

Особенности проведения испытаний на герметичность миниатюрных газонаполненных разрядников в условиях нестабильной работы ионного источника масс-спектрометра

С. А. БУШИН

Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н. Л. Духова, Москва, Россия, e-mail: vniia4@vniia.ru; 2009-01-07@mail.ru

Представлены результаты по отработке методики контроля герметичности миниатюрных газонаполненных разрядников, что обусловлено проблемой, касающейся нестабильности в работе ионного источника масс-спектрометра из-за выработавшего свой ресурс катода. Рассмотрены теоретические и практические подходы, способствующие устранению данной проблемы. Предложены решения задач, в том числе методические, направленные на минимизацию потери полезной масс-спектрометрической информации в условиях временного понижения чувствительности газоанализатора. Показана необходимость принятия мер по предупреждению возникновения нехарактерных искажений регистрируемых масс-спектрограмм.

Ключевые слова: ионный источник, катод, деградационный отказ, математическое моделирование, способ накопления, газонаполненные приборы, вакуумная установка финишного контроля герметичности, квадрупольный масс-спектрометр, изотропность, трибологический фактор.

The paper presents the results of the development of the technique for checking the tightness of miniature gas-filled spark gaps. Mainly, this is due to the problem of the presence of instability in the operation of the ion source of the mass spectrometer, because of the cathode that has exhausted its resource. Wherein, theoretical and practical approaches to solving this problem are considered. Solutions are proposed, including methodological ones, aimed at minimizing the loss of useful mass spectrometric information in conditions of a temporary decrease in the sensitivity of the gas analyzer. The necessity of taking certain measures to prevent the appearance of uncharacteristic distortions of the recorded mass spectrograms is shown.

Key words: ion source, cathode, degradation failure, mathematical modeling, method of accumulation, gas-filled devices, vacuum installation for the final leak test, quadrupole mass spectrometer; isotropy, tribological factor.

Создание и поддержание герметичности в электровакуумных и газонаполненных приборах является одним из основных условий сохранения рабочих параметров, определяющих работоспособность и гарантийные сроки хранения этих приборов. Высокие требования, предъявляемые к норме герметичности ($1,4 \cdot 10^{-13}$ Па·м³/с) одной из линеек газонаполненных приборов (разрядников), производимых во ВНИИА, обусловили необходимость разработки специализированной методики измерений и создании автоматизированного опытного образца вакуумной установки финишного контроля герметичности (УФКГ) для реализации данной методики [1]. На рис. 1 представлена принципиальная вакуумная схема УФКГ. Основными элементами УФКГ являются: измерительная система, камера накопления, система калибровки, вакуумная откачная система. Камера накопления СА1(СА8) представляет собой однопозиционный коллектор, пристыкованный к управляемому высоковакуумному клапану VP1(VP8). Этот коллектор обеспечивает загрузку одного или двух контролируемых приборов, помещаемых в разрезную цангу с предварительно установленным вытеснителем объёма. Измерительная система состоит из квадрупольного фильтра масс S RGA и комбинированного широкодиапазонного преобразователя давления РА. Внутренний объём, занимаемый измерительной системой,

ограничивается объединяемыми полостями. Эти полости включают в себя клапаны VP1–VP8 с камерами накопления СА₁, а также элементы вакуумно-технологического оборудования и контрольно-измерительной аппаратуры – NG, S, NS, РА, P1, PM1 при открытых клапанах VP9, VP10, VP11 и закрытых – VP11, VP16.

Система калибровки состоит из баллонов с калибровочными газами А1, А2, деформационного стрелочного P3 и цифрового P7 мановакуумметров, образцового деформационного вакуумметра P2 типа «Baratron», ротационно-вязкостного вакуумметра P1 с вращающимся шариком SRG-3, деформационного мембранно-ёмкостного вакуумметра P4 CMR 371, группы высоковакуумных клапанов VP1–VP6, VP12, VP13, VP14, высоковакуумного ручного натекавателя VF1, а также регулятора расхода газа РРГ 248 VF2. Вакуумная откачная система состоит из насосов, обеспечивающих основную и вспомогательную откачку. Высоковакуумная откачка измерительной системы, камер накопления и системы калибровки осуществляется турбомолекулярным насосом HiPace 80 – NR, магниторазрядным насосом Lion 10 – NM, а также обеспечивается угольным сорбционным насосом НСЖА-0,063М – NS и геттерным насосом NG. Предварительная откачка

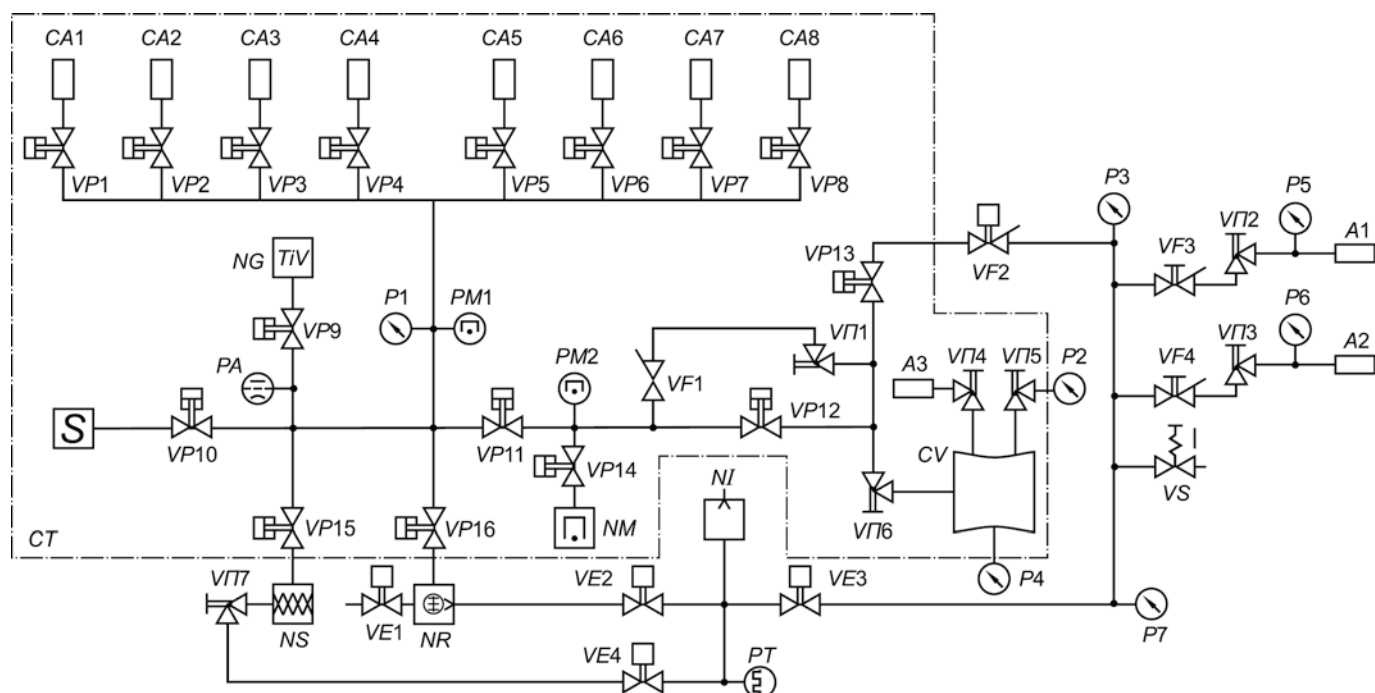


Рис. 1. Принципиальная вакуумная схема установки финишного контроля герметичности разрядников по истечению рабочего газа, содержащая восемь камер накопления:

CA1–CA8 – камеры накопления; VP1–VP8, VP13 – сверхвысоковакуумные управляемые пневматические клапаны VAT Series 57 с диаметром условного прохода Dn 10; VP9–VP12, VP14–VP16 – сверхвысоковакуумные управляемые пневматические клапаны VAT Series 57 с диаметром условного прохода Dn 40; S – масс-спектрометр QMG 220 PrismaPlus M2; NG – геттерный насос на TiV пластинах; NS – сорбционный насос HCЖА-0,063M; NR – турбомолекулярный вакуумный насос HiPace 80 Pfeiffer; NM – ионный вакуумный насос Lion 10 KJLC; NI – форвакуумный насос ISP-90 Anest Iwata; PA – широкодиапазонный преобразователь давления PBR 260 Pfeiffer; P1 – ротационно-вязкостный датчик давления вакуумметра SRG-3; P2 – датчик давления 690A образцового вакуумметра MKS «Baratron» 670B; P3 – деформационный мановакуумметр PGI Swagelok; P4 – мембранно-ёмкостной датчик CRT 371; PT – тепловой измерительный преобразователь сопротивления (Пирани) TPR 280 Pfeiffer; P5, P6 – манометры PGI Swagelok; A1, A2 – газовые баллоны с калибровочными газами; A3 – микрообъем; CV – расширительная ёмкость; VF1 – ручной высоковакуумный натекатель MDC; VF2 – регулятор расхода газа MKS 248; VF3, VF4 – регулятор давления KPR Swagelok; VP11–VP17 – высоковакуумные ручные клапаны VAT Series 54 Dn 16; VE1–VE4 – угловые электромагнитные клапаны Dn 16 ECv; PT – прецизионный датчик давления ZSE40A SMC Pneumatik; VS – предохранительный клапан давления

всех вакуумных систем установки до давления 2–5 Па происходит с помощью форвакуумного насоса NI типа Dry Scroll ISP-90, который также используется при первичном запуске и регенерации сорбционного насоса.

В основе разработанной методики оценки степени негерметичности разрядников лежит масс-спектрометрический метод, на базе которого применён способ накопления [2, 3]. Следует отметить, что способ накопления применяется для обнаружения сверхмалых потоков контрольного газа, вплоть до $5,0 \cdot 10^{-13}$ Па·м³/с ($1,0 \cdot 10^{-14}$ Па·м³/с). Наличие утечки данным способом определяют по изменению во времени сигнала масс-спектрометра после накопления рабочего газа, истекающего из прибора в некоторый предварительно откачанный объём, т. е. в камеру накопления. Далее происходит транспортировка этой порции в зону ионизации датчика масс-спектрометра. Контролируемый прибор и датчик газоанализатора в это время от откачки изолированы. В соответствии с разработанной методикой, остаточное давление в объёме измерительной системы, определяемое фоном (газовыделение и натекание), должно оставаться на сравнительно низком уровне. Поэтому для поддержания заданного

уровня разрежения, откачка внутреннего объёма измерительной системы, несмотря на вышеуказанное требование об отсутствии этой откачки, всё же предусматривается разработанной методикой, но только по отношению к фоновым газам. Таким образом, перед перепуском порции рабочего газа из камеры накопления в объём измерительной системы к данному объёму посредством открытия клапанов VP10, VP15 подключаются геттерный насос NG на нераспыляемых титан-ванадиевых пластинах и сорбционный угольный насос NS, соответственно (см. рис. 1). Эти насосы обладают селективностью, т. е. индифферентностью по отношению к рабочему газу – неону.

Для измерений парциального давления рабочего газа в УФКГ применяется квадрупольный масс-спектрометр QMG 220 Prisma Plus M2 (Pfeiffer Vacuum, Германия) с «открытой ионной системой» («ion source–open»), обеспечивающий максимальную чувствительность и линейность градуировочных характеристик в условиях высокого и сверхвысокого вакуума. При низком давлении источник может работать сравнительно долго без необходимости какого-либо вмешательства для проведения регламентных работ. Тем не менее через четыре

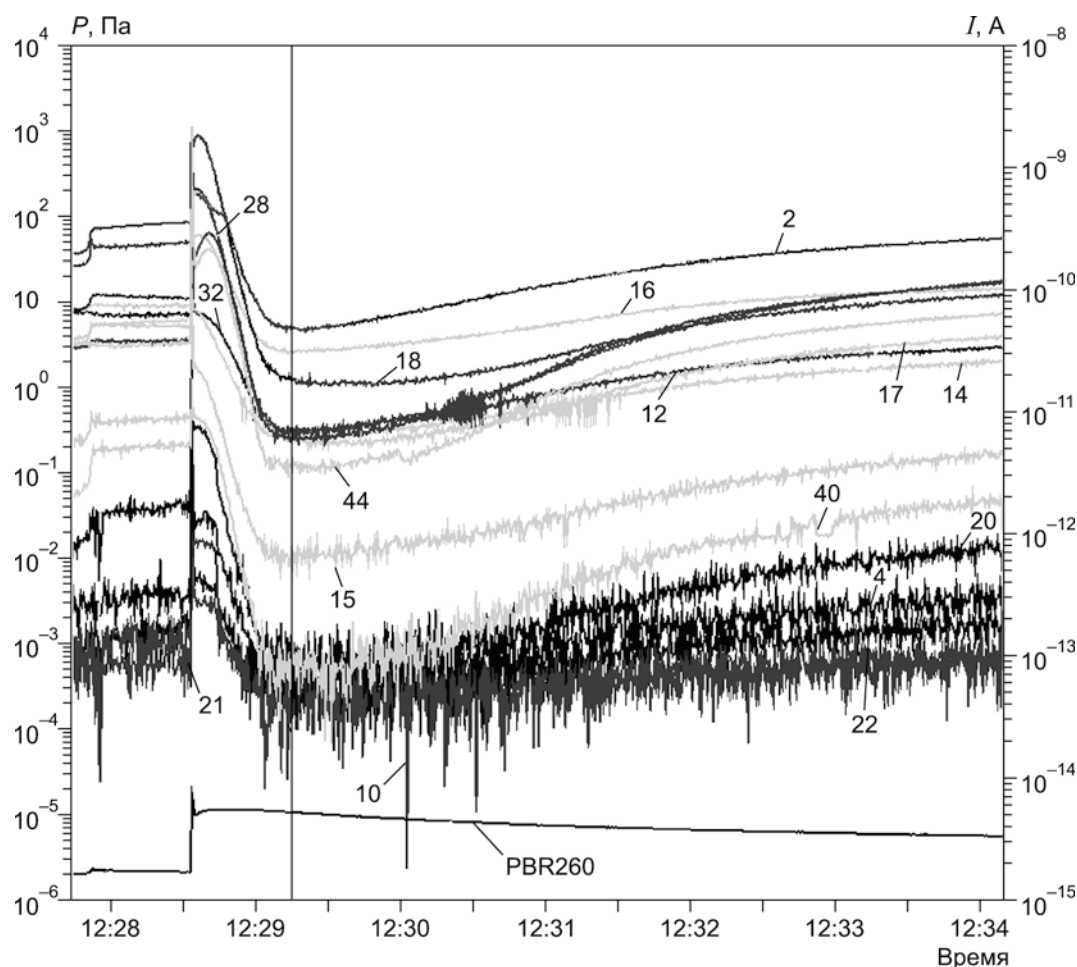


Рис. 2. Динамика изменения интенсивностей I_i по массовым числам и общему давлению PBR260 в процессе проведения контроля герметичности с характерными искажениями – «потенциальными ямами»:
PBR260 – $9,6344 \cdot 10^{-6}$ Па; 2 – $5,5785 \cdot 10^{-11}$ А; 4 – $5,2084 \cdot 10^{-14}$ А; 10 – $2,4057 \cdot 10^{-14}$ А; 12 – $7,7787 \cdot 10^{-12}$ А; 14 – $6,6456 \cdot 10^{-12}$ А; 15 – $7,3848 \cdot 10^{-13}$ А; 16 – $3,5051 \cdot 10^{-11}$ А; 17 – $5,6977 \cdot 10^{-12}$ А; 18 – $1,7446 \cdot 10^{-11}$ А; 20 – $6,2233 \cdot 10^{-14}$ А; 21 – $5,9057 \cdot 10^{-14}$ А; 22 – $5,6100 \cdot 10^{-14}$ А; 28 – $7,9823 \cdot 10^{-12}$ А; 32 – $6,7820 \cdot 10^{-12}$ А; 40 – $1,0867 \cdot 10^{-13}$ А; 44 – $3,8869 \cdot 10^{-12}$ А.

года эксплуатации масс-спектрометра (примерно 10000 ч работы), несмотря на практически непрерывно поддерживаемую разреженность объёма датчика анализатора (не более 10^{-4} – 10^{-3} Па) и малый интегрированный поток натекания газа в систему, в условиях достаточно чистой остаточной среды стали проявляться признаки, близкие к состоянию, когда выход из строя нити накала мог произойти, предположительно, уже через несколько месяцев. В условиях безмасляного высокого вакуума качественный состав среды, в которой пребывал термоэмиссионный элемент в течение всего вышеуказанного срока эксплуатации, характеризовался в основном наличием водородного компонента и небольшим присутствием N_2 , CO, и следов Ne, Ar, CO₂, а также углеводородных соединений вида C_nH_m . Присутствие последних обусловлено, в основном, синтезом, протекающим на накаливаемом элементе, а также в близлежащих от него зонах поверхности между атомами водорода и углерода, имеющегося, как правило, всегда на поверхностях конструкционных материалов. Однако имелись отдельные особенности, основной среди которых являлась

периодически возникающая повышенная концентрация паров воды. Такая концентрация образуется при загрузке прибора (приборов) в объём накопительной (накопительных) камеры всякий раз, когда необходимо провести контроль герметичности после пребывания приборов на воздухе.

Негативные тенденции в работе масс-спектрометра обозначились не сразу. Характерным было то, что после сброса или перепуска накопленной порции газа динамика изменения контролируемого отклика интенсивности на заданном массовом числе приобретала отклонения от типовой зависимости [4]. Впоследствии это проявилось в виде существенных искажений «нулевой» линии практически для всей группы регистрируемых массовых чисел – с первого по сорок пятое (дискриминация по массам). Искажения появлялись за счёт аддитивности, что по виду напоминало эффект «псевдооткачки» при временном снижении чувствительности (рис. 2). В

местах, где тонкая вертикальная линия пересекает кривые интенсивностей по массовым числам, представлены типовые численные значения отсчётов интенсивностей аналитического сигнала и общего давления.

Практически не проявляющиеся ранее, т. е. не являющиеся закономерными, изменения давления во времени после перепуска порции газа в виде так называемой «потенциальной ямы» с уровнем впадины, распространяемой до значений ниже фоновых, стали фиксироваться от сброса к сбросу вне зависимости от времени накопления. В результате косвенных измерений значение определяемого потока утечки Q_i стало отрицательным. Надо отметить, что фоновый поток по рабочему газу также претерпел существенные искажения и перестал подлежать индивидуальной оценке, поскольку заранее предугадать характер динамики выходного сигнала после перепуска порции газа в измерительный объём стало невозможно. На этом основании оставалось полагать, что результирующее значение Q в таких условиях – это ни что иное как суперпозиция ис-

кажённных фона и полезного сигнала. Рассматриваемое в данном контексте поведение катода не описано (ни кратко, ни тем более подробно) ни в руководстве по эксплуатации на данный масс-спектрометр, ни в специальной литературе.

Чтобы полученная масс-спектрометрическая информация, претерпевшая нехарактерные изменения, не была потеряна и не оказалась бесполезной при отсутствии оперативной возможности проведения замены катода, возникла необходимость попытаться решить данную проблему в перспективе, поскольку вероятность её повторения нельзя потенциально исключать при эксплуатации оборудования в будущем. Для этого потребовалось провести дополнительные исследования, прибегнув к математическому моделированию, с доработкой отдельных положений методики измерений. Была создана математическая модель в виде уравнения, приближённо описывающего процесс перепуска порции газа и изменения давления при его расширении в объёме измерительной системы (в токовых показателях), с использованием элементов регрессионного анализа.

Основные методические моменты, касающиеся структуры и алгоритма обработки данных с искажениями, представлены ниже с учётом проведённого анализа созданной математической модели.

Зависимость сигнала выходного тока масс-анализатора $I=f(t)$ (рис. 3) можно представить в виде уравнения, имеющего следующий вид:

$$I = \Delta I_0 \left[1 - \exp\left(-\frac{S_n t_j}{V_\Sigma + V_{к.н}}\right) \right] \exp\left(-\frac{S_n t_i}{V_\Sigma + V_{к.н}}\right) + \frac{Q S t_i}{V_\Sigma + V_{к.н}}, \quad (1)$$

где ΔI_0 – приращение ионного тока по 20 M/e (по двадцатому массовому числу); S_n – скорость «псевдооткачки» по 20 M/e ($S_n = \text{Varia}$); $t_j = 1, 7 \dots 2$ с – первый отрезок времени, определяющий время выравнивания давления в объёмах V_Σ , $V_{к.н}$ после перепуска порции газа (этот отрезок трудно просматривается из-за масштаба); V_Σ – суммарный объём измерительной системы; $V_{к.н}$ – объём камеры накопления; t_i – текущее время с момента перепуска до окончания записи при измерениях (до открытия клапана турбомолекулярного насоса); Q – поток натекания (утечки) из прибора; S – коэффициент абсолютной чувствительности масс-спектрометра.

Зависимость $I=f(t)$, представленную на рис. 3, условно можно разбить на три участка:

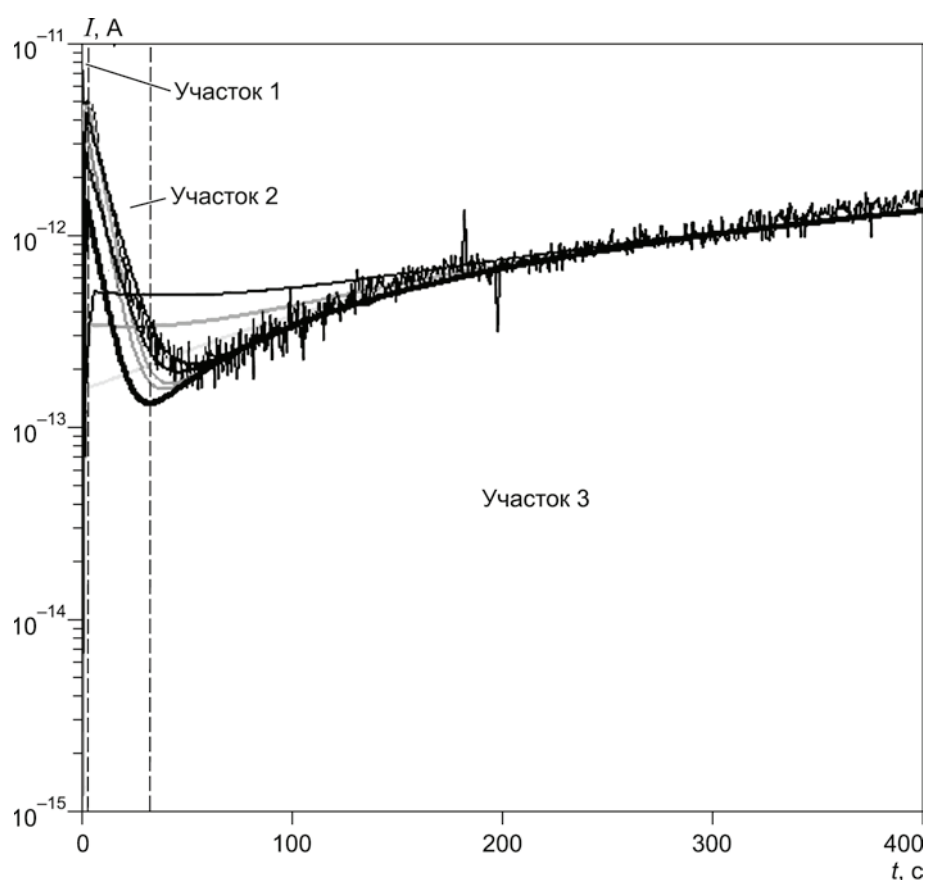


Рис. 3. Пример типовой зависимости изменения ионного тока I на 20 M/e с графической иллюстрацией возможных вариантов математического описания экспериментальных данных с помощью уравнения $I=f(t)$ с нумерацией участков, на которые можно условно разделить токовую зависимость. Данные участки характеризуют поведение газа в процессе изменения во времени:

1 – распределение порции вещества (газа) по объёму измерительной системы после её сброса из камеры накопления в начальный момент времени 1,7–2 с; 2 – спадающий фронт давления в измерительной системе с проявлением локальной откачки фоновых газов, накопленных вместе с контрольным газом; 3 – составляющая газового потока утечки контрольного газа из прибора

первый участок характеризуется выражением

$$\Delta I_0 \left[1 - \exp\left(-S_n t_j / (V_\Sigma + V_{к.н})\right) \right],$$

второй – выражением

$$\Delta I_0 \left[1 - \exp\left(-S_n t_j / (V_\Sigma + V_{к.н})\right) \right] \exp\left(-S_n t_i / (V_\Sigma + V_{к.н})\right), \quad (2)$$

а третий – выражением

$$Q S_n t_i / (V_\Sigma + V_{к.н}). \quad (3)$$

Первый участок данной токовой характеристики можно интерпретировать как экспансию порции газа при сбросе из камеры накопления в объём измерительной системы. Интервал времени $t[j]$ является тем конечным отрезком, когда происходит выравнивание давлений рабочего газа с доминирующими остаточными газовыми компонентами (H_2 и H_2O) в двух объединяе-

мых объёмах. При этом точное значение длительности при искажениях зависит от формы глобального экстремума (перегиба) типовой зависимости изменения ионного тока на 20 М/е. Это может быть пикообразность (см. рис. 3) – участок времени 1,7–2 с до выравнивания давлений с расхождением не более 1 %, а также и более пологий колоколообразный участок, «затянутый во времени».

Изменения ионного тока в конце первого и начале второго участков зависят от интенсивностей пиков водородного компонента (2 М/е) и паров воды (18 М/е). Эти пары в случае отрицательного заброса превосходят на 1–2 десятичных порядка значение контролируемого пика по рабочему газу при малых ($< 1 \cdot 10^{-10}$ Па·м³/с) значениях потоков от течей. Именно они оказывают основное влияние на характер изменения «нулевой» линии.

Время выравнивания давления в объёмах, в связи с указанными выше факторами, может увеличиваться приблизительно до 15 с, учитывая результаты многочисленных экспериментов. Чтобы определить t_j (начало отрезка t_j соответствует точке, приходящейся на момент сброса порции газа на 20 М/е), необходимо использовать динамику изменения по 18 М/е (Н₂О), преимущественно. Для этого за искомую точку надо взять временной отсчёт выхода на глобальный экстремум (точка перегиба, приходящаяся на конец первого и начало второго участков). Следует особо подчеркнуть, что речь идёт именно об экстремуме (по аналогии с функцией колоколообразной формы), а не о пиковом всплеске. Если экстремума всё же нет, то для расчёта достаточно ограничиться отрезком $t_j = 1,7 \dots 2$ с.

Следует учесть, что на первых секундах сброса порции газа всплеск по давлению является доминирующим из-за отсутствия полной изотропности, т. е. равномерности распределения по давлению при его перераспределении по объёмам, а также за счёт трибологического фактора – трения поверхностей пары «клапан–седло». При этом процесс «псевдооткачки» – второй участок, характеризуемый выражением (2), и линейная зависимость на третьем участке (поток газа от течи), описываемая выражением (3) также имеют место (ввиду неразрывности потока), но их влияние в пределах первого участка кривой сравнительно невелико. Необходимо отметить, что последнее выражение наиболее точно описывает процесс повышения парциального давления рабочего газа в системе за счёт потока газа через течь. Тогда искомое значение Q оценки потока утечки тем точнее, чем ближе к «хвостовой» части третьего участка берётся выборка из точек, используемых для его определения.

Принципиальный характер функции исследуемой зависимости известен заранее на основе построения физической модели, поэтому требуется получить лишь некоторые численные параметры, входящие в выражение функции. Поток Q пропорционален отношению $\Delta I / \Delta t$ (см. рис. 3, линейный участок 3), включающему составляющую фонового потока $Q_{\text{ф}}$. По существу, определение Q по «хвостовой» совокупности точек третьего участка является целью расчёта; допустимый формат результата – «X.XX». Параметры $S_{\text{п}}$, ΔI_0 являются вспомогательными и не требуют высокой точности: допустимый формат результата – «X.X». Тем не менее, параметр $S_{\text{п}}$ в определённой степени представляет интерес, поскольку если бы «псевдооткачка» отсутствовала, то его значение

являлось бы значением сорбционной ёмкости геттерного насоса (Н₂/СО).

Задачу определения искомых параметров Q , $S_{\text{п}}$, ΔI_0 , можно пробовать решать разными способами, например, с помощью нелинейного метода наименьших квадратов через составление системы нормальных уравнений (в случае, если удастся произвести упрощения), получаемых после дифференцирования функции E , приравняв её частные производные к нулю:

$$E(Q, S_{\text{п}}, \Delta I_0) = \sum_{k=1}^N (Y_k - I_k)^2,$$

где $Y_k = F(t, Q, S_{\text{п}}, \Delta I_0)$; I_k – точки-отсчёты на графике (см. рис. 3).

Однако, чтобы избежать неудобств при решении задачи спланирования с использованием уравнения (1), в которое часть параметров входит нелинейно, решать задачу можно, задавшись рядом начальных значений параметров Q , $S_{\text{п}}$, ΔI_0 [5]. В этом случае для каждого из параметров вычисляется сумма квадратов отклонений функции Y_k от исходных измеренных значений I_k с поиском минимальной невязки $|Y_k - I_k|^2$, т. е. абсолютной погрешности аппроксимации как показателя отклонения расчётных значений от фактических с построением соответствующего графического образа получаемой зависимости.

Операция по определению параметров ΔI_0 , $S_{\text{п}}$ (см. рис. 3) и нахождения значения Q представляет собой итерационный процесс. Диапазон из наиболее возможных значений (допустимый предел) для коэффициента абсолютной чувствительности масс-спектрометра составляет $1 \cdot 10^{-8} \leq S_{\text{п}} \leq 5 \cdot 10^{-3}$ м³/с. При этом начальное значение для Q , должно оцениваться из выражения $Q = (\Delta I / \Delta t) (V_2 / S)$, где $\Delta I = (I_{\text{т4}} - I_{\text{т3}})$, а $I_{\text{т4}}$, $I_{\text{т3}}$ – отсчёты на 20 М/е в «режиме измерения» перед открытием клапана откачки турбомолекулярного насоса (рис. 4). Начало отсчёта приходится на момент, когда одно из текущих значений ионного тока по 18 М/е (Н₂О) непосредственно перед сбросом порции (1–3 точки отсчёта) станет равным одному из текущих отсчётов после прохождения кривой линии измерения «потенциальной ямы» на 18 М/е. Отметки $t_{\text{т4}}$, $t_{\text{т3}}$ условно привязаны к обозначениям времени.

При наличии только пикового всплеска (без глобального экстремума) за начальное значение ΔI_0 можно принимать максимальное приращение $(I_{\text{max}} - I_0)$ по току на 20 М/е при перепуске порции газа. В случае присутствия экстремума на 18 М/е за начальную величину ΔI_0 принимается текущее значение, соответствующее отсчёту ионного тока на 20 М/е для отметки времени, на которую приходится найденный экстремум.

Чтобы математическими методами упростить процедуру вычислений, отказавшись от нахождения в области экстремума следов существования колоколообразной формы, после перепуска порции газа параметры ΔI_0 , t_j может определять непосредственно оператор на основе визуального контроля динамики изменения сигнала масс-спектрометра по 20 М/е. Диапазон из возможных значений для ΔI_0 составляет $1,4 \cdot 10^{-13} \leq \Delta I_0 \leq 1,0 \cdot 10^{-5}$.

Поскольку для варианта с оценкой потока Q на основе уравнения (1) значение фона $Q_{\text{ф}}$ (рис. 4) не входит явным образом в состав переменных, участвующих в расчёте потока утечки, то значение фонового потока необходимо для окончательных вы-

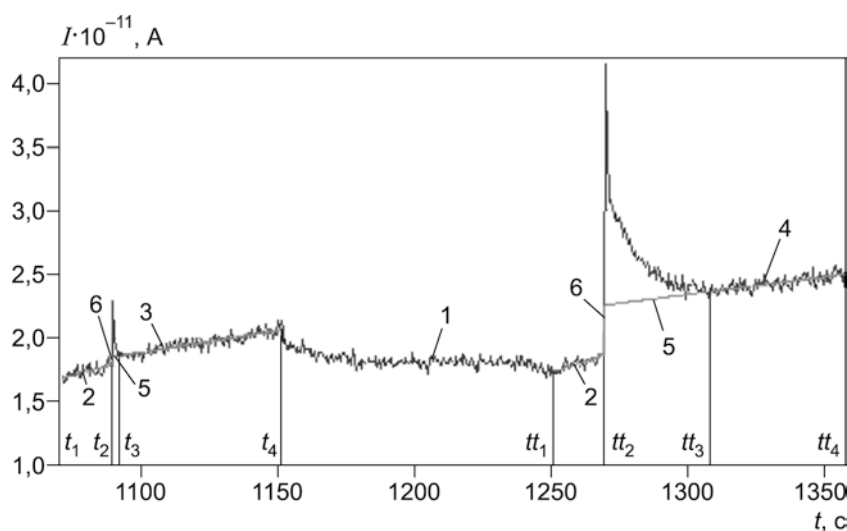


Рис. 4. Измерительный процесс при реализации проекта:

1 — основная зависимость $I=f(t)$ выходного сигнала масс-спектрометра на 20 M/e; 2 — линия аппроксимации фонового ионного тока измерительной системы; 3, 4 — линии аппроксимации после сброса накопленной порции газа в объём измерительной системы из камеры накопления с размещённым в ней контрольным прибором (образцом) и порции газа из камеры накопления с контролируемым прибором; 5 — линия экстраполяции; 6 — приращение ионного тока над фоном

числений оценки степени негерметичности Q' , определяемой из выражения

$$Q' = (Q - Q_{\phi}). \quad (4)$$

На рис. 4 введены обозначения: t_1, t_2 — время начала и конца записи фона образца, соответственно; t_3, t_4 — время начала и конца измерений образца, соответственно; tt_1 — время начала записи фона от группы клапанов камер накопления (или одного); tt_2 — время конца записи фона от группы клапанов камер накопления (или одного); tt_3 — время начала измерения общей газовой порции от группы клапанов камер накопления (или одного клапана); tt_4 — время конца измерения общей газовой порции от группы клапанов камер накопления (или одного клапана)

Значение Q_{ϕ} определяется по изменению токового сигнала анализатора на отрезке времени tt_1, tt_2 и рассчитывается по следующей формуле:

$$Q_{\phi} = \Delta I_{\phi} V_{\Sigma} / (S \tau), \quad (5)$$

где ΔI_{ϕ} — разность сигналов масс-спектрометра I_{tt2}, I_{tt1} , приходящихся на моменты времени tt_1, tt_2 ; τ — время накопления для фона $tt_2 - tt_1$.

Получаемые результаты могут иметь отрицательное значение, но не по приращению тока, а уже по оценке потока негерметичности Q' .

При наступлении ситуации, когда из-за особенностей в работе ионного источника масс-спектрометра, а также загрязнённости парами воды процесс откачки затягивается до момента выхода на режим измерения продолжительностью 3–8 ч, необходимо предусмотреть ещё один способ получения полезной информации, аналогично случаю, когда фоновая характеристика Q_{ϕ} превышает допустимые значения Q' .

Как показала практика, наиболее эффективным способом не потерять полученную информацию является процесс объединения операций накопления и измерения, так как поступление пробного газа из контролируемого прибора не ограничивается объёмом камеры накопления. Газ, истекая напрямую через течь при открытых клапанах камер накопления, обеспечивающих объединение объекта испытаний и измерительного объёма, накапливается в объёме измерительной системы с момента (tt_1) перекрытия клапана откачки турбомолекулярного насоса в течение заданного интервала времени. При этом характер токовой зависимости не изменяется, и нет тех проявлений искажённости, которым предшествовал перепуск накопленной порции в объём измерительной системы.

Таким образом, операция по накоплению и перепуску порции газа из накопительной камеры заменяется на накопление с производимой регистрацией в объединённом объёме, включающем вакуумную полость измерительной системы и полость накопления.

Поток утечки контролируемого (контролируемых) прибора (приборов) ($n=1...7$) определяется по формуле

$$Q = \Delta I (V_{\Sigma} + n V_{\text{кн}}) / (S \tau) - Q_{\phi},$$

где ΔI — разность сигналов I_{tt4}, I_{tt3} , приходящихся на моменты времени tt_4, tt_3 (для данного случая временных отсчётов будет только два); τ — время накопления для фона $tt_4 - tt_3$. Члены уравнения аналогичны параметрам, представленным в формуле (4).

Если отказаться от методики сброса порции на накопление в объединённом объёме, то процесс измерения растянется во времени до 30 мин при непосредственном измерении сигнала на 20 M/e. Сигнал характеризуется потоком через течь совместно с фоном. При этом возникнет необходимость предварительно регистрировать фоновую составляющую измерительного объёма с той же экспозицией (максимальная продолжительность — 30 мин), но без учёта фона объёма накопления (при закрытом (закрытых) клапане (клапанах) камер накопления), определяемой по формуле (5). Тем не менее, накопление в объединённом объёме не чрезмерно отяготит процесс поиска приращений дополнительными расчётами с оценкой отдельных вспомогательных динамически изменяющихся параметров.

Из сказанного выше можно сделать вывод, что в дополнение к программно-реализованному алгоритму обработки данных (положительное, «нулевое» приращение по току) добавлены ещё два для случая (варианта) с «отрицательным» приращением:

с использованием уравнения (1) по приведённому выше алгоритму (без повторения операции, связанной с перепуском накопленной порции, т. е. только с помощью аналитических расчётов);

посредством уравнения (4), прибегнув дополнительно к процедурам по отдельной регистрации фона измерительной системы и суммарного потока утечки из прибора (приборов) вместе с фоном системы через накопление в объединённом объёме.

Здесь надо отметить, что вариант с дополнительной матема-

тической обработкой отвергнут на завершающем этапе разработки специализированного программного обеспечения из-за его сравнительной сложности. Поэтому программно-реализованным алгоритмом стал способ с объединением объёмов.

Представленные выше варианты с описанными методическими усовершенствованиями являются полезными указаниями, направленными для предотвращения потери информации, получаемой о составе анализируемых молекул. Однако дальнейшие шаги в работе, предпринимаемые испытателем, из-за возникающей неопределённости относительно времени дальнейшей эксплуатации катода должны быть направлены в сторону замены катода (катодного узла) масс-спектрометра. Это необходимо для того, чтобы не усугублять положение с измерениями, поскольку точность получаемых данных со временем будет снижаться.

Следует отметить несколько важных моментов относительно факторов, вызывающих ухудшение чувствительности датчика газоанализатора. Среди них наиболее значимыми являются:

повышенное испарение оксида иттрия с поверхности катода (катод изготовлен с покрытием из Y_2O_3). Последствия такого испарения заключаются в снижении эффективности катода (отношение величины эмиссионного тока к мощности) в результате обеднения поверхностного слоя, которое вызвано активной эмиссией электронов с поверхности;

значительная степень износа, характеризующаяся деструкцией материала нити (ей) накала. По-видимому, обозначенный срок в четыре года являлся ресурсом работы данного катода и был исчерпан или близок к этому – наступил деградационный отказ. При этом полученные данные спустя некоторое время остались не более чем констатацией этого факта, который по непонятным причинам заранее не был продекларирован производителем данного аналитического оборудования. Здесь следует сделать одну оговорку: по аналогии с катодами вакуумметров скорость испарения иттрия в рабочем режиме без загрязнений невелика, в отличие от скорости испарения, обусловленной его окислением. Возможно, поэтому разработчики предусмотрительно умолчали о «среднем значении» ресурса работы катода.

Отмеченное ранее временное снижение чувствительности может оказаться следствием нарушения стабильности термоэмиссионного тока, так как эта стабильность характеризует флуктуации эмиссии электронов, которые могут быть как кратковременными, так и представлять собой постепенное изменение эмиссионных свойств катода. Отдельные проблемы могут возникать и при сравнительно повышенных давлениях. Эмиссионные слои на катодах при повышенном давлении уменьшаются намного быстрее, особенно когда у катода появляется контакт с кислородом и (или) кислородосодержащими, такими, как, например, пары воды. Надо сказать, что иридиевый катод выдерживает несколько десятков непродолжительных повышений давления вплоть до атмосферного, но это приводит к снижению его излучательной способности. Этот процесс более известен как отравление катода [6]. Однако в процессе откачки до низких давлений катод все же восстанавливает свои эмиссионные характеристики.

Из отмеченного выше следует, что защита катода должна обеспечиваться постоянно как на приборном (аппаратном) уровне, исходя из правильно подобранных режимов работы катода и его конструктива, так и на технологическом уровне. Именно поэтому

разработанная технология контроля на установке УФКГ предусматривает отсутствие возможности негативного влияния на катод за счёт колебаний рабочего (остаточного) давления в области источника ионов, которое происходит, например, в результате калибровки масс-анализатора. Автоматика надёжно осуществляет перевод катода в нерабочее состояние (когда накал отключается), если текущее давление вблизи катода превышает предельное заданное и составляет более $1 \cdot 10^{-3}$ Па. Это гарантированно снимает проблему преждевременной потери работоспособности катода, особенно в присутствии сравнительно больших количеств активных газов. Автоматическое отключение катода обеспечивается при наличии обратной электрической связи, установленной с датчиком общего давления PBR260. Датчик размещён на вакуумной системе в непосредственной близости от датчика газоанализатора, работающего совместно с масс-спектрометром и выполняющего одновременно функцию вакуумметра (контроллера).

В процессе эксплуатации и износа катода происходят испарения, в результате чего близлежащие поверхности загрязняются продуктами разложения материала. Подобные загрязнения влекут появление проводящих металлических плёнок и могут также снижать чувствительность анализатора. Это, в свою очередь, может негативно влиять на интерпретацию масс-спектров после их количественной и качественной обработки до уровня результатов, являющихся малодостоверными. Процедура по очистке ионного источника в большинстве случаев весьма затруднительна, поэтому замена этого источника – это крайняя вынужденная мера. При этом в отдельных случаях вместе с заменой необходимо проводить операции по восстановлению поверхности самих электродов фильтра масс.

Таким образом, учёт эксплуатационных характеристик масс-спектрометра необходим при работе и является вынужденной процедурой, возлагаемой на оператора, управляющего процессом контроля герметичности. Отмеченные сложности требуют определённой подготовленности обслуживающего персонала при работе на данном аналитическом оборудовании, несмотря на наличие автоматизации. При этом не всегда можно оперативно устранить характерные неисправности, возникающие в ходе испытаний. Возможность принятия соответствующих мер (связанных не только с заменой или восстановлением вышедшего из строя элемента или узла, но и, в зависимости от конкретных условий, мер иного рода, например, методического характера) также может относиться к числу действенных средств, которые способствуют уменьшению влияния возникающих проблем на решение задач, стоящих перед исследователями. В разработанном методическом материале при возникновении явлений, обусловленных ситуациями, близкими к отказу катода, такие возможности были продуманы, обоснованы и внедрены. Для этих целей в методике автоматизированного финишного контроля герметичности разрядников в качестве отдельной опции реализована возможность, позволяющая избежать потерю данных о негерметичности в контролируемом объекте. Такая информация получается из масс-спектрограмм, содержащих аппаратные «искажения». С этой целью разработан дополнительный способ получения полезной информации, несмотря на проблему, связанную с существенным снижением чувствительности испытаний из-за проблем с катодом ионного источника масс-спектрометра.

Л и т е р а т у р а

1. Бушин С. А. Методика высокочувствительного контроля герметичности газонаполненных разрядников по истечению неона // Вакуумная техника и технология. 2012. Т. 22. № 2. С. 98–99.
2. ГОСТ 24054–80. Методы испытаний на герметичность. Общие требования.
3. ОСТ 11 0808–96. Контроль неразрушающий. Методы течеискания.
4. Бушин С. А. Особенности методики контроля герметич-

ности газонаполненных разрядников // Вакуумная техника и технология – 2017: Труды 24-й Всерос. науч.-техн. конф. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2017.

5. Вентцель Е. С. Теория вероятностей. М.: Наука, 1964.
6. Владимиров Г. Г. Физическая электроника. Ч. 1. Термoeлектронная эмиссия: Учебно-методическое пособие. СПб.: СПбГУ, 2007.

Дата принятия: 11.12.2017.

53.087.92 + 543.275.1

Усовершенствование нечувствительного к массе материала диэлькометрического влагомера

А. Е. МЕФЁД

Фрязинский филиал Института радиотехники и электроники им. В. А. Котельникова РАН,
Фрязино, Россия, e-mail: aem228@ire216.msk.su

Выполнено усовершенствование диэлькометрического влагомера – увеличена его чувствительность к влажности при сохранении независимости результата измерения от массы исследуемого материала. В усовершенствованном влагомере влажность определяется по отношению суммы приращений реактивной и активной составляющих проводимости измерительного конденсатора датчика влагомера, вызванных введением в него исследуемого материала, к разности этих приращений либо по отношению других комбинаций этих приращений. Данные отношения, как и отношение исходных приращений, не зависят от массы исследуемого материала, но значительно сильнее зависят от его влажности. На практике применение такого влагомера может упростить измерения и повысить их точность.

Ключевые слова: диэлькометрический влагомер, чувствительность к влажности, нечувствительность к массе.

Improvement of a dielectric moisture meter is carried out which lies in the fact that its sensitivity to moisture content of a measured material is strongly increased while its insensitivity to its mass value remains at the same level. In the improved meter, the moisture content is determined from the ratio value of the sum of the changes of reactive and active components of the conductivity of a capacitor sensor to their difference or from that of other similar combinations of these changes. These changes are caused by placing a studied dielectric material inside the instrument capacitor of the sensor. These ratios, as the ratio of the initial changes, do not depend on the mass of a studied material but many times more strongly depend on its moisture content. In practice such the moisture meter can simplify measurements and increase their accuracy.

Key words: dielectric moisture meter, sensitivity to moisture, insensitivity to mass.

В состав диэлькометрического влагомера входит датчик влажности диэлектрического материала – воздушный высокодобротный измерительный конденсатор. Между обкладками измерительного конденсатора возбуждается гармоническое электрическое поле с частотой в радиодиапазоне. Значение влажности W материала, помещённого в измерительный конденсатор датчика, определяют по соответствующим образом измеренным значениям полной проводимости Y этого конденсатора либо её реактивной Y_p и активной G_a составляющих, либо приращений составляющих δY_p и δG_a относительно их значений для пустого конденсатора ёмкостью C_0 :

$$Y_{p0} = j\omega C_0; G_{a0} \approx 0,$$

где ω – рабочая частота влагомера [1, 2].

Условие $G_{a0} \approx 0$ предполагает, что добротность пустого конденсатора на частоте ω высокая. Полная проводимость конденсатора с материалом выражается как

$$Y = j\omega [C_{00} + C_{0m}(\varepsilon' - j\varepsilon'')] = j\omega C_0 [1 + \eta(\varepsilon' - 1)] + \eta\omega C_0 \varepsilon'', \quad (1)$$

где C_{0m} , C_{00} – части ёмкости измерительного конденсатора, связанная и не связанная с материалом, соответственно, $C_{0m} + C_{00} = C_0$; $\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon''$ – комплексная диэлектрическая проницаемость материала, ε' , ε'' – действительная и мнимая составляющие; $\eta = C_{0m}/C_0 \leq 1$ – коэффициент заполнения конденсатора материалом.