 1981) Vol. 1, p. 665.
76. M. Keilhacker et al., in *Reference [88]*, Vol. 2, p. 351.
77. J. L. Cecchi, R. J. Knize, H. F. Dylla, R. J. Fonck, D. K. Owens, and J. J. Sredniawski, *J. Nucl. A/Fifer.*, 111/112 (1982) 305.
78. R. J. Fonck, M. Bell, K. Bol, K. Brau, R. Budny, et al., *J. Nucl. Mater.*, 111/112 (1982) 343.
79. H. F. Dylla, S. A. Cohen, S. M. Rossnagel, G. M. McCracken, and Ph. Staib, *J. Vac. Sci. Technol.*, 17 (1980) 286; H. F. Dylla, *J. Vac. Sci. Technol.*, A6 (1988) 1276.
80. W. Poschenrieder, G. Standenmaier, and Ph. Staib, *J. Nucl. Mater.*, 93/94 (1980) 322.
81. JT-60 Team, *Plasma Phys. Contr. Fusion*, 28 (1986) 185.
82. P. H. LaMarche, H. F. Dylla, G. D. Martin, and S. Raftopoulos, in *Proc. 13th Symposium on Fusion Engineering*, Knoxville, 1989 (Institute of Electrical and Electronics Engineers, Piscataway, NJ, 1990), p. 963.
83. The JET Team, *J. Nucl. Mater.*, 196/198 (1992) 3.
84. E. E. Bloom, R. W. Conn, J. W. Davis, R. E. Gold, R. Little, et al., *J. Nucl. Mater.*, 122, 123 (1984) 17.
85. H. Horiike et al., *Fusion Eng. Des.*, 16 (1991) 285.
86. The JET Team, *Nucl. Fusion*, 32 (1992) 187.
87. R. Andrew, C. J. Caldwell-Nichols, J. R. Coad, K. J. Dietz, J. Ehrenberg, et al., *J. Nucl. Mater.*, 196/198 (1992) 143.
88. R. J. Hawryluk et al., *Princeton Plasma Physics Laboratory Report No. PPPL-2977* (Princeton Plasma Physics Laboratory, Princeton, NJ, February 1994).
89. J. D. Strachan et al., *Phys. Rev. Lett.*, 58 (1987) 1004.
90. The JET Team, *J. Nucl. Mater.*, 176/177 (1990) 3.
91. S. L. Milora, *J. Vac. Sci. Technol.*, A7 (1989) 925.
92. H. Ninomiya and the JT-60 Team, *Phys. Fluids*, B4 (1992) 2070.
93. D. N. Hill et al., in *Proc. 13th Intern. Conf. on Plasma Physics and Controlled Fusion Research*, Washington, DC 1990, Vol. 3 (International Atomic Energy Agency, Vienna, 1990), p. 487.
94. J. L. Cecchi, *J. Nucl. Mater.*, 93/94 (1980) 28.
95. H. F. Dylla and the TFTR Team, *J. Nucl. Mater.*, 145/147 (1987) 48.

96. H. F. Dylla et al., *Nucl. Fusion*, 27 (1987) 1221.
97. H. F. Dylla and K. L. Wilson, eds., *Tritium Retention in TFTR*, PPPL Report No. 2523, and Sandia National Laboratories Report No. SAND-88-8212 (April 1988).
98. A. Miyahara and T. Tanake, *J. Nucl. Mater.*, 155/157 (1988) 49.
99. J. Winter, *J. Nucl. Mater.*, 176/177 (1990) 14.
100. W.G. Redan, *J. Vac. Sci. Technol.*, 20 (1982) 1173.
101. R. Frank and E. Usselman, *Vakuum Technik*, 25 (1976) 48.
102. L. E. Valby, in *Proc. of the 7th Symposium on the Engineering Problems of Fusion Research*, Knoxville 1977 (Institute of Electrical and Electronics Engineers, Piscataway, NJ, 1977), p. 1040.

Предметный указатель

- Абразивы для очистки поверхностей. 506
Абсорбция конструкционных материалов. 382
Аварийные клапаны для защиты насоса. 350
Адгезия, причины потери адгезии. 695
Алсорбция. 46—47
 изотермы алсорбции. 50—51
 конструкционных материалов. 382
 коэффициент прилипания. 48—49
 крионасосы. 140—141
 нагрев. 47—48
Активное хранение. 525
Алконокс. 445
Алмаз как тепловой проводник и электрический изолятор. 391
Алмеко 33. 445
Алюмин. 388
Алютон. 445
Алюминиевые сплавы
 газовыделение. 416
 полировка. 496
 предельное содержание элементов. 470—472
 типы и обозначения. 446—455
 физико-механические свойства. 454—455
Алюминий
 в конструкции вакуумных камер. 387—389
 виды химической обработки. 445
 восстановление дефектов. 486
 газовыделение. 436—438
 демонтируемые уплотнения. 439—442
 защитные покрытия. 479
 как металл уплотнения. 411
 конструкция сварных соединений. 482—484
 коррозия. 477—479
 максимальные напряжения и деформации. 474
 относительная толщина. 474
 очистка. 504—505
 плоские плиты. 468
 плотность и тепловое расширение. 475
 поглощение теплового излучения. 475
 сварка. 479—486
 тепловая постоянная времени. 476—477
 тепловые градиенты. 475
 требования к толщине стенки камеры. 446. 469—474
 цилиндры. 469—474
 чистовая обработка поверхности. 442
Амклен. 445
Амхем. 445
Анализ герметизированного образца газа. 253
Анализ состава остаточного газа. 120
Анализ фрагментации при идентификации газа. 311—315
Анализатор положительного луча. 291
Анализатор химической кинетики. 323
Анализаторы остаточного газа. 254. 415
Аналитические методы оценки поверхности
 вторичная ионная масс-спектрометрия. 660—665
 использование в вакуумных системах. 670
 система ввода образца. 668—670
 спектрометрия обратного рассеяния Резерфорда. 665 - 668
 электронные спектроскопии. 649 - 660
Анизотропное травление. 564 - 565
Анодированный алюминий, очистка/уплотнение. 496—497
Ангезон. 385
Аргон. 444
 и диодный насос. 191
Атомная десорбция. 47
Ацетон. 507

Безводный (абсолютный) спирт. 519
Бесклапанные системы откачки. 76—77
Бесссточные ионные источники. 599—600
Бетон как материал для вакуумных камер. 394
Биохимический анализ, анализ массы. 248
Большой адронный коллайдер. 698. 705
Большой ускоритель следующего поколения. 708
Большой электронно-позитронный накопитель. 705
Бутилкаучук, как материал уплотнения. 404
Быстрота действия камеры. 36. 63—64
 в присутствии газовыделения. 422
 двухсторонними насосами. 94—95
 диафрагменными насосами. 81—82
 магнитными электрорастворными насосами. 197—199
 пароструйными насосами. 109 -112
 турбомолекулярными насосами. 164—165

Вакуум
 анализ химического состава поверхности. 649—670
 виды применения. 22
 высокий вакуум. 24
 импульсное лазерное осаждение. 616—627
 ионная лучевая технология. 596- 613
 масс-анализ. 234
 низкий вакуум. 23
 области давления. 21 - 23
 определение. 21
 плазменное травление. 557 - 590
 распыление. 541—556
 сверхвысокий вакуум. 24. 183—218
 средний вакуум. 23
 степень. 21
 усиленное плазмой химическое осаждение из паровой фазы. 630—646
Вакууметры
 Баяра-Алперта. 232—235
 емкостные. 688
 ионизационные. 688
 Баяра-Алперта с горячим катодом. 232—235
 с горячим катодом. 230—235
 с холодным катодом. 235—237

- калибровка, 240—244
конвекционные, 229—230
мембранные, 224—226
молекулярного торможения, 237—239
Пеннинга, 236
Пирани, 226—227
резонансные, 237
с жидкостным чувствительным элементом, 221—223
с косвенным измерением давления, 226—239
с прямым измерением давления, 221—226
сопротивления, 229
тепловые, 688
термопарные, 227—229
триодные ионизационные с горячим катодом, 230—232
- Вакуумные вводы вращения с магнитно-жидкостным уплотнением** 370—379
вводы вращения, работающие в облегченном режиме, 376
воздействие на процесс, 373—374
вращение тигля и установка для вытягивания монокристаллов кремния методом Чохральского, 376
используемые материалы, 375
соосные вводы вращения, 376
сравнение с другими вводами вращения, 376—379
уплотнения полого вала, 376
характеристики магнитных жидкостей, 373, 375
- Вакуумные затворы**, 337, 339, 347—350
- Вакуумные клапаны**
внутренние уплотнения, 345
герметизация, 342
диафрагменные клапаны, 339—341, 340
дроссельные клапаны, 342
затворы, 336—341, 349—350
клапаны – бабочка, 339—341, 350
контрольные клапаны, 341—342
приведение в действие клапанов, 344—345
проводимость, 346—347
rarefied клапаны, 337
тарельчатые клапаны и затворы, 336—341
грубые конструкции клапанов, 346, 348, 349, 350
установка, 350—351
фланцы, 346—347
- Вакуумные насосы**
бесклапанные системы, 76—77
быстрота действия (откачки), 63—64
время откачки, 64—67
диафрагменные насосы, 79—89
диффузионные насосы, 686
допустимое остаточное давление, 67—69
клапанные системы откачки, 78
крионасосы, 129—158, 686—687
нанесение вакуумных покрытий по рулонной технологии, 685—687
откачка камеры, 71
перемещение газа, 60—62
технические характеристики, 62—63
типы насосов, 72—73
турбомолекулярные насосы, 159—182
- Вакуумные покрытия по рулонной технологии**, 672—696
абразивная стойкость, 695
адгезия, 695—696
вакуумметры, 688
вакуумные насосы, 685—687
измерение пленки после осаждения, 693—694
индуктивное нагревание, 678
испарение, 677—679
материалы лодочки, 679—681
материалы тигля, 679—681
мониторинг и контроль, 693
осаждаемые материалы, 676
осаждение катодной дугой, 684
осаждение органических материалов, 685
подложки (рулоны), 688—693
разработка, 672—673
распыление, 681—684
резистивное нагревание, 678
типы установок для нанесения покрытий, 673—674
уменьшение скорости коррозии, 694—695
химическое осаждение из паровой фазы, 685
экологические проблемы, 694—696
электронно-лучевое нагревание, 679
этапы процесса, 676
- Ввод вращения для руки робота**, 376
- Вводы вращения, работающие в облегченном режиме**, 376
- Винтовые резонаторы для плазменного травления**, 584—585
- Витон E70C**, 397
- Витон**, 397—398, 504—505
- Водная суспензия нитрида бора**, 499
- Водород**, 384, 390
- Водородные плазмы для очистки**, 512
- Водяной пар**, 50, 382—384
- Воздушное зажигание, для очистки**, 511
- Вольфрам**, 390
генерация ионов, 260—261, 301
- Впускное**
дросселирование двухпортовых насосов, 99—100
- Вращение тигля, установка для вытягивания монокристаллов кремния методом Чохральского**, 376
- Время образования мономолекулярного слоя**, 32
- Время откачки**
при постоянной быстрой откачки, 64—65
при постоянном потоке газа, 55
- Времяпролетная масс-спектрометрия**, 255, 277—278, 323
эксплуатационные коэффициенты, 663—665
- Вторичная ионная масс-спектрометрия (SIMS)**, 264, 323, 660—662
динамическая, 662—663
спектроскопия тепловой десорбции, 323
статическая, 663—665
эксплуатационные характеристики, 660—662
- Вторичный обратный поток**, 121—122
- Выбивание капель, вызванное ударной волной**, 623
- Высокий вакуум**, 24, 69—70, 74—75
getterные насосы, 188, 209—218
диффузионные насосы, 185—186
конструкция системы для получения высокого вакуума, 183—185 турбомолекулярные насосы, 186—187
крионасосы, 186

- магнитные электроразрядные насосы, 187—188, 188—209
- определение, 183
- распыление, 541—555
- сублимационные насосы, 188
- Высоковакуумные молекулярные насосы, 160, 169—171, 173
 - в комбинации с турбомолекулярными насосами, 171—173
 - конструкция, 169—170
 - предельное остаточное давление, 170—171
 - форвакуумные насосы, 174
- Высокочастотные диоды для осаждения распылением, 546—547
- Высокочастотные ионные источники, 597—598
- Вязкий поток, 39
 - в трубопроводах
 - круглого сечения, 44
 - прямоугольного сечения, 44
- Газовая вторичная ионная масс-спектрометрия, 264
- Газовая хроматография — масс-спектрометрия, 323
- Газовое управление, 331
- Газовыделение
 - алюминиевых сплавов, 416
 - алюминия, 436—438
 - быстрота второй откачки, 432—433
 - быстрота откачки системы, 413—414
 - вода, 382
 - время откачки, 66—67
 - габариты камеры, 422
 - давление камеры, 417—422
 - зависимость давления от времени, 423—425
 - конструкционных материалов, 382—384
 - коррозионностойкой стали, 416
 - масс-анализ, 250
 - металлов и керамики, 429—432
 - методы снижения скорости газовой выделенности, 434
 - неметаллических материалов, 420—421
 - откачка от атмосферного давления, 422—423
 - пластмасс и эластомеров, 425—429
 - пластмасс, 418—419
 - полимерных уплотнений, 400—403
 - полимеров, 498
 - посредством диффузии поглощенного газа к открытой поверхности, 425—429
 - процесс генерации ионов, 300—301
 - свойства материалов, 414—417
 - системы без термообработки, 436
 - скорость газовой выделенности, 36
 - собственная скорость газовой выделенности, 414
 - температура и время термической обработки, 517
 - термообработка вакуумных систем, 436—438
 - уплотнения, 434
 - эластомеров, 418—419
- Газоперекачивающие насосы, 59—60
- Газы
 - в вакуумной системе, 292—293
 - для очистки, 511—512
 - неидеальные газы, 26
 - характеристики, 24—25
- Генерация ионов, 259—264
- вольфрам, 260—261, 301—302
- ионизация альфа-частицами, 264
- ионные источники с поперечным пучком, 262
- ионные источники с сеткой, 262
- ионные источники специальной конструкции, 263
- катоды с покрытием из тория, 261—262
- квадрупольные масс-анализаторы, 263
- конфигурация ионного источника, 262
- магнитные секторные анализаторы, 263
- материалы нити, 260
- осевые ионные источники, 262
- полевая ионизация, 264
- рений, 261
- горированный вольфрам, 315
- фотоионизация, 263
- химическая ионизация, 264
- электронный удар, 260
- Геометрия
 - Кнудсена, 63
 - потока газа, 63
- Геттерные насосы без распыления геттера, 188, 214—216
 - автономные насосы, 216
 - в комбинации с магнитным электроразрядным насосом, 218
 - для сверхвысокого вакуума, 188—189
- Геттерные насосы, 188—189, 209—218
 - без распыления геттера, 188, 214—218
 - геттерно-ионные насосы, 72
 - сублимационные насосы, 209—213
- Гидрид питания, 194
- Гипертесты, 694
- Глифтал, 385
- График Клапейрона-Клаузиуса, 137
- Графит, 598—599
- Давление паров, 26
 - крионасосы, 136—138
 - материалы
 - с высоким давлением паров, 394—395
 - с низким давлением паров, 381
- «Дактилоскопический» спектр положительных ионов, 297—300, 664
- Датчик скорости при масс-анализе, 252
- Двухторные насосы (насосы Рутса), 89—105
 - впускные процессные системы, 99
 - компоненты, 89—100
 - контроль скорости вращения, 99
 - КПД откачки, 93—94
 - максимальная допустимая температура, 88
 - максимально допустимая степень сжатия, 98
 - максимальное допустимое повышение температуры, 97—98
 - многоступенчатые системы, 102—103
 - обратный поток газа, 94
 - обходные клапаны, 99—100
 - охлаждение, 98
 - принципы работы, 92
 - расчет скорости откачки, 94—95
 - с жидкостным уплотнением, 101
 - с обратной подачей холодного газа, 100
 - система последовательного запуска, 98—99
 - системы вакуумной дегидратации продуктов, 103—105
 - системы откачки жидкого водорода, 103



- состав газа, 93
- степень сжатия, 93
- требования к подводимой мощности, 96—97
- уровень давления, 93
- частота вращения, 93—94
- Двухступенчатые клапаны, 347
- Декоративные вакуумные покрытия рулонных материалов, 674
- Дельта-уплотнение, 408
- Демонтируемые уплотнения, 439—442
 - материалы, 441
 - металлические пружинные кольца, 441
 - нарушение уплотнения во время термической обработки, 441—442
 - прижимные фланцы, 442
 - проволочные уплотнения, 440
 - ромбовидные уплотнения, 441
 - свободные фланцы, 442
 - фланцы С/Ф, 440
 - эффективность уплотнения, 439
- Денсификация (уплотнение), 610
- Деонизированная вода для полоскания, 514
- Десорбция с электронной стимуляцией, 63—64, 531
- Десорбция, 54—55, 530—531
 - с электронной и ионной стимуляцией, 57, 531
 - термодесорбция, 54—55, 606—607
 - ультразвуковая десорбция, 56—57, 530
 - фотодесорбция, 56
- Диагностика плазмы
 - зонд Лангмюра, 570
 - измерения импеданса, 569
 - измерения скорости движения *in situ*, 569
 - интерферометрия лазерного отражения, 569
 - лазерно-индуцированная абсорбционная спектроскопия, 569
 - лазерно-индуцированная флуоресценция, 570
 - микроволновая интерферометрия, 569—570
 - оптическая эмиссионная спектрометрия, 569
 - отбор пробы массы и энергии, 569
 - эллипсометрия, 651
- Динамический диапазон для контрольного клапана, 327—328
- Диафрагменные клапаны, 339—341, 350
- Диафрагменные насосы, 79—89
 - быстрота действия, 81—82
 - для предварительного разрежения и форвакуумирования, 86—89
 - конструкция современных диафрагменных насосов, 81—85
 - многоступенчатые насосы, 80
 - модульная конструкция автономных диафрагменных насосов, 85—86
 - одноступенчатые насосы, 79—80
 - принципы работы, 79, 80—81
 - характеристики, 85
- Динамическая вторичная ионная масс-спектрометрия, 662—663
- Динамическая калибровка вакуумметров, 244
- Динамические уплотнения, 396
- Диоды высокого давления для плазменного травления, 397—398
- Диоды постоянного тока для осаждения распылением, 544—546
- Дисковый источник плазмы для плазменного травления, 587
- Дискретные диодные умножители, 279
- Дистанционное осаждение, 640—641
- Дисульфид молибдена как уплотнительный материал, 411
- Диффузия
 - газовыделение, 425—428
 - конструкционных материалов, 384
 - коэффициент диффузии, 34—35
 - неметаллических материалов, 417—420
 - упрочнение поверхности, 500
- Документация 532—534
- Допустимое выпускное давление 114
 - для различных газов, 116—117
 - пароструйные насосы, 114—117
 - перепад давлений, 117
 - требования безопасности, 115
 - требования к форвакуумному насосу, 114—115
- Дремель, 486
- Тробоуструйная обработка, 498—499
- Емкостные вакуумметры, 688
- Жалюзи пароструйных насосов, 118
- Жидкая мишень во избежание разбрызгивания, 625—626
- Жидкое уплотнение, 411
- Загрязнение
 - в результате процесса откачки, 529—530
 - коррозионностойкой стали, 504
 - маслом, 529
 - масляное загрязнение, 527—528
 - от десорбции, 529
 - парами, 522
 - плазменное травление, 567—568
 - системы, 525—526
 - среда (условия) обработки, 521—522
 - типы загрязняющих веществ, 504, 522, 529
 - усиленное плазмой химическое паровое осаждение, 636—637
 - чистая поверхность, 503
 - чистые комнаты, 439—440
- Заземление на шасси, 331
- Законы Фика, 54—55
- Защитные покрытия, 479
- Зеркальный эффект, 577
- Идентификация газа
 - и изотопный анализ, 308—311
 - фрагментационный анализ, 311—315
- Измерение вакуума
 - вакуумметры, 221—240
 - измерение массового потока, 325—334
 - ионные источники, 259—264
 - калибровка вакуумметров, 240—244
 - квадрупольные ионные анализаторы, 264—278
 - масс-спектрометры, 239—240, 247—259
 - регистрация ионов, 278—281
- Измерение давления, 221—240
- Измерение количества загрязнителей воздуха при масс-анализе, 248
- Измерение массового потока, 325—334
 - контроллер массового потока, 326—334
 - принципы измерения, 326
 - елиншы потока массы, 325

- Измерение парциального давления, 247, 304
 детектор ионов, 307—308
 ионный источник, 304—305
 масс-фильтр, 306, 307
- Измерения импеданса плазмы, 569
- Изотермы, 48
 Ленгмюра, 41
 поверхностной адсорбции, 50—51
- Изотопическая чувствительность масс-анализа, 256
- Изотопный анализ, 308—311
- Импульсное лазерное осаждение, 616—627
 алмазоподобного углерода, 626—627
 выращивание многослойных пленок, 622
 геометрия мишени и подложки, 618—619
 металлических пленок, 626
 механизм абляции, 619—621
 модификации системы, 619
 нитридных пленок, 627
 ограничения, 622—626
 оксидных пленок, 627
 органических материалов, 627—628
 отсутствие однородности покрытия на большой площади, 622—623
 перовскитов, 627
 полупроводники, 626
 преимущества, 621—622
 разбрызгивание, 623—626
 разработка, 616—617
 реактивное осаждение, 622
 типы лазеров, 617—619
 улучшение кристалличности, 621—622
 эксплуатационные характеристики, 617—619
- Индий для уплотнения, 411
- Индуктивно соединенные источники плазмы, 582—586
- Индуктивное нагревание для испарения, 678—679
- Индуктивное смещение постоянного тока при плазменном травлении, 575
- Инструменты для вакуумных измерений, 240
 интеллектуальные трубчатые датчики, 240
 комбинированные приборы, 240
 модульные приборы, 240
- Инструменты плазменного травления
 винтовые резонаторы, 584—585
 генерация плазмы, 577
 диоды высокого давления, 572—573
 дисковые источники плазмы, 587
 индуктивно соединенные источники плазмы, 582—586
 индуцированное смещение постоянного тока, 575
 источник диффузионной плазмы, 587
 источники плазмы с электронным циклотронным резонансом, 586—588
 контроль смещения подложки, 577
 магнетронное распыление, 577—579
 магнитное усиление, 576—577, 577—579
 магнитно-усиленная реактивно-ионная установка травления (MERIE), 578
 многоинструментальная обработка, 590
 разработка, 570—571
 реактивно-ионные реакторы, 573—574
 согласующая схема, 574, 586, 588
 спиральные индуктивные соединители, 583—584
 травление при низком давлении, 573—574, 576
 триоды с магнитным усилением, 581—582
 триоды с параллельными пластинами, 579
 триоды с полым анодом, 579—581
 усовершенствованные реакторы плазменного травления, 576—591
 цилиндрические реакторы, 571—572
 элекгостатические столы, 590
- Интеллектуальные трубчатые датчики, 240
- Ионизационные вакуумметры
 с горячим катодом, 230—235
 с холодным катодом, 235—237
- Ионизационные вакуумметры, 688
- Ионизационный вакуумметр Филлипса, 236
- Ионизация альфа-частицами, 264
- Ионизированное осаждение распылением, 556
- Ионная имплантация, 155
- Ионная лучевая технология, 596—613
 ионный источник
 бессеточный, 599—600
 высокочастотный, 597—598
 Кауфмана, 597
 постоянного тока, 598
 широкого луча, 596—597
 нейтрализация ионного луча, 600—602
 осаждение
 прямое ионно-лучевое, 612—613
 с ионно-лучевым распылением, 606—609
 с помощью ионного луча, 609—612
 травление
 ионным лучом, 602—606
 усиленное ионной бомбардировкой, 564
 Ионно-лучевое травление, 602—606
 аргонное, 605
 реактивное травление, 605
 с химическим асенсиствированием, 605
 скорость травления, 602
- Ионные источники
 Кауфмана, 597
 постоянного тока, 598
 с поперечным пучком, 262
 с широким лучом, 596—597
 специальной конструкции, 263
- Ионные масс-анализаторы, 264—278
 времяпролетные анализаторы, 277—278
 магнитные секторные анализаторы, 265—277
 электрические квадрупольные масс-анализаторы, 265—275
- Испарение
 конструкционные материалы, 380—381
 масс-анализ, 321
 нагревание, 679
 основы процесса, 677—678
 рудонные технологии нанесения вакуумных покрытий, 675—679
- Источники диффузионной плазмы для плазменного травления, 587—588
- Источники плазмы с электронным циклотронным резонансом, 586—588
- Источники с сеткой для генерации ионов, 262
- Источники электрического света для масс-анализа, 254
- Кадмий, 394
- Калибровка
 вакуумметров, 240—244



- масс-спектрометров, 315—320
метод потока через отверстие, 318—320
метод измерения скорости снижения давления, 317—318
расширение статического объема, 316—317
переносные калибровочные стандарты, 320
- Капиллярное действие, 52—53
- Катоды с покрытием из оксида тория, 261—262
- Квадрупольная ионная ловушка, 275
- Квадрупольные масс-анализаторы, 263
- Квадрупольные масс-фильтры, 272
- Кварцевые смоговые окна, 379—380
- Керамика
в качестве электрического изолятора, 390—391
газовыделение, 429—432
очистка, 505
сокращение микротрещин, 498
характеристики, 382
- Керамические подшипники для турбомолекулярных насосов, 167
- Кинетика Фика, 52
- Кинетическая теория, 26—27
- Кислородные плазмы для очистки, 512
- Клапанные системы откачки, 68
- Клапаны мягкого пуска, 350
- Классическое рассеяние, 666
- Коллекторы Фарадея, 278—279
- Компрессоры крионасосов, 133—135
- Конвекционные вакуумметры, 229—230
- Конвекция, 229
- Конденсация, 53—54
в крионасосах, 138—139
значение, 53—54
- Кондиционирование, 530—532
для предотвращения разбрызгивания, 624
десорбция, 530—531
при очистке распылением, 531—532
- Консистентные смазки, 392
- Конструкционные материалы
абсорбция, 382—384
адсорбция, 382—384
газовыделение, 382—384
диффузия, 384
для тепловых изоляторов, 390—391
для тепловых проводников, 390—391
для электрических изоляторов, 390—391
для электрических проводников, 389—390
испарение, 380—381
керамика, 427
материалы для вакуумной камеры, 385—389
материалы, не подходящие для условий вакуума, 394—395
металлы, 383
органические материалы, 393
полимерные материалы, 381
проницаемость, 384
растворимость, 384
смазки, 391—393
- Контроль технологических процессов с использованием масс-анализа, 251—252
- Контрольные клапаны, 341—342
- Конфигурация
ионного источника, 262
подложки со смещением оси во избежание разбрызгивания, 625
поперечного пилефа для предотвращения разбрызгивания, 624
- Коррозионностойкая сталь
в конструкции вакуумной камеры, 386—387
газовыделение, 416
обработка, 492—495
относительная толщина, 474
очистка, 504
полировка, 493—494
скорость коррозии, 478
типы, 492—493
- Коррозионные газы в турбомолекулярных насосах, 175
- Коррозия
алюминия, 477—479
тонкие пленки, 695
уменьшение скорости, 695
- Коэффициент
диффузии, 34—35
Клаузиуса, 45—46
коррекции газа контроллера массового потока, 332—333
прилипания, 48—49
теплопроводности, 24
- Коэффициенты для перевода единиц давления, 22
- КПД откачки двухроторных насосов, 93—94
- Криоловушки, 686
- Крионасосы, 129—159
автоматизированная регенерация, 147—150
адсорбция, 140—141
в комбинации с другими насосами, 686—687
виды использования к.н., 135—136
давление пара, 136—138
для сверхвысокого вакуума, 186
для систем распыления, 154—155
измерение давления, 146—147
индикаторы температуры, 146
ионная имплантация, 155
комбинация с турбомолекулярными насосами, 177
компоненты, 129—131
компрессоры, 133—135
конденсация, 138—139
ограничения, 158
откачка вакуумных камер, 151—153
переходная характеристика, 142—143
перспективные разработки, 158—159
преимущества, 157
работа охладителя, 132—133
разработка, 132
регенерация, 144—146
режимы потока, 136
системы ионного распыления, 154—155
системы осаждения испарением, 153—154
сорбционная емкость, 143—144
специальные крионасосы для откачки водяного пара, 156
тепловые нагрузки, 141—142
характеристики крионасоса диаметром 210 мм, 136
частичная регенерация, 150—151
электрические нагреватели, 147
- Криско, 394
- Критерий Бома, 561—562
- Критерий Лоусона, 708—709
- Критическая температура, 26

- Критические жидкости, 508
Критический размер (контроль КР), 567
Кубический диоксид циркония как тепловой изолятор, 391
- Латунь 394
Ленгмюровский зонд для плазменной диагностики, 570
Летучие органические соединения, 508
Линейность масс-анализа, 256
Ловушки в пароструйных насосах, 118
Люцит, 393
- Магнетронное распыление, 547—549, 554—555
 осаждение, 549—551
 плазменное травление, 577—579
 разрежение газа, 551
 реактивное распыление, 551—553
Магнитная подвеска подшипников в турбомолекулярных насосах, 168
Магнитно усиленная реактивная ионная установка травления (MERIE), 577—578
Магнитно усиленные триоды для плазменного травления, 581—582
Магнитные жидкости, 373
Магнитные поля и турбомолекулярные насосы, 175—176
Магнитные секторные анализаторы, 275—277
Магнитные электроразрядные (геттероно-ионные) насосы, 188—209
 быстрота действия (откачки), 197—199
 в комбинации с геттерными насосами без распыления геттера, 262
 для сверхвысокого вакуума, 187—188
 запуск и работа, 204—207
 измерение давления, 199—200
 конструкция, 195—197
 создание предварительного разрежения, 200—204
 срок службы, 199
 техническое обслуживание, 207—209
 эксплуатация, 189—195
- Макор, 385
Масла в качестве смазки, 391—392
Масс-анализ изотопного отношения, 249
Масс-анализ состава газа и анализ чистоты, 249
Массовое число, 247
Масс-спектрометр для измерения парциального давления, 307—308
Масс-спектрометрический контроль при изготовлении электронного устройства, 252—253
Масс-спектрометры, 239—240, 247—259
 анализатор химической кинетики, 323
 газовая хроматография — масс-спектрометрия, 323
 дипольный тип, 274
 идентификация газа, 308—315
 измерение парциального давления, 304—305
 КПД, 256
 монопольный тип, 274
 остаточные газы в вакуумной системе, 292—296
 процесс генерации ионов, 297—304
 разработка, 291—292
 системы ввода (выпуска), 257—259
 эмиссионная спектроскопия электронного возбуждения, 253
- Масс-фильтр для измерения парциального давления, 304—305, 308
Материалы для изготовления вакуумных камер, 385—389
 алюминий, 387—389
 стекло, 385
 сталь, 386—387
- Материалы
 для тепловых проводников, 390—391
 нити накаливания для генерации ионов, 260—261
 с высоким давлением паров, 394—395
 с гигантским магнитным сопротивлением, 626—628
 с низким давлением паров, 381
 тиглей и лодочек для рулонной технологии нанесения покрытий, 679—681
- Медицинские виды применения масс-анализа, 250
- Медь
 в качестве уплотнителя, 411
 в конструкции электрических проводников, 389
 очистка, 504—505
 позировка, 497—498
- Международный термоядерный реактор типа «токамак» (ITER), 698, 716
- Мембранные вакууметры, 224—226
- Мембранный выпуск, 259
- Металлические плёнки
 импульсное лазерное осаждение, 626
 технология распыления, 555
- Металлические пружинные кольца, 441
- Металлические уплотнения, 396—397, 406—412
 типы, 406—409
 энергия упругого сжатия, 408
- Металлургические виды применения масс-анализа, 250
- Металлы
 газовыделение, 429—432
 свойства, 383
- Метгласс, 395
- Метод
 группирования пучка, 698
 измерения скорости снижения давления, 317—318
 постоянной температуры, 227
 потока через отверстие для калибровки масс-спектрометра, 318—320
- Механизм
 абляции при импульсном лазерном осаждении, 619—621
 серфинга, 561
- Механическая обработка алюминия, 444
- Микроволновая интерферометрия для плазменной диагностики, 569—570
- Микроканальные пластинчатые умножители, 280—281
- Многоинструментальная обработка при плазменном плавлении, 590
- Многоступенчатые насосные системы двухроторных насосов, 102—103
- Многоступенчатые системы
 диафрагменные насосы, 80
 двухроторные насосы, 85—86
- Модель С, устройство термоядерного синтеза, 711—712

- Модулированный выпуск, 259
Модульное расширения масштаба процесса, 642—643
Молекулярно-вязкостный поток газа, 27
Молекулярное движение, 27—28
 время образования мономолекулярного слоя, 32
 выделение теплоты, 32—34
 средняя длина свободного пути молекул газа, 31
Молекулярное сито, 201
Молекулярный поток, 37—38, 39
 уравнения, 35
Молибден, 390
Моль, 25
Молярная масса, 325

Нагревание электронным лучом при рулонной технологии нанесения вакуумных покрытий, 679
Надкритические жидкости, 508
Накопители, 698—705
 используемые материалы, 704
 разработка н., 698—703
 разработки системы откачки, 703—705
Накопители, 700—701, 702—703, 705
Накопитель SPEAR, 700—705
Напускные клапаны, 350
Неидеальные газы, 16
Нейтрализация ионного луча, 600—602
Свободные фланцы, 442
Непрерывное покрытие, преимущества, 694—695
Непрерывный ускоритель электронного луча, 707
Неупругий средний свободный путь электрона, 652
Низкий вакуум, 23
Низковакуумные насосы, 50
Низкоуглеродистая сталь
 очистка/полировка, 495
 пористость, 495
Никель, 390
 в качестве металла уплотнения, 411
Нитрид бора, 391, 499
Нитридные плёнки и импульсное лазерное осаждение, 627

Обмен зарядами при генерации ионов, 303—304
Обработка деталей, 502—503
 морфология поверхности, 502
 химический состав поверхности, 502—503
Обработка поверхностей, 491—502
 алюминиевых сплавов, 495—496
 керамики, 498
 коррозионностойкой стали, 492—495
 меди, 497—498
 низкоуглеродистой стали, 495
 полимеров, 498
 стекла, 498
 съемные поверхности, 498—502
 упрочнение поверхности, 500—502
Обработка, транспортировка и очистка поверхностей материалов, 523—524
Образование плазменной оболочки
 критерии Бома, 561—562
 плазменное травление, 560—562
Обратная миграция газов
 влияние механического насоса, 124—125
 жидкостные пленки, 125—126
 зависимость скорости от давления, 123—124
 загрязнение, 525—526
 минимизация загрязнений, 526
 отключение электропитания, 527—528
 пароструйные насосы, 121—126
 первичный и вторичный обратные потоки, 121—122
 поверхностная миграция, 123
 потеря рабочей жидкости, 125
 скорость, 122
 случайный обратный поток, 123
Обратный поток газа, 121—122
Обходные клапаны для двухроторных насосов, 99—90
Общая быстрота откачки системы, 54
Общий провод питания, 331
Общий провод сигнала, 331
Одежда для контроля загрязнения, 522
Одноэлементный магнитный электроразрядный насос, 189
Оже процесс, 651—652
Оже-переход, 651—652
Оже-спектр, 651—652
Озон
 для очистки, 511
 растрескивание уплотнительного кольца, 398
Оксид бериллия, 391
 как тепловой проводник, 391
Оксидные плёнки и импульсное лазерное осаждение, 627
Омыляющие вещества
 для очистки, 509
 типы 509
Оптимальная аналитическая характеристика, 271—272
Оптическая эмиссионная спектроскопия для плазменной диагностики, 569
Оптические виды и изделий с вакуумными покрытиями по рулонной технологии, 675
Оптические покрытия, нанесенные распылением, 555
Органические материалы, 393
 осаждение, 685
 импульсное лазерное осаждение, 627—628
Осаждение
 атмазоподобного углерода, 612—613
 импульсное лазерное, 616—627
 катодной дугой, 684—685
 матричное распыление, 549—551
 органических материалов, 685
 прямое ионно-лучевое, 612—613
 распылением, 542—554
 с ассистированием ионным лучом, 609—612
 с ионно-лучевым распылением, 606—609
 химическое из паровой фазы, 685
Осаждение распылением
 диоды постоянного тока, 544—546
 высокочастотные диоды, 546—547
Осаждение распылением, 544—556
 вакуумных покрытий по рулонным технологиям, 681—684
 высокоскоростное распыление, 681—682
 высокочастотные диоды, 546—547
 выход выбивания, 541—542
 диоды постоянного тока, 544—546

- ионизированное осаждение распылением, 556
ионный луч, 606—609
магнетронное распыление, 547—553, 554—555
масс-анализ, 321—322
материалы и сплавы, 684
пороговое распыление, 541
распыление со смещением, 553—554
реактивное распыление, 551—553, 682—684
своейственное повторное распыление, 543
уровни энергии, 541—542
усиленные выходы выбивания, 556
характеристики, 541
- Осажденные карбонат кальция, 506
Осевые источники ионов, 262
Остаточный эффект при масс-анализе, 256
Осушители, 525
Отбор пробы массы и энергии при диагностике плазмы, 569
Откачка вторичных двухпорторными насосами, 93
Откачка, 35—36
 быстрота откачки, 36
 в присутствии газовой выделенности, 66—67, 423—424, 432—433
 в присутствии теч. 65—66
 время откачки при постоянной быстроте откачки, 64—65
 время откачки при постоянном потоке газа, 65
 вторичная откачка, 432—433
 крионасосами, 151—153
 первичное разрежение от атмосферного давления, 422—423
 процесс откачки, 71—72
Отношение площади поверхности к объему, 70—71
Охладитель крионасосов, 132—133
Очистка, 490—491, 503—534, 531
 in situ, 525—530
 абразивами, 506
 алюминия, 504—505
 внешняя очистка, 503—521
 газами, 511—512
 документация, 532—534
 жидкостями, 510—511
 загрязнений, связанных с работой вакуумной системы, 525—530
 керамики, 504—505
 кондиционирование, 530—531
 коррозионностойкой стали, 504
 меди, 504—505
 механический процесс, 515
 мониторинг, 520
 моющими средствами, 509
 обработка и транспортировка, 599—600
 вымачивание, 515
 омыляющими веществами, 509
 паровая очистка, 516—517
 плазменная очистка, 507, 512—514
 пленки загрязняющих веществ, 506—512
 поверхностное натяжение, 509—510
 полимеров, 505
 полоскание, 514—515
 процесс сборки, 521
 распылением, 516
 растворителями, 507—509
 реактивная очистка, 510—514
 регуляторы pH, 510
 стекла, 504—505
 сушка, 519—520
 требования безопасности, 520—521
 удаление частиц, 505—506
 ультразвуковая очистка, 517—519
 условия обработки, 521—523
 хладными соединениями, 510
 химическое травление, 506—507
 хранение и упаковка, 524—525
Ошибка контролер массового потока, 329—330
- Паровая очистка, 516—517
Паровая сушка, 519
Пароструйные (диффузионные) насосы, 72
 анализ остаточного газа, 120
 быстрота действия по различным газам, 111—112
 быстрота действия, 109—112
 влияние перепада давления, 115—116
 выбор рабочей жидкости, 118—119
 выпускное давление, 114
 диапазон рабочих давлений, 108—109
 допустимое выпускное давление, 114—117
 допустимое выпускное давление для различных газов, 116—117
 жалюзи, 118
 зависимость быстроты действия от размеров насоса, 110
 коэффициент безопасности, 115
 КПД, 109
 ловушки, 118
 механизм откачки, 105—107
 обратный поток газа, 121—126
 особенности конструкции, 126—127
 остаточное давление, 127—132
 перепад давления, 117, 118
 производительность, 112, 115—116
 разложение и очистка жидкостей, 120—121
 стабильность давления, 128—129
 ступени откачки, 107
 требования к форвакуумному насосу, 114—115
 холодные крышки, 128
Парциальное давление, 16
Пары металл-металл, 389—390
Паскаль, 21
Пассивное хранение, 524
Пентоксид фосфора, 525
Перекись водорода для очистки, 504
Перемещение потока газа, 60—61
Переносные калибровочные стандарты, 320
Перепад давлений
 для более легких газов, 118
 пароструйные насосы, 117
Переходная характеристика крионасосов, 142—143
Перовскиты и импульсное лазерное осаждение, 627—628
Перхлорат магния, 525
Перчатки, 533
Пир МД, 389
Пиралин, 389
Пирекс, 389
Плазменная очистка, 503, 509
Плазменное травление, 557—591
 влияние температуры, 545
 высокая скорость травления, 563

- контроль загрязнения, 548
контроль профиля травления (анизотропия), 544—545
новые тенденции в разработке реакторов, 589
образование плазменной оболочки, 560—562
однородность травления, 566—567
повреждение пластин, 547
регистрация окончания процесса травления, 590
селективность, 565—566
слои полупроводниковых интегрированных схем, подлежащие травлению, 563
случаи применения, 557
травление
ионной бомбардировкой, 544
при низком давлении, 544
физические процессы, 557—560
запы, 562
- Пластины ионного распыления, 186
- Пластмасса
газовыделение, 418—419, 425—428
- Плексиглас, 393
- Пленки
загрязняющего вещества, очистка, 505—512
из жидкого азота в криоловушках, 125
- Плоские плиты из алюминия, 468
- Площадь поверхности, 49
- Поверхностная миграция, 123
- Поверхностное натяжение и очистка, 509
- Подлошение теплоты, излучаемой алюминием, 475
- Подготовка поверхности
обработка
деталей, 502
поверхности, 491—502
очистка, 490, 503—534
- Подложки (рулоны), 688—693
дефекты, 692
контроль температуры, 692
материалы, 688—690
нанесение вакуумных покрытий, 673, 688—690
обращение, 690—692
- Подповерхностное кипение и разбрызгивание, 622
- Подшипники
вакуумный ввод вращения, 374
воздействие на процесс, 374
- Полевая ионизация, 264
- Поливинил хлорид, 393
- Полиимид
в качестве электрического изолятора, 390
в качестве материала уплотнения, 404
- Полимерные уплотнения, 396—404
выбор материала уплотнительного кольца, 401—404
газовыделение, 398—401
конструкционные соображения, 404—406
критерии выбора, 407—408
ограничения в использовании, 396—397
проницаемость, 403—404
степень сжатия, 399—400
торговые марки, 397—398
- Полимеры
газовыделение, 478
очистка, 505
свойства, 381
- Полиметилметакрилат, 393
- Полпировка, 491
алюминиевых сплавов, 495—496
коррозионностойкой стали, 492—495
электрополпировка, 493—495
меди, 497—498
мелким/грубым абразивным порошком, 492
низкоуглеродистой стали, 495
химическая полпировка, 494
- Полистирол дивинилбензол, 393
- Политетрафторэтилен (PTFE), 397
- Полпуретан, 399
- Полоскание в процессе очистки, 512—514
- Полупроводники
импульсное лазерное осаждение, 626
турбомолекулярные насосы, 177—178
- Полусферический секторный анализатор, 657—659
- Поры, 52—53, 480
- Постоянный магнит с высокой точкой Кюри, 599—600
- Потенциал плазмы, 559
- Потерянный электрон, 652
- Поток газа, 37
быстрота откачки, 40
величина потока газа, 40
вязкостный поток, 39, 43—44
молекулярно-вязкостный поток, 37
молекулярный поток, 40
поток газа Q , 41
турбулентный поток, 37, 38—39
- Предварительное разрежение (форвакуумирование), 95
от атмосферного давления, 422
- Предельное остаточное давление, 67—69
высоковакуумных молекулярных насосов, 169—171
насоса и системы, 67—768
турбомолекулярных насосов, 165
- Приведение в действие клапанов, 342—344
ручное, 344
дистанционное, 344
герметизация, 342
- Прижимные фланцы, 442
- Припой свинец-олово в вакуумных материалах, 394
- Припороговое распыление, 541
- Проводимость
вакуумные клапаны, 345—346
коэффициент Клаузинга, 45—46
проводимости при параллельном соединении, 42—43
проводимости при последовательном соединении, 42—43
формула Кнудсена, 46—47
элементы проводимости, 41—42
- Проволочные уплотнения, 441
- Проектирование запрещенной энергетической зоны, 619
- Проницаемость, 36
конструкционных материалов, 382
нечеталических материалов, 417
полимерных уплотнений, 415—416
- Процесс генерации ионов, 297—304
газовыделение, 300—301
механизмы обмена зарядами, 303—304



- фрагментация, 297—300
химические процессы поверхности, 301—302
электронно-стимулируемая десорбция, 302—303
эффективность ионизации, 297
Прямое ионно-лучевое осаждение, 612—613
Прямое рассеяние, 667
Прямоугольные фланцы, 365

Радиальное уплотнение, 405
Радиоактивные газы, 176
Разбрызгивание, 623—626
 предотвращение, 624—626
 причины, 623—624
Разрежение газа при магнетронном распылении, 551
Разрезные клапаны, 337
Разрешающая способность масс-анализа, 256
Разряд Пеннинга, 190
Распределение Максвелла-Больцмана, 27
Распыление
 вольфрама, 390
 очистка, 503
 со смещением подложки, 553—554
 удаление частиц, 505
Растворимость конструкционных материалов, 381, 384
Растворители
 для очистки, 507—509
 параметр растворимости, 507
 плотность, 508
 полярные и неполярные, 507
 типы, 507—508
 требования безопасности при использовании, 375
Расчет повышения температуры газа, 97—98
Расширение объема при калибровке масс-спектрометра, 316
Реактивная очистка, 507, 510
Реактивное ионно-лучевое травление, 602
Реактивное распыление, 551—553, 682—684
Реактивно-ионные реакторы для плазменного травления, 573—575
Реакторы Райнбурга, 572—573
Регистрация ионов, 278—281
 дискретные линдные умножители, 279
 канальные электронные умножители, 279—280
 коллекторы Фарадея, 278—279
 микроканальные пластинчатые умножители, 280
Регистрация окончания плазменного травления, 590
Регуляторы pH для очистки, 510
Резистивное нагревание при нанесении вакуумных покрытий, 698
Резонансные вакуумметры, 235—237
Рексолит, 393
Рений, 390 генерация ионов, 259
Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия, 649, 650, 653, 654—657
Рентгеновские источники, 659
Ромбовидные уплотнения, 441
Ротаметры, 326

Санфорд, 387
Сапфирные смотровые окна, 380

Сварка
 алюминия, 479—486
 дефекты
 в виде трещин, 480—484
 в виде частиц, 480
 метод сварки вольфрамовыми электродами в атмосфере инертного газа, 484
 пористость, 480
Сверхпроводящие высокочастотные ускорители, 707
Сверхпроводящий сверхколлайдер, 698, 705
Сверхчистая вода
 большие объемы, приготовление, 514
 для промывки, 512—514
Свинец в качестве уплотняющего металла, 411
Свободно-молекулярное течение, 30
Свойственное повторное распыление, 543
Селективность плазменного травления, 565—566
Селен, 374
Сера в вакуумных материалах, 394
Серебро
 в качестве металла уплотнения, 491
 как электрический проводник, 395
Силикатный гель, 525
Сильфоны клапанов, 342
Система ввода пробы (впуска), 669—670
 время откачки, 669
 горизонтальная система ввода, 669
 приборы, 669
Система периодического впуска, 258
Системы вакуумной дегидратации продуктов с помощью двухсторонних насосов, 103—104
Системы ввода проб (впуска), 257—259
 диапазон давления, 258
 мембранный выпуск, 259
 модулированный выпуск, 259
 периодический выпуск, 258
 пропуск, 258—259
 уменьшение давления, 259
Системы насосов с заданной последовательностью запуска, 98—99
Скорость сканирования при масс-анализ, 257
Смазочные материалы, 391—393
 критерии выбора, 391
 масла и консистентные смазки, 391—392
 пары металл-металл, 392—393
 случаи использования в вакуумных системах, 391
 сухие смазки, 392
Смотровые окна
 стеклянные, 379
 система установки, 389
 кварцевые, 379
 сапфирные, 380
«Снег» из твердого диоксида углерода, 506
Снятие материала, 499—500
Собственная скорость газовой выделенности материала, 414
Согласующая сеть для плазменного травления, 574, 586, 588
Создание предварительного разрежения для магнитных электроразрядных насосов, 200—204
Сосный ввод вращения, 376
Сорбционный насос, 204
Соскабливание ионов, 531

- Спектроскопия Резерфорда обратного потока, 596, 666—668
приборы, 667
эксплуатационные характеристики, 666
- Спектроскопия тепловой десорбции, 323
- Спецификации процесса, 533
- Спиральные индуктивные соединители для плазменного травления, 583, 585—586
- Средства для снятия материала, 499
- Стабильность давления пароструйных насосов, 128
- Статическая вторичная ионная масс-спектрометрия (SIMS), 663—665
- Статические уплотнения, 404
- Статический метод калибровки вакуумметров, 243
- Стекло
в конструкции вакуумной камеры, 385
микротрещины, 498
нанесение покрытий магнетронным распылением, 554—555
очистка, 505
смотровые окна, 379
- Стеллараторы, 406
- Степени вакуума, 21
- Степень сжигания, 81
диафрагменных насосов, 81
двухсторонних насосов, 93, 99
- Стойкость к абразивному износу, 695
- Струйная обработка ионами, 553
- Сублимационные (испарительные геттерные) насосы, 209—213
блоки управления, 213
для сверхвысокого вакуума, 187—188
нагревание сублиматора электронной бомбардировкой, 213
сублиматоры с титановыми нитями, 212
сублиматоры с титановыми сферами, 212—213
эксплуатация, 210
- Супермагнетрон, 582, 583
- Сухая очистка щеткой, 505
- Сухие насосы, 151
- Сухие смазочные материалы, 392
- Сушка в процессе очистки, 519—520
- Схемы фракционирования, 298
- Тантал, 390
- Тарельчатые клапаны, 336, 337, 342
- Твердость по Бринеллю, 440
- Телевизор, 230
- Темное пространство, 639
- Тепловая десорбция, 54—55, 530—531
- Тепловая погонная времени алюминия, 476—477
- Тепловой контроллер массового потока, 326—330
влияние положения прибора, 328
влияние температуры, 327
воздействие гниа газа, 328
диапазон байпаса, 327
компоненты газопровода, 326
конструкция контрольного клапана, 390—391
328—329
конструкция системы управления, 329—330
методы регистрации, 327
погрешность, 329
устранение неисправностей, 334
установка, 330
электрические требования, 331
- Тепловые вакуумметры, 226—230
- Тепловые изоляторы, 390—391
- Тепловые нагрузки крионасосов, 141
- Теплота адсорбции, 41
- Термическая обработка
время откачки при термической обработке, 531
газовыделение, 436
нарушение уплотнения, во время термической обработки, 441
- Термический сифон контроллера массового потока, 332
- Термопарные вакуумметры, 226—230
- Термоядерные установки с магнитными зеркалами, 710
- Терпены, 508
- Тетлон, 421
- Технология высокого вакуума, 697—716
накопители, 698—700
проект следующего линейного коллайдера, 708
разработка систем для создания, 697—698
сверхпроводящие ускорители, 707—708
холодные камеры, 705—707
ядерный синтез с магнитным удержанием, 708—709
- Технология распыления в автомобильной промышленности, 554
- Течи
обнаружение с помощью масс-анализа, 250, 320—321
скорость натекания, 36
- Титан, 390
- Титановые сферы в сублиматорах, 212—213
- Токамаки, 709, 711—712
- Тонкопленочные магниторезистентные (MR) головки считывающего устройства, 609
- Торированный вольфрам, 261
- Торр, 11
- Травление аргоновым ионным лучом, 602
- Травление низкого давления, 565, 573—574, 576—577
- Травление посредством ионного луча с химическим ассистированием, 605
химически нестабильные материалы, 395
- Травление, зависящее от аспектного отношения, 566—567, 576
- Требования безопасности
допустимое выпускное давление, 115—116
очистка, 521—522
пароструйные насосы, 115
- Трещины
виды трещин, 298
предотвращение и заварка, 481—482
- Триоды, 192—193
для плазменного травления, 576—580
с параллельными пластинами для плазменного травления, 579
с полым анодом для плазменного травления, 579—580
- Трихлорэтилен, 507
- «Тройник» системы ввода образца, 259
- Трубчатые конструкции вакуумных клапанов, 345—346
- Турбомолекулярные насосы, 88, 159—182
балансировка и вибрации, 168

- быстрота действия. 158, 159
в комбинации с крионасосами. 177—179
в производстве полупроводников. 178—179
вентилирование. 174, 176—178
высоковакуумные молекулярные насосы. 169—171
для высокого вакуума. 186—187
допустимое остаточное давление. 159
коэффициенты полезного действия. 161—165
магнитные поля. 175
откачка
 коррозионных газов. 175—176
 радиоактивных газов. 176
охлаждение. 175
подвеска ротора. 167—168
принципы работы. 160—161
разработка. 167—168
ротор и статор. 165, 167
с разделением потока газа. 173
системы привода. 169
специальные виды применения. 180—181
степень сжатия. 163
термическая обработка. 174—175
форвакуумные насосы. 174
характеристики и виды применения. 173
эксплуатация. 181—182
элементы конструкции. 159—164
Турбулентный газовый поток. 38

Углерод. 499
Угловой сварной шов. 482
Угловой тарельчатый клапан. 342, 349
Удаление частиц обдувом. 504—505
Ультразвуковая десорбция. 57, 531
Ультразвуковая очистка. 517—519
 кавитационные пузыри. 517—518
 крепёжные приспособления. 518
 ограничения. 517—518
Универсальные фланцы ISO. 356
Упаковка изделий при нанесении вакуумных покрытий по рулонной технологии. 675
Уплотнение крышки. 345
Уплотнение Хеликофлекса. 408
Уплотнения
 внутри клапанов. 345
 демонтируемые. 439
 динамические. 396
 из Витона. 354
 крышки. 346
 металлические. 396, 406—412
 полнмерные. 396—404
 полого вала. 377
 статические уплотнения. 396
 эластомерные. 404—406
Упрочнение поверхности. 500
Уравнение Брунауэра-Эмметта-Теллера (БЭТ). 50—52
Усиленное плазмой химическое осаждение из паровой фазы. 630—645
 контроль загрязнений. 636
 осаждаемые материалы. 634
 плотность плазмы PECVD. 633
 разработка. 634—635
 расширение масштаба процесса. 641
 удаленное осаждение. 640
 эксплуатационные характеристики. 630—636
Усиленные выходы выбивания распыления. 556
Ускоритель AGS. 408
Условия (среда) обработки и подготовка поверхности. 520—522
Установки травления одинарных пластин. 576
Устройство ядерного синтеза C-Stellarator. 700
Усы ионного насоса. 207—216

Ферриты. 197
Физика поверхности
 адсорбция. 45—47, 50
 газовыделение. 58
 десорбция. 54, 57
 капиллярное действие. 52
 конденсация. 53
 площадь поверхности. 39
 фотоактивация. 56
 хемосорбция. 46, 48
Фильтр частиц во избежание разбрызгивания. 624
Фланцевые муфты. 354
газовыделение. 434
Фланцы
 ASA (ANSI) Американского национального института стандартов. 352, 361
 ConFlat. 358, 366, 406—408
 ISO-KF. 353, 355
 ISO-MF. 353, 355
 ISO-K. 354, 356
 JIS (по Японским промышленным стандартам). 360—362
 MESA. 364—365
 PNEUROP. 356
 SEMI. 364—365
 вакуумные клапаны. 346
 компоненты
 фланцев ASA (ANSI). 367
 фланцев ISO. 366
 фланцев с острыми краями. 366
 прижимные фланцы. 369
 прямоугольные. 364
 с несколькими элементами крепления. 356
 с острыми краями. 358
 с проволочным уплотнением. 363—364
 с торцевым уплотнением и уплотненным краем. 353
 с уплотнительным кольцом ISO 354
 с уплотнительным кольцом. 354—358
 система выбора. 352
 сравнение систем. 353
Флоурел. 397
Фомблин. 406
Форвакуумные насосы
 высоковакуумные молекулярные насосы. 173
 диафрагменные насосы как форвакуумные 81
 допустимое выпускное давление. 114
 турбомолекулярные насосы. 173
Форма фильера. 274
Формула Кнудсена. 45
Фосфор в вакуумных материалах. 394
Фотоактивация. 56—57
Фотодесорбция. 531
Фотоионизация. 263
Фрагментация при генерации ионов. 297—298
Фреон. 519
Функция распределения энергии электронов. 559



- ХАЙСУРФ, 504
Хелатные соединения для очистки, 510
Хемосорбция, 48, 384
Химическая ионизация, 264
Химическая обработка алюминия, 445
Химическая полировка коррозионностойкой стали, 494
Химический сдвиг при электронной спектроскопии, 649
Химическое паровое осаждение, 554
 масс-анализ, 323
 рулонные технологии нанесения вакуумных покрытий, 675
Химическое травление
 влажное и сухое, 506
 для очистки поверхностей, 506—507
 для удаления поверхностных слоев, 501
 химические травители, типы, 501
Хлорированные углеводородные неполярные растворители, 507—508
Хлорофтороуглеродные растворители, 507
Холодные вакуумные камеры, 705
Холодные крышки пароструйных (сифузионных) насосов, 128
Хранение, 524—525
 активное хранение, 525
 пассивное хранение, 524

Цикл Джиффорда-Макдона, 132
Цилиндрические реакторы, плазменное травление, 570
Цилиндрический зеркальный анализатор, 657
Цилиндры, алюминиевые, 469
Цинк, 383
Ципринокс, 445
Число Авогадро, 26, 47
Чистые комнаты, 523

«Шевронная конфигурация», 280
Шероховатость поверхности, 491
Щелочные чистящие вещества, 509

Эжекторы, 97
Эксофляция и разбрызгивание, 621
Эластомерные уплотнения, 397
Эластомеры и газовыделение, 414—415, 425
Электрические виды продукции с использованием рулонной технологии нанесения вакуумных покрытий, 675
Электрические изоляторы, 389

Электрические квадрупольные анализаторы, 265—275
Электрические проводники, 389
Электронная оже-спектроскопия, 651, 654—658
Электронная спектроскопия, 649—670
 качественный анализ, 651
 количественный анализ, 653
 механизм чувствительности поверхности, 652
Оже-электронная спектроскопия, 651, 654—658
 полусферический секторный анализатор, 659
 рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия, 650, 651, 653, 654—657
 рентгеновские источники, 660
 химический сдвиг, 653
 цилиндрический зеркальный анализатор, 657—658
 эксплуатационные характеристики, 650—651
 элементное картирование, 656
 элементный профиль глубины, 656
Электронно-лучевые сублиматоры, 213
Электронные ионизационные вакуумметры с горячим катодом, 230—232
Электронный удар для генерации ионов, 260—265
Электрополировка
 алюминевых сплавов, 495
 коррозионностойкой стали, 492—493
Электростатические столы для плазменного травления, 590
Элемент накалывания, 531
Элементное картирование электронной спектроскопии, 656
Элементный профиль глубины при электронной спектроскопии, 655
Эллипс принимающей способности анализатора, 272
Эллипсометрия при плазменной диагностике, 569
Эмиссионная спектроскопия электронного возбуждения, 253
Эпитаксия молекулярного луча, 617
Эффект
 «рамки картины», 644
 «памяти», 644—647

Ядерный синтез с магнитным удержанием плазмы, 708
 критерии Лоусона, 708
 Модель С, 711
 Токамаки, 712

Производство книг на заказ
Издательство «Техносфера»
тел.: (495) 234-01-10
e-mail: knigi@technosphera.ru

Реклама в книгах:

- модульная
- статьи

Подробная информация о книгах на сайте
<http://www.technosphera.ru>

Справочник по вакуумной технике и технологиям
Под ред. **Д.Хоффман**, Б.Сингха, Дж.Томаса III

Редактор – Е.Б. Махиянова
Компьютерная верстка – А.А.Павлов
Дизайн – М.В. Лисусина
Корректор – Н.А. Шипиль
Выпускающий редактор – С.Ю. Артемова
Ответственный за выпуск – С.А. Орлов

Формат 70 x 100/16. Печать офсетная.
Гарнитура Ньютон
Печ.л. 46. Тираж 1500 экз., Зак. № 5206.
Бумага офсет №1, плотность 65 г/м²

Издательство «Техносфера»
Москва, ул. Краснопролетарская, д.16, стр.2

Отпечатано в ОАО ордена «Знак Почета» «Смоленская
областная типография им.В.И.Смирнова»
214000, г.Смоленск, проспект им. Ю.Гагарина, 2