

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА (ИПДО)

ИССЛЕДОВАНИЕ ПАРЦИАЛЬНОГО СОСТАВА ОСТАТОЧНОГО ГАЗА

Цель работы: освоить методику получения и расшифровки спектра масс остаточного газа, получить навыки работы на вакуумной установке с измерителем парциальных давлений, усвоить основные требования к вакууму в электрофизических установках.

ВВЕДЕНИЕ

Измерения полного давления остаточных газов в вакуумных системах оказываются недостаточными для целей, поставленных перед вакуумными информационно-измерительными системами. Для подавляющего большинства систем необходимо не только знать состав газовой среды, в которой происходит исследуемый физический процесс, но и контролировать этот состав.

Состав остаточных газов определяется характеристиками средств откачки, степенью обезгаженности оболочки вакуумной камеры и введенных в нее конструкций, составом продуктов газовой выделенности или стационарной газовой нагрузки, герметичностью оболочки и другими факторами.

Анализируя состав остаточных газов, можно выделить основную причину отклонения состава газовой среды от требуемого, в том числе нарушение герметичности вакуумной системы.

Для измерения парциальных давлений в вакуумной технике используются масс-спектрометрические газоанализаторы (или масс-спектрометры). Герметичность вакуумных систем чаще контролируют с помощью специальных масс-спектрометров, включенных в комплекс аппаратуры, называемой течеискателем. Течеискатели по существу являются измерителями парциального давления пробного газа.

Основными элементами любого масс-спектрометра являются: ионизатор молекул остаточного газа, сепаратор ионов (анализатор), коллектор ионов и контрольно-измерительная система.

МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Масс-спектрометрические преобразователи

Газоанализаторами остаточных газов служат небольшие динамические или упрощенные статические масс-спектрометры, не имеющие собственной откачной системы и состоящие из масс-спектрометрического преобразователя и измерительной системы. Масс-спектрометрический преобразователь устанавливается непосредственно на испытываемой вакуумной системе.

Практически во всех масс-спектрометрических преобразователях молекулы анализируемых газов ионизируются в ионизаторе бомбардировкой ускоренным электронным пучком. Образовавшиеся положительные ионы вытягиваются из ионизатора, фокусируются в пучок и направляются в область анализа, где под действием электрических или магнитных полей (часто совмещенных) разделяются в пространстве (или во времени) по характерному для них отношению массы иона m к его заряду q . Отношение m/q называется массовым числом и выражается в атомных единицах массы (а.е.м.). Одна а.е.м. равна $1/12$ массы изотопа углерода $^{12}_6\text{C}$. Таким образом, для однозарядных ионов массовое число совпадает с молекулярной массой иона. Например, для иона H_2^+ $m/e=2$ а.е.м., для иона CO_2^+ $m/e=44$ а.е.м. и т.д.

При разделении по массовым числам масс-спектрометр настраивается так, что на коллектор приходят ионы только одного сорта (массы). Во внешней цепи коллектора при этом возникает ток, величина которого пропорциональна парциальному давлению данно-

го газа. Изменяя последовательно во времени настройку масс-спектрометра на определенные массовые числа, можно добиться, чтобы на коллектор последовательно приходили ионы разных газов, образуя во внешней цепи коллектора ряд пиков, разнесенных во времени, или масс-спектр остаточных газов, пример которого приведен на рис. 1.

Основными характеристиками масс-спектрометров являются:

- *диапазон различаемых масс*, выраженных в а.е.м.;
- *разрешающая способность*, выражаемая отношением $M/\Delta M$, где ΔM - наименьшее различаемое изменение массового числа M :

$$\rho = M/\Delta M \quad (1)$$

Разрешающая способность масс-спектрометра определяет собой верхний предел измеряемых массовых чисел; чем больше ρ , тем большие массовые числа могут быть данным прибором зарегистрированы. Величина $M/\Delta M$ для большинства масс-спектрометров определяется аналитически, но в ряде случаев может быть определена и экспериментально. На рис. 2. приведены примеры трех масс-спектров, полученных на приборах с различной разрешающей способностью. В этом случае

$$\rho = M/\Delta M = b\bar{M}/a\Delta M, \text{ где} \quad (2)$$

b - расстояние между соседними пиками;

a - ширина пика у основания (или на высоте 0,1 или 0,5);

\bar{M} - среднее массовое число для двух соседних пиков ;

ΔM - разность массовых чисел двух соседних пиков.

Масс-спектр, изображенный на рис. 2.в., получен на приборе с явно недостаточной разрешающей способностью.

В зависимости от типа масс-спектрометра для всего диапазона измеряемых массовых чисел могут быть постоянными величины ΔM , $M/\Delta M$ или $M^2/\Delta M$. Постоянство той или другой из приведенных величин определяет внешний вид получаемых масс-спектров.

Чувствительность - характеристика, аналогичная характеристике ионизационного манометра, определяется как отношение изменения ионного тока в цепи коллектора к вызывающему его изменению парциального давления газа и выражается в А/Па. В зависимости от рода газа чувствительность меняется, что важно учитывать для правильной расшивки масс-спектра.

Порог чувствительности - минимальное измеряемое парциальное давление газа, которое может быть определено при данном отношении "сигнал/шум". Обычно за начало регистрации принимают сигнал, амплитуда которого вдвое превышает уровень фонового сигнала.

Максимальное рабочее давление - давление, при котором отклонение от линейной зависимости между ионным током и соответствующим ему парциальным давлением превышает 10%. Обычно масс-спектрометры работают при давлениях (10^{-3} - 10^{-2}) Па. Падение чувствительности масс-спектрометра с ростом давления происходит вследствие рассеяния ионов в анализаторе, когда средняя длина их свободного пробега λ становится сравнима с длиной траектории ионов L . Потери ионного пучка в области анализа при этом могут быть оценены по формуле:

$$I_{\text{кл}}/I_{\text{ион}} = e^{-L/\lambda}, \text{ где} \quad (3)$$

$I_{\text{кл}}$ - ток, достигающий коллектора;

$I_{\text{ион}}$ - ток, вышедший из анализатора и вошедший в анализатор.

Чтобы получить максимальную разрешающую способность, в масс-спектрометрах выгодно иметь большую величину L , но при этом желание повысить рабочее давление для снижения требований ко всем системам масс-спектрометра приводит к падению чувствительности прибора.

Расшифровка масс-спектров остаточных газов

Цель расшифровки спектра масс состоит в определении состава исследуемой газовой смеси с последующим расчетом парциальных давлений каждого газа.

Число пиков в масс-спектрах обычно значительно превышает число компонентов исследуемой газовой смеси. Это связано с тем, что каждый "чистый" газ обладает своим индивидуальным масс-спектром, их аддитивное наложение и определяет общий масс-спектр. Наиболее характерный для данного газа пик является основным, остальные – сопутствующими.

Причины, приводящие к образованию индивидуального масс-спектра: образование ложных пиков, появление осколочных и многозарядных ионов, ионов изотопов и т.п. Вследствие этого отсутствует четкая корреляция между определенными пиками и определенными газами, между их амплитудой и парциальным давлением. Однако, зная относительное содержание основных и сопутствующих пиков, можно определить все компоненты, входящие в газовую смесь.

Таким образом, задача расшифровки масс-спектра состоит из двух частей:

- 1) определение компонентного состава смеси газов;
- 2) расчет парциальных давлений.

Определить компонентный состав можно по табл.1., в которой приведены относительные амплитуды сопутствующих пиков в индивидуальных масс-спектрах β , $\beta = U_c/U_o$, где - U_o амплитуды основных пиков, U_c - амплитуды сопутствующих пиков.

Таблица 1

Относительные амплитуды сопутствующих пиков β в индивидуальных масс-спектрах газов

m/q, а.е.м.	Ионы	Газ									
		H ₂	He	CH ₄ метан	H ₂ O	Ne	N ₂	CO	O ₂	Ar	CO ₂
1	H ⁺	*		*	0,06						
2	H ₂ ⁺ , He ⁺⁺	1	*	*	0,02						
4	He ⁺		1								
12	C ⁺			0,02				0,03			0,03
13	CH ⁺			0,06							
14	N ₂ ⁺⁺ , CH ₂ ⁺			0,14			0,06				0,03
15	CH ₃ ⁺			0,8							
16	O ⁺ , CH ₄ ⁺			1	0,03			0,04	0,07		0,08
17	OH ⁺ , NH ₃ ⁺			0,07	0,3						
18	HOH ⁺			0,03	1						
20	Ar ⁺⁺ , Ne ⁺					1				0,1	0,13
22	Осколочный					0,1					
28	N ₂ ⁺ , CO ⁺ , C ₂ H ₄ ⁺						1	1			
29	Осколочный						0,01	0,02			
32	O ⁺							0,01	1		
40	Ar ⁺									1	
44	CO ₂ ⁺										1

Примечание: * - редко появляющиеся пики; 1 - основной пик газа

Таблица 2

Коэффициенты относительной чувствительности масс-спектрометров (C_i) и манометра полного давления (ϕ_i)

Тип прибора:	Газ									
	H ₂	He	CH ₄	H ₂ O	Ne	N ₂	CO	O ₂	Ar	CO ₂
Статический с магнитным Отклонением	0,46	0,17	0,84	1,05	0,25	1	1,08	0,83	1,3	1,1
Динамический Резонансный	0,45	0,21	0,67	0,65	0,3	1	1,1	0,7	1,2	1,37
Манометр давления	0,43	0,15	0,67	0,65	0,26	1	1,1	0,86	1,4	1,3

Обычно для высоковакуумных систем приблизительный вид спектра и его компоненты известны. Например, в системах, откачиваемых сорбционными насосами, обычно присутствуют H₂, He, Ne, N₂, CO, Ar, для непрогретых систем характерно наличие паров воды.

В этом случае по полученному масс-спектру можно определить качественный состав смеси остаточных газов, сравнивая присутствующие в спектре пики с табл. 1. Отсутствие каких-либо пиков в спектре указывает на отсутствие в системе определенных газов (или на недостаточную чувствительность масс-спектрометра).

Определение парциальных давлений при расшифровке масс-спектров состоит в решении системы линейных уравнений вида:

$$U_x = \sum_{i=1}^n U_{CXi} = \sum_{i=1}^n K_{Xi} * p_i, \quad \text{где} \quad (4)$$

U_x - амплитуда пика в масс-спектре газовой смеси, соответствующего массовому числу $m/e = x$;

U_{CXi} - амплитуда сопутствующего пика i - го газа с массовым числом x ;

K_{Xi} - коэффициент чувствительности масс-спектрометра по i - му газу для массового числа x ,

$K_{Xi} = \beta_i * K_i = K_i * U_{CXi} / U_{Oi}$, где K_i - коэффициент чувствительности масс-спектрометра по основному пику i - го газа; p_i - парциальное давление i - го газа;

n - число компонентов в смеси газов.

В расчетах удобно пользоваться коэффициентом относительной чувствительности масс-спектрометра по разным газам C_i , значения которых для двух типов масс-спектрометров приведены в табл. 2

$$C_i = K_i / K_0, \quad (5)$$

где K_0 - коэффициент чувствительности по основному пику опорного газа (обычно азота или аргона).

Подставляя в уравнение (4) выражение для K_{Xi} , получим:

$$U_x = K_0 \sum_{i=1}^n C_i * p_i * U_{CXi} / U_{Oi} = K_0 \sum_{i=1}^n C_i * p_i * \beta_i \quad (6)$$

Система уравнений (6) не имеет решений для случая $i > x$, т.е. когда число газов в смеси превышает число пиков в спектре; имеет единственное решение при $i = x$ и имеет

несколько решений при $i < x$. Последний случай наиболее часто встречается на практике, что приводит к некоторой неопределенности в получаемых результатах.

Задача усложняется, если в системе присутствуют пары углеводородов, или других органических соединений. Даже простейшие из них имеют большое количество пиков в индивидуальном масс-спектре, например метан - 9 пиков, этан - 10 пиков, диффузионное масло - 19 пиков и т.д. В общем случае расшифровка такого масс-спектра невозможна.

Для решения системы уравнений (6) необходимо знать значение коэффициента чувствительности масс-спектрометра по опорному газу K_0 или коэффициенты чувствительности по всем газам смеси K_i . Для этого перед измерениями проводится градуировка масс-спектра по эталонным смесям газов. Этот метод определения парциальных давлений наиболее точен. Он позволяет выполнять прямые измерения, не используя манометры для измерения полных давлений, которые в свою очередь вносят неопределенность в измерения. Однако определение коэффициентов чувствительности по опорным газам существенно увеличивает общее время измерений. Поэтому обычно проводят несколько упрощенную процедуру, заключающуюся в одновременном измерении полного давления и снятии масс-спектра.

В этом случае измеренное неабсолютным манометром (ММ- 32, ВМВ-8) полное давление p_0 на основании закона Дальтона определяется следующим выражением:

$$p_0 = \sum_{i=1}^n \varphi_i * p_i, \quad (7)$$

где p_i - парциальное давление i -го газа; n - число газов в смеси; φ_i - коэффициент относительной чувствительности манометра по i -му газу.

Парциальное давление i -го газа находится из уравнения:

$$p_i = p_0 * U_i / \left\{ C_i \sum_{i=1}^n U_i \varphi_i / C_i \right\}, \quad (8)$$

где U_i - амплитуда основных пиков i -х газов.

Для "чистых" вакуумных систем существуют эмпирические уравнения, позволяющие рассчитать величины U_i . Для омегатронного масс-спектрометра они приведены в табл. 3.

Таблица 3

Газ	Хим. Форм.	Уравнение
Водород	H ₂	$U_{H_2} = 1,07U_2 - 1,34*10^{-2}U_{16} - 1,1*10^{-2}U_{18}$
Гелий	He	$U_{Ne} = U_4$
Метан	CH ₄	$U_{CH_4} = 2,55U_{16}$
Вода	H ₂ O	$U_{H_2O} = 1,28U_{18}$
Неон	Ne	$U_{Ne} = 1,1U_{20} - 0,16U_{40}$
Азот	N ₂	$U_{N_2} = 14,9U_{14} - 2,61U_{16} - 0,1U_{28} + 1,2*10^{-2}U_{44}$
Окись углерода	CO	$U_{CO} = 1,17U_{28} - 1,46U_{14} + 2,55U_{16} - 0,14U_{44}$
Кислород	O ₂	$U_{O_2} = 1,1U_{32} - 1,1*10^{-3}U_{18}$
Аргон	Ar	$U_{Ar} = 1,15U_{40}$
Двуокись углерода	CO ₂	$U_{CO_2} = 1,28U_{44}$

ИЗМЕРИТЕЛЬ ПАРЦИАЛЬНЫХ ДАВЛЕНИЙ ОМЕГАТРОННЫЙ ИПДО-2А

Назначение

Омегатронный измеритель парциальных давлений предназначен для определения состава и парциальных давлений компонентов остаточных газов в высоковакуумных системах и электровакуумных приборах. Прибор ИПДО-2А рассчитан на работу с датчиком - омегатроном РМО-4С.

Основные области применения прибора:

- качественный и количественный анализ остаточных газов в высоковакуумных системах;
- исследования кинетики процессов газовой выделенности из различных веществ при их нагреве в вакууме;
- обнаружение течей в вакуумных системах;
- исследования селективности откачки при получении сверхвысокого вакуума и т.п.

Технические характеристики

Наибольшее рабочее давление в исследуемой системе - $1.33 \cdot 10^{-3}$ Па.

Наименьшее регистрируемое парциальное давление $(3-7) \cdot 10^{-9}$ Па. (для аргона).

Диапазон регистрируемых масс от $M=1$ до $M=250$ а.е.м.

Разрешающая способность прибора $M/\Delta M$: на уровне 1% амплитуды пика (над уровнем фона) - примерно 1900 M , т.е. разрешаются массы от $M=1$ до $M=43$; на уровне 50% амплитуды пика. - примерно 4000/ M , т.е. разрешаются массы от $M=1$ до $M=63$.

Индукция в воздушном зазоре постоянного магнита - 0,39 Тл.

Развертка спектра масс может производиться вручную или автоматически. Время развертки всего спектра масс - (1000 ± 300) с, (20 ± 6) с или (4 ± 1.2) с (имеется возможность развертки за указанные интервалы времени 20% спектра масс в любом участке диапазона масс).

Индикация спектра масс производится : по стрелочному прибору, на экране электронно-лучевой трубки, а также путем записи на электронном самопишущем потенциометре.

Прибор допускает непрерывную работу в течение 8 часов, включая время прогрева.

Принцип работы и устройство

Омегатронный измеритель парциальных давлений ИПДО-2А является масс-спектрометром ионно-резонансного типа.

Принцип действия аналогичен принципу действия циклотрона. К объему анализатора, давление в котором не превышает $1,33 \cdot 10^{-3}$ Па, приложены взаимно-перпендикулярные постоянные магнитное поле B и переменное электрическое поле E с частотой f . Тонкий электронный луч, параллельный направлению магнитного поля, ионизирует молекулы газа, находящиеся в объеме. Под действием полей B и E ионы совершают вокруг электронного луча вращательное движение в плоскости, перпендикулярной B (см.рис.3.). Из них только ионы с зарядом q и массой m , циклотронная частота которых $f_{ц} = qB/2\pi m$ равна частоте приложенного электрического поля, двигаются по раскручивающейся спирали, в результате чего достигают коллектора ионов, расположенного на определенном расстоянии от электронного луча. Эти ионы называются резонансными. Ионы, массовые числа которых отличаются от резонансных, двигаются по круговым траекториям, радиус которых периодически меняется, оставаясь меньше, чем расстояние до коллектора.

Таким образом, величина ионного тока, попадающего на коллектор, является мерой парциального давления частиц газа с определенным массовым числом, находящихся в объеме датчика.

При изменении частоты приложенного электрического поля на коллектор ионов попадают частицы с различными отношениями m/q .

Для однозарядных ионов ($q=e$) $f_{ц} = 15,2 \text{ В/М, МГц}$, где V - величина магнитной индукции в Тл, M - а.е.м.

Если магнитное поле постоянно, то произведение $f_{ц} * M$ - величина постоянная, т.е. каждой собранной группе частиц с одной и той же массой соответствует "пик" ионного тока, амплитуда которого пропорциональна числу собранных ионов.

Ширина основания пика по частоте равна: $\Delta f_{ц} = E/\pi r_0 V$, Гц, где: r_0 - расстояние от коллектора ионов до центра датчика, м; E - амплитудное значение электрического поля высокой частоты, В/м; V - магнитная индукция, Тл.

Разрешающая способность датчика определяется отношением массы регистрируемого иона к наименьшему отклонению массы, различаемому прибором:

$$\rho = M/\Delta M = f_{ц}/\Delta f_{ц} = qV^2 r_0 / 2EM \quad (9)$$

Разрешающая способность датчика уменьшается с увеличением массы иона.

Для датчика в приборе ИПДО-2А $r_0 = 8,5 \cdot 10^{-3} \text{ м}$, $V = 0,39 \text{ Тл}$, $E = U/0,02 \text{ В/м}$ (где U - амплитуда высокочастотного напряжения генератора)

$$f_{ц} = 6,08/M, \text{ МГц}; \quad \Delta f_{ц} = 4,7U, \text{ кГц}; \quad \rho = 1300/MU \quad (10)$$

Прибор содержит следующие функциональные блоки (рис. 4):

- датчик, подсоединенный к исследуемой вакуумной системе;
- постоянный магнит, создающий магнитное поле $V=0,39 \text{ Тл}$ в датчике и установленный на магнитно-юстировочном устройстве;
- электрометрический усилитель постоянного тока, служащий для усиления и измерения ионных токов датчика;
- генератор высокой частоты (25 кГц - 6,2 МГц), служащий для создания переменного электрического поля в датчике и имеющий устройство для автоматической развертки по частоте;
- блок питания датчика и стабилизации тока луча электронов;
- блок осциллографического индикатора, который позволяет наблюдать спектр масс на экране электроннолучевой трубки (ЭЛТ) (с длительным послесвечением);
- электронный автоматический самопишущий потенциометр, служащий для регистрации спектра масс анализируемых газов.

Конструкция

Измеритель парциальных давлений ИПДО-2А состоит из следующих конструктивных частей: измерительный блок, выносной блок усилителя со штативом, электронный самопишущий потенциометр, магнит и юстировочное устройство, датчик (омегатронная лампа РМО-4С). В состав измерительного блока входят: усилитель электрометрический УЭ-2; генератор (Г-2); блок питания (БП-2); индикатор (И-2).

Экран ЭЛТ снабжен отсчетной шкалой, подсвечиваемой четырьмя лампочками. Яркость освещения шкалы может регулироваться в широких пределах, что необходимо для фотографирования спектров масс с экрана ЭЛТ.

Электрически все блоки соединяются между собой при помощи разъемов. На передней панели прибора расположены все органы управления.

Конструкция устройства обеспечивает возможность передвижения магнитной системы по специальным направлениям для точного ориентирования магнита относительно датчика при юстировке прибора, что необходимо для точного совпадения направлений электронного луча и магнитного поля.

Устройство и работа отдельных блоков.

Электрометрический усилитель УС-2

Диапазон измеряемых токов от $1 \cdot 10^{-13}$ до $3 \cdot 10^{-10}$ А разделен на 8 поддиапазонов.

"Уход нуля" усилителя не более 3% за 20 мин. на поддиапазоне $1 \cdot 10^{-13}$ А после предварительного прогрева в течение 2 часов.

Постоянная времени усилителя (на уровне 0,7 амплитуде) не превышает 50 мс при $R_{вх}=10^{12}$ Ом и 5 мс при $R_{вх}=10^{11}$ Ом.

В основу работы усилителя положен принцип измерения слабых токов по величине падения напряжений на известном сопротивлении.

При записи сигналов на электронном потенциометре параллельно входному сопротивлению усилителя подключается конденсатор малой емкости для увеличения постоянной времени.

Усилитель имеет 100-процентную параллельную отрицательную обратную связь (ОС) по напряжению. Общий коэффициент усиления в петле ОС примерно 2000.

Переключатель поддиапазонов измерения коммутирует входные сопротивления усилителя, добавочные сопротивления вольтметра и цепи коррекции постоянной времени.

Генератор Г-2

Генератор имеет непрерывный диапазон частот от 25 до 515 кГц а также частоты, генерируемые в секторах "1,5 МГц", "2 МГц", "3 МГц", и "6 МГц".

Генератор построен таким образом, что частоты 1,45; 1,93; 2,9 и 5,8 МГц находятся примерно в середине соответствующих секторов.

Весь диапазон частот генератора покрывается одной шкалой. Основная погрешность генератора по частоте не более ± 400 Гц .

Выходное напряжение генератора регулируется не менее чем от 0,2 до 2 В на частоте (25 ÷ 515)кГц и от 0,4 до 4 В в секторах 1,5; 2; и 6 МГц. Неравномерность частотной характеристики не превышает ± 1 дБ.

Напряжение на выходе генератора контролируется вольтметром. Погрешность вольтметра - не более $\pm 10\%$ от верхнего предела измерения во всем диапазоне частот.

Для получения синусоидального сигнала в диапазоне частот 25 кГц - 6 МГц в генераторе использован принцип преобразования частот двух гетеродинов в смесителе. Один гетеродин работает на фиксированной частоте 26,2 МГц, другой с перестраиваемой частотой от 19,7 до 26,2 МГц.

Автоматическая развертка по частоте может быть остановлена в любой точке, а точка может быть возвращена в исходное положение. Для детального изучения участков масс-спектра предусмотрена возможность развертки 20% шкалы в любом участке диапазона.

Индикатор И-2

В осциллографический индикатор входят электроннолучевая трубка (ЭЛТ), усилители вертикального и горизонтального отклонения, высоковольтный блок питания и источники питания усилителей.

ЭЛТ обладает длительным оранжевым послесвечением, позволяющим наблюдать спектр масс при длительностях развертки 4 и 20 с.

Диаметр сфокусированного луча ЭЛТ при средней яркости - не более 10^{-3} м.

Блок питания БП-2

От блока питания к датчику поступают следующие стабилизированные напряжения постоянного тока (относительно заземленного корпуса прибора):

-(100 ± 15) В - к катоду; +(10 ± 0,5) В - к диафрагме; -(100 ± 15) В - к коллектору электронов; накал датчика осуществляется постоянным током, напряжением 1,3 В	формирование луча электронов, ионизирующего молекулы остаточных газов в объеме датчика
от 0 до 1,5 В - с плавной регулировкой: к улавливающим пластинам (анализатор ио- нов).	сбор нерезонансных ионов

Ток электронов ("ток луча") плавно регулируется в пределах не менее (1 ÷ 25) мкА. Нестабильность тока луча при изменении напряжения сети не более 2,5%

ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ С ИПДО-2А

Расположение органов управления

На передней панели расположены следующие функциональные органы управления.

Блок питания БП-2:

- тумблер "СЕТЬ" - для включения всего прибора;
- тумблер "КАТОД" - для включения и выключения катода датчика;
- ручка "ТОК ЛУЧА" - для плавной регулировки тока ионизирующего пучка электронов;
- ручка "НАПРЯЖЕНИЕ УЛАВЛИВАЮЩИХ ПЛАСТИН" - для плавной регулировки напряжения на улавливающих пластинах датчика;
- кнопка "ТОК УЛАВЛИВАЮЩИХ ПЛАСТИН/НАЖАТЬ" - для измерения тока улавливающих пластин.

Блок генератора Г-2:

- ручка "УСТАНОВКА НУЛЕВЫХ БИЕНИЙ" - для установки нулевых биений при вычитании частот двух генераторов в смесителе; при установке шкала частот должна быть установлена на нулевую отметку, что гарантирует совпадение частот гетеродинов.
- кнопка "РУЧН" - для включения режима ручкой перестройки частоты;
- кнопки "100%" и "20%" - для переключения полосы обзора при автоматической развертке частоты генератора; при нажатии кнопки "100%" производится развертка всего диапазона частот, при нажатии кнопки "20%" - развертка 20% диапазона частот, начиная от любой установленной по шкале частоты;
- кнопка "СБРОС" - для возвращения развертки в начальное состояние;
- кнопка "СТОП" - для остановки в любой момент автоматической развертки.

Блок электрометрического усилителя УЭ-2:

- тумблер "ПОСТОЯННАЯ ВРЕМЕНИ МЕНЬШЕ-БОЛЬШЕ" - для коррекции постоянной времени усилителя, положение "БОЛЬШЕ" используется только при регистрации спектра на ленте электронного потенциометра при положениях ручки "ПРЕДЕЛЫ ИЗМЕРЕНИЯ, АМПЕРЫ" $-1 \cdot 10^{-13}$ и $3 \cdot 10^{-13}$.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

Принципиальная схема установки показана на рис. 5.

Вакуумная камера представляет собой отрезок трубы диаметром 70 мм, к которому приварены патрубки для подключения омегатрона, манометров, системы откачки. Вентиль VA1 отсекает объем С от ЦФС, вентиль VA2 отсекает объем С от магниторазрядного охлаждаемого насоса NM типа НОРД-100. Кран VII отсекает собственно омегатрон от испытываемого объема С.

Рабочее задание

1. Откачка вакуумной системы, построение временной диаграммы откачки

1.1. Провести предварительную откачку объема. Включить водяное охлаждение, включить вакуумметр ВТБ - 1 на пульте стенда (РТ), открыть вентиль VA1 (см. схему на пульте стенда и рис.5) и откачать объем до давления (5-10)Па, соответствующего 10 делениям верхней шкалы ВТБ-1. Время откачки около 20 мин.

1.2. Провести высоковакуумную откачку объема. Открыть вентиль VA2 (рис.6.5, нажав левую кнопку под изображением вентиля VA2 на пульте), соединив объем с высоковакуумным насосом НОРД и включить блок питания НОРДа (нажать левую кнопку под изображением блока питания на пульте). По достижении давления 1Па отделить форвакуумный насос от объема, закрыв вентиль VA1 (нажать правую кнопку под изображением вентиля VA1 на пульте). Включить вакуумметр ВМБ-8 на пульте стенда (РМ) и откачать объем до давления (0.1 - 0.01)мПа, соответствующего 25-45 делениям шкалы ВМБ - 8. Время откачки около 15 – 20 мин.

1.3. Убедившись, что объем откачан, после разрешения преподавателя или лаборанта, двумя руками открыть кран омегатрона VII, стараясь не качнуть лампу. Продолжить откачку до давления (0,1 - 0.01) мПа. Время откачки около 5 мин. Подобная процедура позволяет избежать излишних загрязнений внутренней поверхности омегатрона.

2. Подготовка измерительной установки

Подготовить к работе измерительный потенциометр КСП-4. Для чего открыть защитную крышку и выдвинуть потенциометр из кожуха (получить указания и консультацию у лаборанта). Проверить наличие чернил в пишущем узле до касания с лентой, отжав пружинную планку справа от пишущего узла. Вдвинув потенциометр в кожух, включить тумблер "ВКЛ-прибор", закрыть крышку.

Поставить органы управления прибора в исходное положение:

- БП-2: Тумблер "КАТОД" поставить в нижнее положение, ручку "ТОК ЛУЧА" - в крайнее левое положение, тумблер "10мА-30мА" в положение "10мА".

- Г-2: Установить ручной режим развертки частоты, нажав кнопку "РУЧН.". Поставить развертку частоты в начальное состояние, нажав кнопку "СБРОС", ручку "НАПРЯЖЕНИЕ ВЧ" поставить в среднее положение.

Переключатель "ПРЕДЕЛЫ ИЗМЕРЕНИЙ" поставить на самую "грубую" шкалу ($3 \cdot 10^{-10}$).

Положение остальных органов управления может быть любое.

3. Включение и регулировка измерительной установки

Включить тумблер "СЕТЬ" на блоке питания БП-2, включить индикатор И-2 (ЭЛТ) тумблером "ВКЛ.", включить электрометрический усилитель УЭ-2, установив переключатель в положение "СЕТЬ ВКЛ", а через 5 минут в положение "ИЗМЕРЕНИЕ".

Дать прибору прогреться 20-30 минут.

Произвести предварительную регулировку генератора Г-2. Установить диапазон изменения амплитуды ВЧ напряжения, поставив тумблер вольтметра в положение "2,5В". Установить шкалу ручкой "ЧАСТОТА" на нулевую отметку. Плавным вращением ручки

"УСТАНОВКА НУЛЕВЫХ БИЕНИЙ" добиться нулевых биений, при этом показания вольтметра резко падают до нуля.

Настроить индикатор И-2. Вращая ручки "ЯРКОСТЬ", "СМЕЩЕНИЕ Х", "СМЕЩЕНИЕ Y", получить луч на экране индикатора на нулевой отметке масштабной сетки индикатора. Работать только с тубусом при минимальной яркости луча, чтобы избежать выхода из строя ЭЛТ. При появлении на экране сигнала (пики) яркость луча автоматически увеличивается.

Настроить электрометрический усилителя ионного тока УЭ-2. Ручкой "УСТАНОВКА НУЛЯ" установить нулевой уровень на выходе электрометрического усилителя на пределе " 1×10^{-13} " и вновь установить более грубую шкалу.

Установить напряжение улавливающих пластин 0,25 В.

Прибор готов к работе и можно приступать к проведению измерений.

4. Проведение измерений

4.1. Включить тумблер "КАТОД". (**Внимание: включение катода при закрытом кране омегатрона или без откачки приводит к перегоранию катода!**)

В приборе ИПДО-2А ток луча регулируется от 1 до 25 мкА. В диапазоне давлений (1 - 0,07)мПа (1×10^{-5} - 5×10^{-7}) мм рт.ст. рекомендуется установить ток луча около 2 мкА.

От величины тока луча зависит чувствительность прибора. При необходимости увеличения чувствительности следует увеличить ток луча.

4.2. По указанию преподавателя проверить юстировку датчика в магнитном поле. Для этого на ВП-2 тумблер "ТОК ДИАФРАГМЫ" - "НАПРЯЖЕНИЕ УЛАВЛИВАЮЩИХ ПЛАСТИН" перевести в положение "ТОК ДИАФРАГМЫ" для измерения тока электронов на диафрагму.

Вращая ручку "ТОК ЛУЧА", проверить выполнение следующих условий:

ток луча - 2 мкА

ток диафрагмы - 10-80 мкА (минимум настройки);

ток улавливающих пластин равен нулю (проверяется при нажатой кнопке "ТОК УЛАВЛИВАЮЩИХ ПЛАСТИН").

Указанное распределение токов должно соответствовать минимальному току ионного пучка, существующему в датчике при выключенном высокочастотном напряжении.

4.3. В начале работы целесообразно просмотреть полный спектр масс анализируемых газов на экране индикатора – это дает представление о качественной картине состава газа (спектр должен соответствовать спектру на рис.1.)

Для настройки на пики ионных токов вручную:

- установить на УЭ-2 переключатель "ПОСТОЯННАЯ ВРЕМЕНИ" в положение "МЕНЬШЕ";

- установить на Г-2 время развертки 20 с;

- ввести высокочастотное напряжение 1 В на частоте 100 кГц.

Переключатель УЭ-2 "ПРЕДЕЛЫ ИЗМЕРЕНИЙ" поставить в такое положение, при котором фоновый ток составляет (1 – 10)% шкалы.

Например, в диапазоне давлений (0.1 - 0,01)мПа, при токе луча (1 - 2) мкА целесообразно установить предел " 1×10^{-11} " - " 3×10^{-12} ". Затем, вращая ручку генератора Г-2 "ЧАСТОТА" следует найти искомую составляющую спектра масс по максимуму показаний стрелочного прибора.

4.4. Произвести измерения вручную по экрану индикатора.

Для этого следует вначале провести калибровку чувствительности индикатора И-2 при помощи ручки "УСИЛЕНИЕ У"; пройдя непрерывный спектр частот от 25 кГц до 515 кГц, вращением ручки Г-2 "ЧАСТОТА" настроиться на максимальный пик в спектре и отрегулировать усиление И-2 так, чтобы отклонение луча по вертикали точно соответствовало по масштабной сетке показаниям стрелочного прибора электрометрического усилителя УЭ-2.

При ручном измерении спектра масс анализируемых газов проходит весь спектр частот и фиксируются значения амплитуд ионных пиков с соответствующими им значениями частот.

4.5. При расшифровке спектра необходимо знание резонансных (циклотронных) частот пиков ионных токов отдельных массовых чисел. Для этого требуется либо точное знание индукции магнитного поля и расчет частот по формуле $2\pi f_{ц} = qV/m$, либо экспериментальное определение резонансной частоты ионов известной массы.

Таковыми реперными массами могут служить $M = 18$ и $M = 17$ (ионы воды H_2O^+ и OH^+), всегда присутствующие в необезгаженной системе. Их пики следует искать в области частот 0.30 МГц и 0.28 МГц, соответственно. Пик $M = 18$ при этом примерно в три раза больше по амплитуде пика $M = 17$.

Определить произведение $f_{ц} * M = C$ для пика $M = 18$ для нахождения остальных резонансных частот из выражения $f_{ц} = C/M$.

4.6. Для снятия спектра масс с автоматической записью на электронном потенциометре при полосе обзора 100% (полный диапазон частотной развертки) перевести переключатель УЭ-2 "ПОСТОЯННАЯ ВРЕМЕНИ" в положение "БОЛЬШЕ", установить шкалу генератора Г-2 на нулевую отметку, переключатель "ВРЕМЯ РАЗВЕРТКИ" в положение "1000".

Вначале провести регистрацию спектра на ленте электронного потенциометра до первого заметного пика вручную при положении ручки УЭ-2 "ПРЕДЕЛЫ ИЗМЕРЕНИЯ, АМПЕРЫ" - " $1 * 10^{-13}$ " и " $3 * 10^{-13}$ ". Затем включить тумблер "ВКЛ - ДИАГРАММА" электронного потенциометра и нажать кнопку "ПУСК" генератора Г-2. Предел измерения электрометрического усилителя должен быть выбран в соответствии с ожидаемыми амплитудами пиков в спектре масс. Для остановки автоматической развертки генератора в любой желаемой точке нажать кнопку "СТОП". При повторном нажатии кнопки "СТОП" развертка будет продолжаться.

4.7. При необходимости записи какого-либо участка спектра масс нажать на панели Г-2 кнопку "20%", установить время развертки 200 с и требуемую начальную частоту генератора. При остановке развертки кнопкой "СТОП" настройка на пик может производиться ручкой "ЧАСТОТА".

После завершения автоматической записи спектра масс на электронном потенциометре предъявить спектрограмму преподавателю.

5. Обработка результатов измерений.

5.1. Вычислить значения разрешающей способности омегатрона для различных массовых чисел. Исследовать влияние амплитуды ВЧ-напряжения на разрешающую способность и чувствительность омегатрона.

5.2. Нанести на масс-спектр значения массовых чисел для каждого пика.

5.3. После согласования результатов с преподавателем приступить к выключению установки.

Выключение установки

Ручку "ТОК ЛУЧА" перевести в крайнее левое положение.

Перевести тумблер "КАТОД" в нижнее положение.

Переключатель "ПРЕДЕЛЫ ИЗМЕРЕНИЙ" перевести на самую "грубую" шкалу ($3 * 10^{-10}$).

Перевести тумблер на блоке питания из положения "ИЗМЕРЕНИЕ" в положение "СЕТЬ ВЫКЛ".

Выключить все остальные тумблеры "СЕТЬ".

Закрыть кран омегатрона VA2.

Выключить ВМБ - 8.

Закрыть вентиль VA2.

Отключить блок питания НОРДа.

Выключить ВТБ - 1.

После получения разрешения от преподавателя выключить питание стенда ЛУ-4, выключить водяное охлаждение (если это не мешает проведению других лабораторных работ).

ТРЕБОВАНИЯ К ОФОРМЛЕНИЮ ОТЧЕТА

Отчет должен содержать:

- 1) Принципиальную схему вакуумной установки.
- 2) Временную диаграмму откачки вакуумной системы установки.
- 3) Спектр масс на диаграммной ленте с надписанными значениями частот.
- 4) Измеренную величину полного давления в системе.
- 5) Запись режима работы омегатрона.
- 6) Таблицу расчета и анализ компонентного состава остаточных газов.
- 7) Таблицу расчета парциальных давлений.
- 8) Зависимость разрешающей способности омегатрона от массового числа для выбранного режима работы прибора.

Список рекомендуемой литературы

1. Розанов Л.Н. Вакуумная техника: Учеб. Для вузов. М.: Высш.шк., 1990.
2. Шестак В.П. Метрологические аспекты физики вакуума: Учеб. пособие. М.: МИФИ, 1983.
3. Шатохин В.Л. Технология вакуумных систем: Учеб. пособие. М.: МИФИ, 2000.
3. Вакуумная техника: Справочник/Е.С.Фролов, В.Е.Минайчев и др.: Под общ.ред. Е.С.Фролова, В.Е.Минайчева. М. Машиностроение, 1992.

ВОПРОСЫ ДЛЯ ПОДГОТОВКИ

- Чем определяется вид спектра масс остаточного газа в вакуумной системе ?
Перечислите основные элементы масс-спектрометра, каково их назначение?
Каковы основные характеристики масс-спектрометров ?
Что такое индивидуальный масс-спектр газа ?
В чем заключается расшифровка экспериментального спектра ?
Чем осложняется расшифровка спектров в системах с парами масел ?
Как производится расшифровка спектра с применением вакуумметра полных давлений ?
Каков принцип действия омегатронного датчика парциальных давлений ?
Как происходит развертка по массам ?
Объясните зависимость разрешающей способности датчика от массы иона.
Из каких конструктивных частей состоит ИПДО ?
Какие газы можно использовать в качестве «реперных» при расшифровке спектра ?

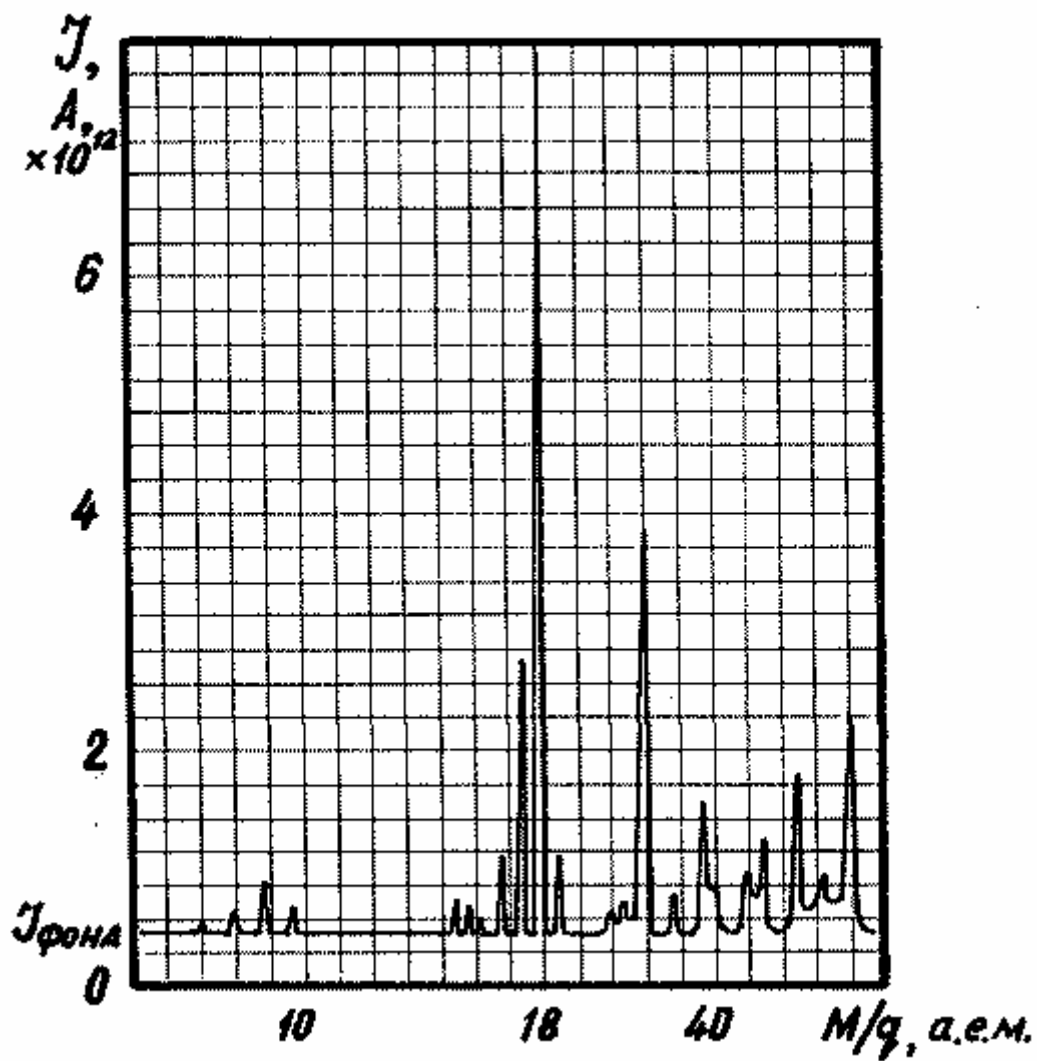


Рис.1. Масс-спектр остаточных газов в непрогретой вакуумной системе. Справа видны следы масляных паров.

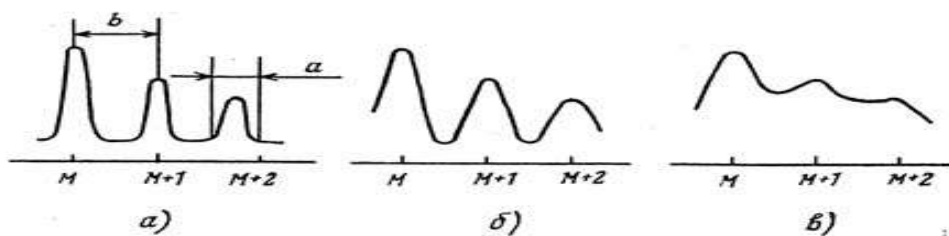


Рис.2. Фрагменты масс-спектров, полученных при различных разрешающих способностях масс-спектрометров.

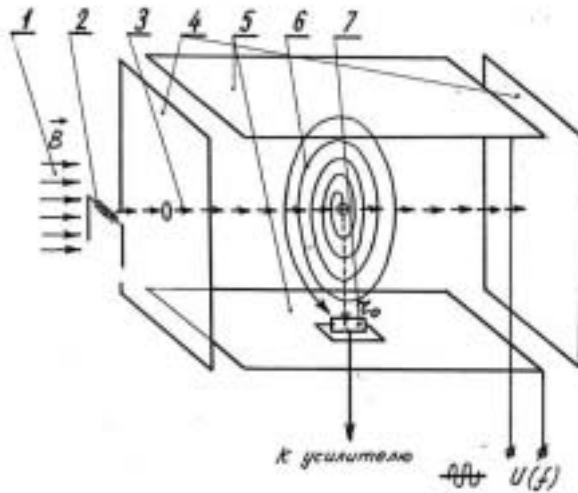


Рис.3. Датчик омегатронного типа РМО-4С: 1 - постоянное однородное магнитное поле; 2 - термокатод; 3 - электронный луч; 4 - пластины, улавливающие рассеянные частицы и коллектор электронов; 5 - высокочастотные пластины; 6 - траектория резонансных ионов; 7 - коллектор ионов.

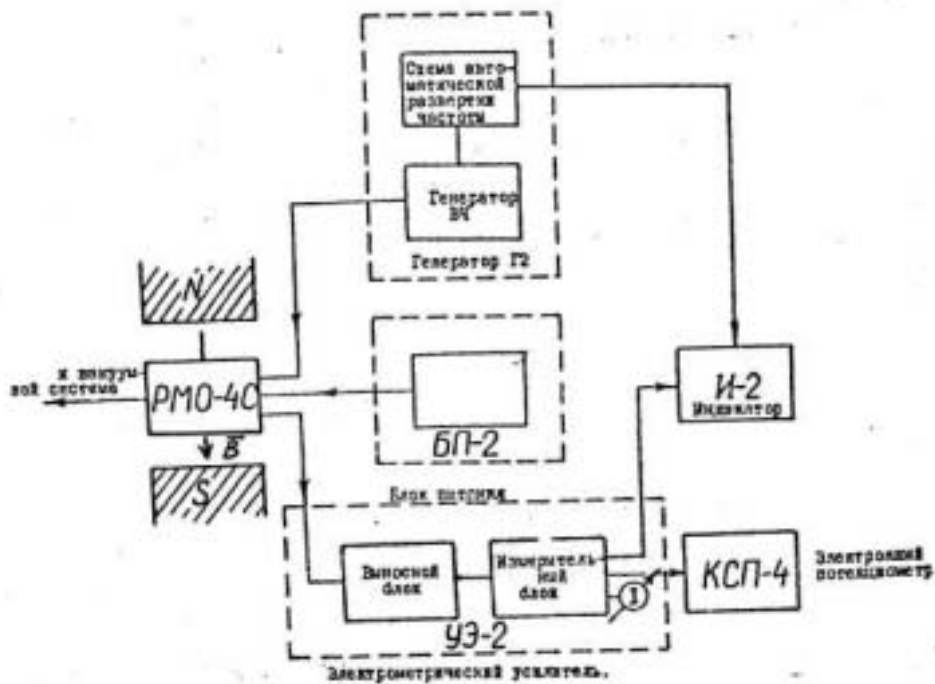


Рис.4. Структурная схема прибора ИПДО-2А.

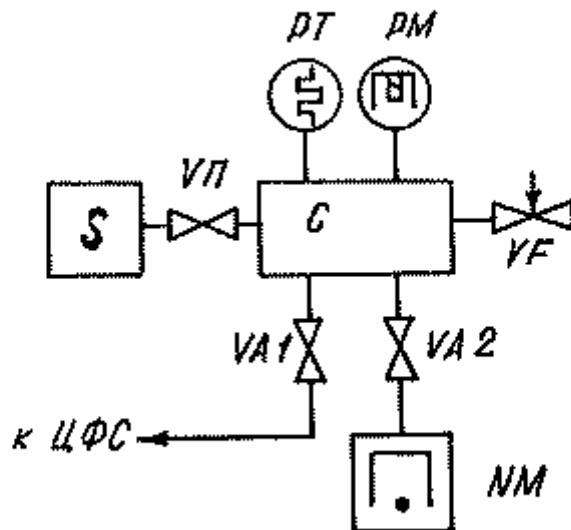


Рис.5. Принципиальная схема вакуумной установки для исследования парциально-го состава остаточного газа:

- С – вакуумная камера
- S – масспектрометр
- NM – насос магнитный электроразрядный
- VA – вентили электромеханические
- VP – вентиль ручной
- VF – вентиль регулировочный
- PT – манометр тепловой
- PM – манометр магнитный электроразрядный
- ЦФС – центральная форвакуумная система

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ДАННЫЕ:

Лабораторная работа
Исследование парциального состава остаточного газа

1. Откачка вакуумной системы:

предварительная

Время													
РТ, дел													
Па													

высоковакуумная

Время													
РТ, Па													
РМ, дел													
Па													
Элемент системы													

2. Настройки установки: напряжение улавливающих пластин -
 ток луча –
 напряжение ВЧ -

3. Измерение спектра масс анализируемых газов: полное давление $p =$

N													
f, кГц													
U _x , мм													
M, а.е.м.													
N													
f, кГц													
U _x , мм													
M, а.е.м.													

Выполнили: _____
 студенты _____
 группы _____

Проверил:
 преподаватель