

ИНЖЕНЕРНОЕ ПРОЕКТИРОВАНИЕ ЯДЕРНО-ФИЗИЧЕСКОЙ АППАРАТУРЫ

УДК 533.5; 621.52

ОБОРУДОВАНИЕ И АППАРАТУРА ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ВАКУУМНЫХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ И ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОГО КОНТРОЛЯ ГЕРМЕТИЧНОСТИ ГАЗОНАПОЛНЕННЫХ РАЗРЯДНИКОВ

© 2022 г. С. А. Бушин^а, *, С. Г. Давыдов^а, В. О. Ревазов^а, Р. Х. Якубов^а

^а *Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова, Москва, 127055 Россия*

**E-mail: vnii4@vnii.ru*

Поступила в редакцию 13.05.2022 г.

После доработки 13.05.2022 г.

Принята к публикации 16.05.2022 г.

Представлены результаты работ по разработке и созданию электрофизического оборудования, предназначенного для углубленного изучения вопросов, касающихся качественного и количественного анализа состава остаточной газовой среды в ЭВП, исследования газов при сорбции/абсорбции, а также контроля герметичности оболочек ЭВП с применением различных методик.

Ключевые слова: вакуумные свойства материалов, газовыделение, манометрический метод, метод редукции давления, диафрагма, масс-спектр, качественный и количественный анализ, контроль герметичности

DOI: 10.56304/S2079562922030083

ВВЕДЕНИЕ

Одним из наиболее актуальных направлений развития электровакуумных приборов (ЭВП) является увеличение сроков их службы. Ключевым фактором, определяющим срок службы ЭВП, является остаточная газовая среда. В процессе жизненного цикла приборов, начиная с изготовления и до эксплуатации, давление и состав газовой среды может изменяться. Эти изменения в первую очередь зависят от свойств применяемых материалов и технологии их обработки.

В рамках научно-исследовательской работы (НИР) была поставлена цель — сформировать научно-технический задел по направлению изучения вакуумных свойств материалов (ВСМ), используемых при создании и выпуске приборов. При этом необходимо было решить актуальную задачу, связанную с разработкой и созданием контрольно-технологической аппаратуры (КТА) (речь идет о создании макета) с сопроводительным методическим материалом для изучения вакуумных свойств и технологии обработки ЭВП. Следует отметить, что реализация поставленной задачи целиком направлена на создание инструментария, с помощью которого после проведения соответствующих научных исследований и оценки полученных результатов, следует, предположительно, рассчитывать на введение усовершенствований и/или уточнений в технологический

процесс производства ЭВП, направленных на повышение их технических характеристик.

ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ И МЕТОДЫ ИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Проведенный анализ показал, что наиболее важным и полезным свойством для получения оценочной информации об особенностях материала, проявляемых в вакууме, следует считать — газовыделение. Под газовыделением следует понимать несколько физических процессов, одновременно протекающих в реальных условиях: 1) десорбцию газа, адсорбированного на поверхности твердых тел, 2) диффузию и десорбцию газа, абсорбированного твердым телом, 3) испарение и сублимацию.

Установлено, что среди существующих методов для решения задач по изучению вакуумных свойств материалов с гарантированной достоверностью получаемых результатов и точностью выполняемых измерений манометрический метод и метод редукции давления являются наиболее предпочтительными для использования [1, 2]. Выбранная методологическая основа оптимально применима для решения различного спектра прикладных задач, в том числе и для оценки газосодержания при абсорбции, и для диффузии при наличии газопроницаемости материалов.

Сущность манометрического метода заключается в том, что для определения потока контролируемого газа или смеси газов путем их накопления в некотором измерительном объеме после прекращения откачки через определенные промежутки времени снимаются показания с вакуумметра и строится график, отражающий зависимость изменения давления во времени в полости, где установлен манометрический датчик. Суммарный поток определяется углом наклона касательной к кривой в ее начальной точке, поток натекания — углом наклона прямолинейного участка той же кривой к оси абсцисс. Взаимное графическое вычитание касательной к кривой и самой кривой, определяемой суммарным потоком, позволяет определить характерную динамику изменения суммарного газовыделения в вакуумной системе.

В отличие от манометрического метода, метод редукции позволяет проводить измерения газового потока в непрерывном режиме, т.е. с постоянно проводимой откачкой. Одним из основных конструктивных элементов при реализации метода редукции является использование калиброванного сопротивления (диафрагмы). При установке диафрагмы на пути движения потока контролируемого газа возникает разность давлений, которая измеряется с помощью манометрических преобразователей, устанавливаемых по обе стороны диафрагмы.

РЕЗУЛЬТАТЫ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАЗРАБОТКИ

В современной практике исследований, связанных с проведением качественного и количественного анализа состава газов, выделяемых из материалов при их термообработке, существует ряд уже известных методико-технических решений. На основе информации об данных аналогах, а также результатов интеллектуальной деятельности, имеющих статус изобретений, после проведенного анализа был сделан вывод о том, что найденные технические решения не обеспечивают в достаточной степени полноту получаемой информации для решения исследовательских задач, связанных с оценкой вакуумных свойств материалов. При этом анализ проводился с учетом специфических особенностей подконтрольных параметров, среди которых — сравнительно малые удельные потоки газовыделений, низкое содержание примесей, низкие давления насыщенных паров при комнатной температуре, малые размеры и др.

В этой связи потребовалась проведение работ в поисках новых идей и технических решений, во главу угла которых была положена концепция двухпоточной измерительной системы, приме-

ненной в конструкции редукционной масс-спектрометрической установки измерения и анализа давления УИД-2 [3].

Основные положительные стороны при использовании редукции давления можно выразить следующими преимуществами. Если поток газа протекает не через одну, а через две последовательно установленные диафрагмы, при этом протекает не постоянный поток (как это предполагается изначально в методе), а изменяемый во времени, а это обеспечивается, если в камере накопления будет заключена лишь порция газа, то при наличии такой установленной пары может быть устранена часть возникающих проблем. Во-первых, устраняется проблема обеспечения рабочего диапазона давлений для датчика газоанализатора (в меньшей степени это относится к широкодиапазонным преобразователям общего давления), во-вторых, обеспечивается снижение эффекта селективности откачки из-за наличия откачных средств разных по своим физическим принципам действия, в-третьих, за счет подбора постоянной времени (частное из проводимостей выходной и входной диафрагмы) можно добиться наиболее эффективного использования образца, т.е. регламентированной длительности откачки исследуемого газа (смеси) из камеры накопления.

Кроме того, если запараллелить две измерительные ветки (двухпоточная схема), в каждой из которых разместить манометрический и масс-спектрометрический преобразователи, используя при этом единую откачную систему, то тем самым можно существенно уменьшить взаимное влияния преобразователей друг на друга и в то же время снизить влияние накальных катодов на исходный состав в камере накопления. Исходя из отмеченного выше, использование метода редукции при контроле газовой порции позволяет решить многие вопросы, касающиеся повышения точности показателей результатов измерений.

На основе разработанной принципиальной вакуумной схемы КТА (рис. 1) и макетной КД (рис. 2а, 2б) изготовлены конструкционные элементы и узлы КТА, произведена его сборка, наладка и запуск, проведены тестовые экспериментальные исследования, разработана инструкция по определению вакуумных свойств материалов.

Основные методические положения инструкции регламентирует операции, предусматривающие подготовку макета и исследуемого объекта, вывод макета на режим измерений, загрузку образца, измерение общего давления, регистрацию, обработку и анализ полученной масс-спектрометрической информации.

Исследовательский процесс в тестовом режиме включает в себя следующие этапы: 1) загрузку образца в камеру накопления, с последующими операциями по ее предварительной, а затем уже и

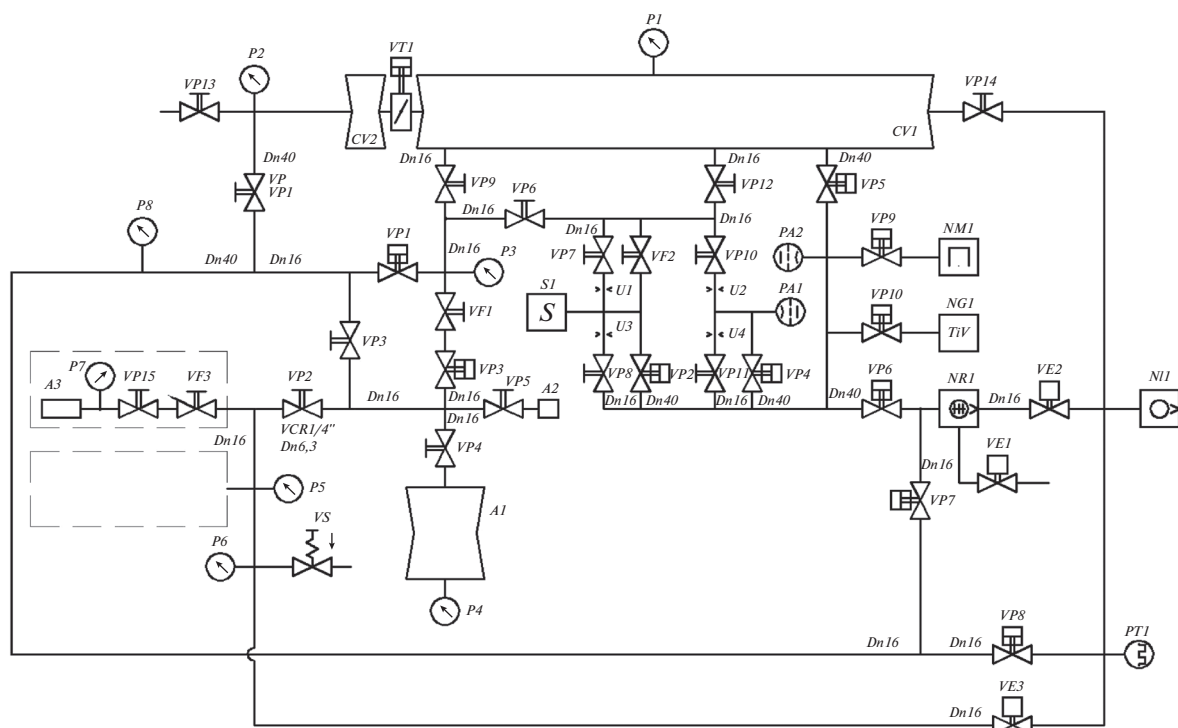


Рис. 1. Принципиальная вакуумная схема макета КТА.

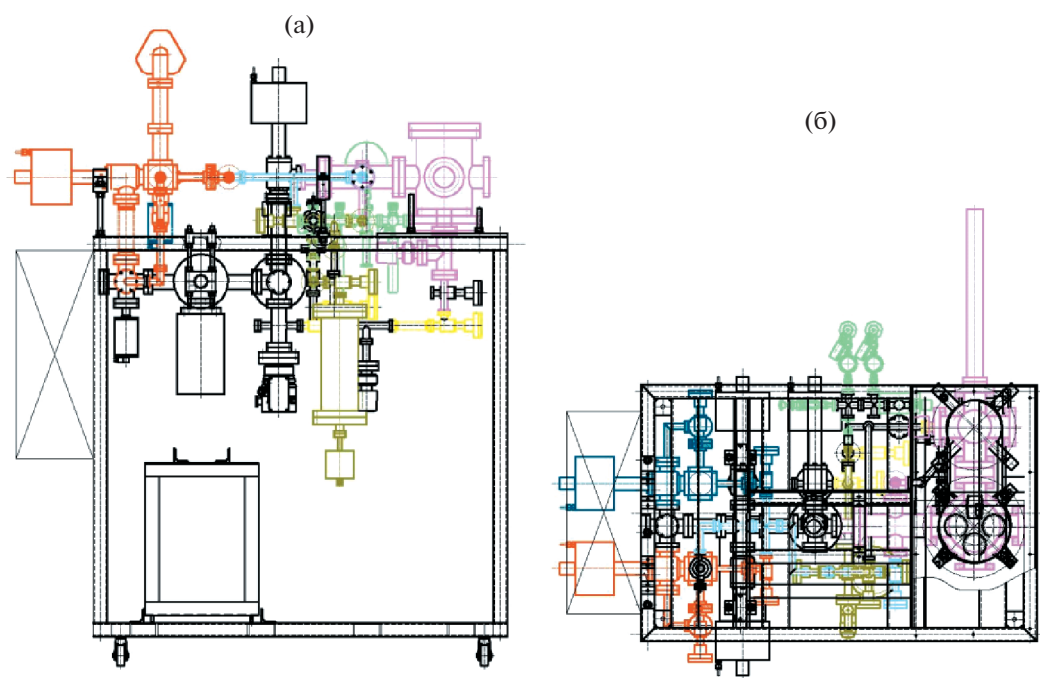


Рис. 2. Общая компоновка макета КТА: (а) вид спереди; (б) вид сверху.

высоковакуумной откачке, 2) прогрев образца до $\sim 200^{\circ}\text{C}$ в течение 10 мин с одновременным накоплением газовыделений, 3) сброс накопленной порции в объем измерения с непрерывной фиксацией

ее массовых характеристик и вакуумметрических данных в автоматическом режиме в течение трех-четырех минут, 4) продолжение нагрева образца с повторным накоплением газовой

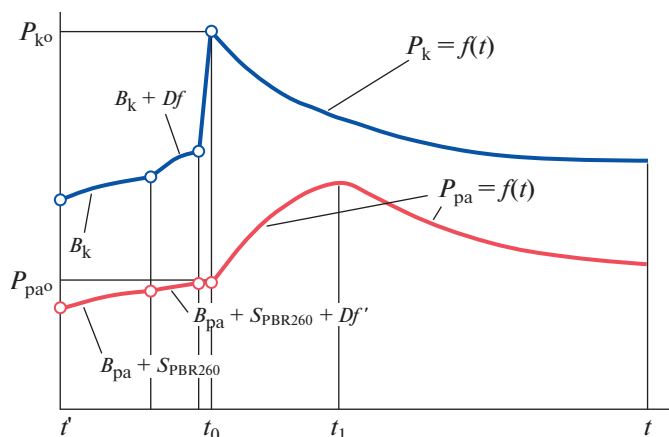


Рис. 3 Теоретическая зависимость изменения общего давления в камерах накопления (P_k) и измерения и анализа газов (P_{pa}).

порции до достижения температуры 400°C с экспозицией в 10 мин, 5) повторный сброс порции на анализ с регистрацией аналитического сигнала масс-анализатора и значений тока с коллектора вакуумметра в течение тех же трех-четырех минут 6) по истечению вышеуказанного промежутка в последующие 10 мин следует продолжение нагрева образца до достижения 600°C с одновременным накоплением порции и ее подачей на газоанализ с временным промежутком трех-четырех минут 7) снятие нагрева и остывание образца до достижения уровня комнатных температурных показателей.

Формирование конечных результатов основывается на обработке первичных данных, что предусматривает: 1) построение графиков, отражающих динамику изменения общего и парциальных давлений (характеристики ионных токов) газов на различных этапах анализа с выделением характерных участков сменяемых физических процессов (см. рис. 3, 4), 2) проведение оценки величин интенсивностей пиков I_i (A) на заданных массовых числах спектра при нагреве образца с занесением их значений в соответствующие таблицы, 3) сравнительный анализ спектров с учетом фоновой составляющей и вычисление прироста ионного тока на заданных массовых числах, 4) вычисление приращения полезного сигнала

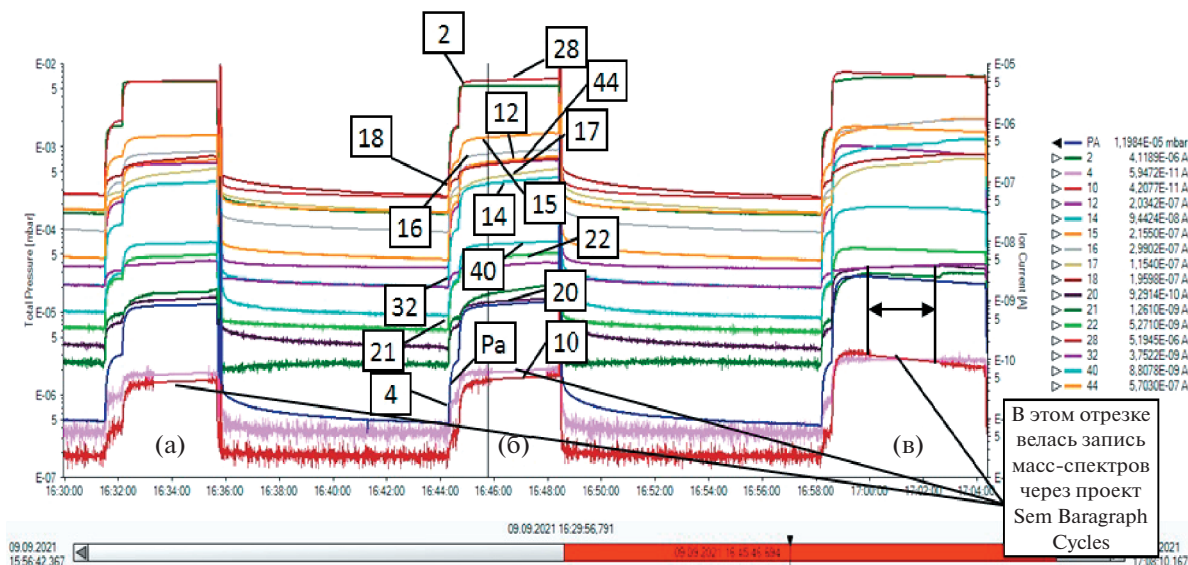


Рис. 4. Суперпозиции изменения ионного тока масс-спектрометра по массовым числам 2, 4, 10, 12, 14, 15, 16, 17, 18, 20, 21, 22, 28, 32, 40, 44 с характеристикой общего давления P_A при прогреве образца из АМц 2.0 с температурными уровнями: 200°C (а), 400°C (б) и 600°C (в) соответственно.

Таблица 1

Материал	Температура, °С	H ₂ , %	H ₂ O, %	CO, %	CO ₂ , %
АМц 2.0	200	0	0	100	0
	400	18.7	0	81.3	0
	600	38.3	61.7	0	0
ВК94-1	250	0	0	86.0	14.0
	450	100	0	0	0
	600	100	0	0	0

при оценке зависимостей общего давления, 5) проведение численного расчета величин общего и парциальных давлений газа в объеме камеры накопления с образцом на основе математических зависимостей (уравнений измерений).

На рис. 3 проиллюстрированы типовые зависимости изменения давления в объемах камеры накопления и камеры измерения и анализа, с характерными участками, отражающими следующие процессы:

1) повышение парциальных давлений фоновых газов после перекрытия откачки камеры накопления: участок — B_k и участок — $B_{pa} + S_{PBR260}$, где B_k , B_{pa} — интегрированный сорбционно-десорбционный потоки в камере накопления и измерения соответственно; S_{PBR260} — откачивающее действие ионизационного преобразователя.

2) появление дополнительных фоновых газов Df и Df' в результате перемещения механизма штока перекрывающего клапана: участок — $B_k + Df$ и участок — $B_{pa} + S_{PBR260} + Df'$;

3) появление дополнительных фоновых газов Df и Df' в результате сброса порции при нагреве материала образца: участки, следующие за — $B_k + Df$ и — $B_{pa} + S_{PBR260} + Df'$.

Согласно методики измерений, на основе расчетных значений о приращении общего давления в камере накопления, определялся итоговый результат косвенных измерений — количество выделившегося газа и скорость удельного газовойделения исследуемого образца при соответствующих режимах его нагрева.

Для проведения исследований была выполнена модернизация одного из лабораторных вакуумных стендов, являющегося аналогом макета КТА, и проведены работы по созданию комплекса мер для эффективного использования стенда посредством введения элементов автоматики. В этих целях было разработано программное обеспечение (ПО) с применением интерактивно-

го и автоматического (при запуске стенда) режимов для обеспечения управления вакуумной коммутацией с использованием пневматического шкафа системы подготовки сжатого воздуха. Модернизация установки позволила в реальном времени оперативно осуществлять регистрацию быстропротекающих процессов изменения давления в вакуумной системе с протоколированием и последующей записью на магнитный (оптический) носитель информации. Предварительно были проведены работы по градуировке манометрического и масс-спектрометрического преобразователей, выполнена тарировка диафрагм, а также измерены величины вместимостей объемов измерительной системы стенда и камеры накопления для проведения исследований [4].

В качестве примера на рис. 4а, 4б, 4в приведены результаты изменения ионного тока масс-спектрометра по заданным массовым числам с характеристикой измерения общего давления ΔP при оценке порции газа и скорости удельного газовойделения Q_i при нагреве до температуры 200С, 400, 600°С образца из АМц, предварительно подвергнутого химической полировке.

В табл. 1 представлены результаты идентификации (объемные доли газов) порций газовойделения, полученных при нагреве АМц 2.0 — диска толщиной 2.0 мм, где в качестве примера также представлены и результаты газоанализа образца диска из керамики марки ВК94-1 без технологической обработки, толщиной 2 мм, при температурах 250, 450, 600°С. Установлено, что одними из доминирующих газовых компонентов, являются водород, пары воды, окись и двуокись углерода.

Также установлено, что в составе контролируемых смесей имеются незначительные следы воздушной среды (<1%): азот, кислород, аргон.

На рис. 5 для образца АМц 2.0 представлены результаты измерений приращения общего давления с серией замеров из трех созданных порций

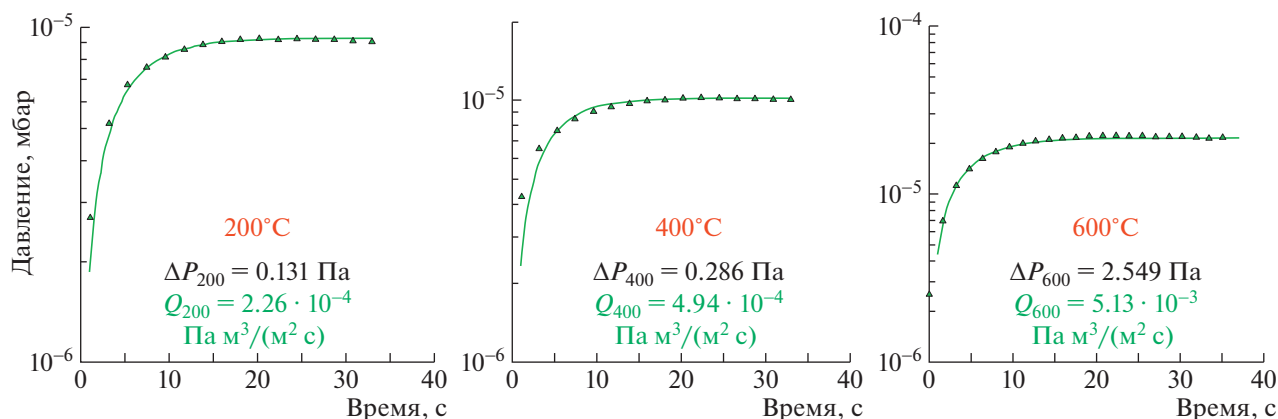


Рис. 5. Результаты измерения общего давления ΔP в порции газа и скорости удельного газовыделения Q_i при нагреве образца из АМц 2.0 до температуры: 200, 400, 600°C.

с экспозицией в 10 мин и температурами нагрева 200, 400, 600°C, а также с учетом геометрии образца представлены расчетные значения скоростей удельного газовыделения, значения которых составили $2.26 \cdot 10^{-4}$ / $4.94 \cdot 10^{-4}$ / $5.13 \cdot 10^{-3}$ Па $\cdot$ м³/(м² $\cdot$ с) соответственно.

РАЗРАБОТКА И ПРИМЕНЕНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОГО КОНТРОЛЯ ГЕРМЕТИЧНОСТИ ГАЗОНАПОЛНЕННЫХ РАЗРЯДНИКОВ

Герметичность оболочек приборов электровакуумного производства является одним из важнейших условий, определяющих их работоспособность. Контроль герметичности сопряжен с проверкой соответствия выявляемой экспериментально степени негерметичности и устанавливаемой в КД нормой по данному показателю.

Для обеспечения современных требований по сроку хранения, рассчитанных на долгосрочную перспективу, у приборов, относящихся к газонаполненным миниатюрным разрядникам со штенгельной конструкцией, по техническим требованиям показатель степени негерметичности должен соответствовать норме на уровне $1.2 \cdot 10^{-13}$ Па м³/с (по воздуху). В полости приборов данного типа в качестве рабочего газа для заполнения используется инертный газ—неон, величина парциального давления которого близка к значению барометрического давления.

Существующая технология контроля герметичности газонаполненных разрядников включает в себя два этапа — это проведение испытаний оболочки разрядника на гелиевом течеискателе, а по окончании термообработки и заполнения рабочим газом после пережатия штенгеля — проверкой герметичности ответной части штенгеля. Ка-

чество пластичной сварки обеспечивается технологическим заделом. С этой целью периодически производится контроль инструмента пережатия и качество сварного шва на основе металлографического метода путем изготовления шлифов и исследования структуры материала в зоне контакта.

Тем не менее, такой подход не обеспечивает гарантированного отсутствия течи по месту пережатия. В результате последующих технологических воздействий на прибор может произойти как разгерметизация оболочки прибора, так и образование течи по шву, образованному пластичной сваркой.

В связи с этим возникла необходимость в практической реализации 100%-ного финишного контроля герметичности с чувствительностью, не превышающей значения заданной нормы с тем, чтобы обеспечить выполнение одного из основных принципов течеискания — проведение контроля герметичности после завершения всего цикла обработки прибора, включая термовакуумную обработку, а также всех операций, связанных с его герметизацией.

В этих целях на основе положительных результатов предварительно проведенной НИР, был разработан и создан промышленный образец вакуумного технологического оборудования (см. рис. 6), называемой установкой финишного контроля герметичности (УФКГ) [5–7].

Следует отметить, что разработанный образец, не имеет отечественных и зарубежных ближайших аналогов по следующим особенностям:

— наличие прогреваемых цельнометаллических сверхвысоковакуумных управляемых клапанов позволяет реализовать не только возможность управления процессом контроля герметичности, но и создает условия для достижения минимальных фоновых потоков, что способствует



Рис. 6. Общий вид промышленного образца установки УФКГ.

обеспечению высокого показателя чувствительности измерительной системы установки — не более $5.0 \cdot 10^{-14}$ Па м³/с;

— погрешность измерения потока утечки газа из контролируемого прибора не превышает 7.8% [8], благодаря использованию в целях калибровки измерительной системы эталонных средств в перекрывающем приблизительно в семь десятичных порядков диапазоне — от $5.0 \cdot 10^{-5}$ до 1 Па и от 1 до 133.3 Па с погрешностями измерений не более $\pm (5-10)\%$ и $\pm 2\%$ соответственно для каждого диапазона;

— оптимальный выбор исполнительных механизмов и контрольно-измерительной аппаратуры установки, обеспечивает автоматизацию всего цикла финишного контроля герметичности изделий.

При разработке опытного образца кроме задач, касающихся непосредственного изготовления, решались задачи, связанные выпуском КД, разработкой ПО и программной документации, разработкой эксплуатационной документации, включая методику финишного контроля герметичности, расчетом погрешностей контролируемой степени негерметичности, а также задачи по экспериментальной отработке методики контроля герметичности.

В основу методики контроля герметичности положен масс-спектрометрический метод с использованием способа накопления. Его содержание аналогично действиям, производимым при контроле скорости газовой выделений: контролируемое изделие, размещаемое в объеме (камере накопления) сначала откачивают, после чего откачку прекращают, и через заданный интервал времени накопленную порцию рабочего газа (неон), истекающего из исследуемого объекта (при наличии течи), перепускают в изолированный от откачки объем с подсоединенным датчиком масс-спектрометра. Далее регистрирующей системой анализатора производится обнаружение контролируемого газа, его фиксация (рис. 7а) и количественный анализ: в зависимости от парциального давления неона определяется степень негерметичности контролируемого прибора (рис. 7б).

Наиболее благоприятными условиями представления образцов для проведения контроля, с точки зрения продолжительности предварительной откачки последних перед выходом установки на режим измерений, является отсутствие следов загрязнений органического происхождения на внешней поверхности объекта исследования, например, обложка компаунда (эпоксидной смолы).

Для контроля герметичности могут быть использованы любые другие приборы аналогичные

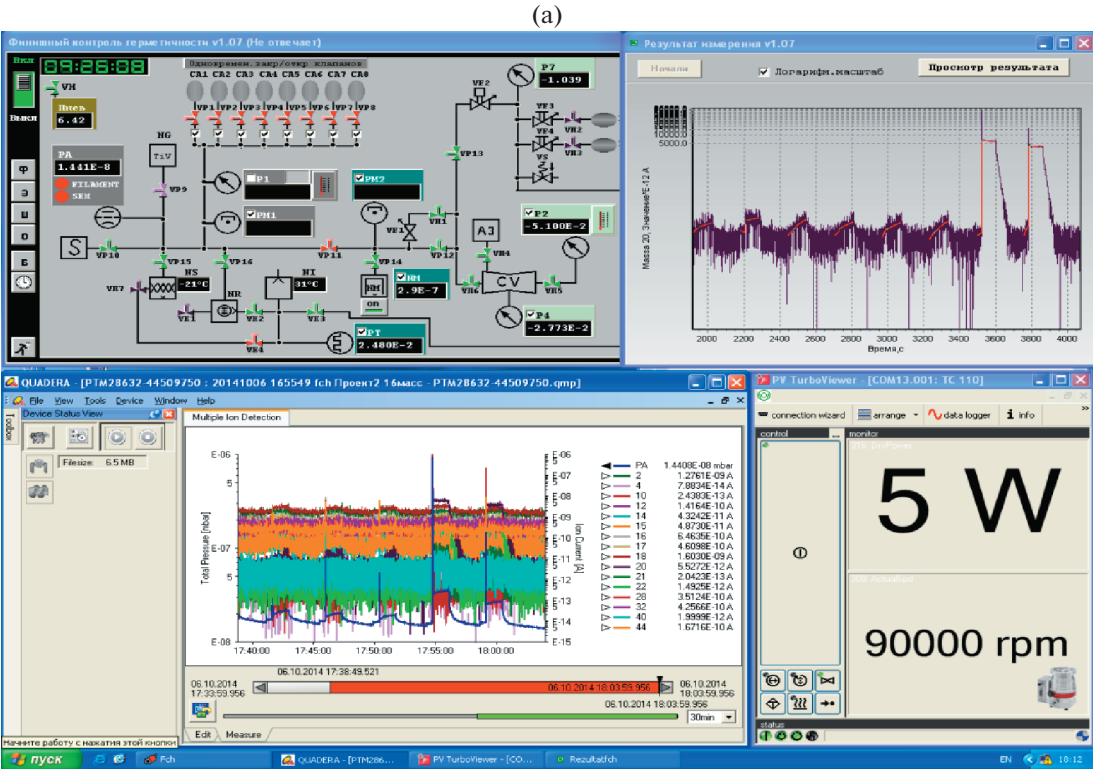


График массы 20(VP8)Режим измерения поштучный
 $\Delta I_0=1.716E-13$ A, $\Delta I_1=3.875E-9$ A
 $Q=5.684E-11$ Па*м³/с
Масса28(и/ф)=1.1;Масса32(и/ф)=1.1;Масса40(и/ф)=1.0
I10/I20=0.008% (1.4725%-1.6275%)
I21/I20=0.188% (0.306%-0.374%),I22/I20=9.980% (9.894%-10.506%)
Вывод:Объект НЕГЕРМЕТИЧЕН !!!
 $Q/(1.44E-13)=394.715$

Рис. 7. Скриншот с экрана монитора программной реализации процесса фиксирования регистрирующей системой анализатора динамики изменения контролируемого газа (а) с результатами количественного анализа зависимости степени негерметичности контролируемого прибора от парциального давления неона (б).

и сходные по своим основным параметрам — геометрическим размерам, рабочему газу, материалам оболочки.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, разрабатываемое во ФГУП ВНИИА электрофизическое оборудование спо-

собствует решению поставленных задач, направленных на углубленное изучение физических процессов, протекающих в ЭВП при их изготовлении, работе и хранении, что в свою очередь является залогом для дальнейшего совершенствования и повышения надежности производимой в институте продукции.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ/REFERENCES

1. *Kuz'min V.V.* // Physics and Technology of Ultrahigh Vacuum. Collection of Articles. 1968. P. 177.
2. *Eryuhin A.V., Kuz'min V.V.* // Izmerit. Tekh. 1970. No. 5. P. 41 (in Russian).
3. *Bushin S.A., Papko V.M.* // Vakuum. Tekh. Tekhnol. 1997. V. 7 (3). P. 18 (in Russian).
4. *Kuz'min V.V.* Calibration and Verification of Vacuum Meters. 1987. Moscow: Izdatel'stvo standartov. P. 136. (in Russian).
5. RF Patent No. 101072. No. 2015502993. 2016 (in Russian).
6. *Bushin S.A.* // Vakuum. Tekh. Tekhnol. 2012. V. 22. No. 2. P. 98 (in Russian).
7. *Bushin S.A., Kozlovskaya T.I.* // Proc. 15th Asia-Pacific Conference on Non-Destructive Testing (APCNDT2017), 13–17 Nov. 2017, Singapore. http://www.ndt.net/events/APCNDT2017/app/content/Paper/31_Bushin_Rev4.
8. *Bushin S.A. et al.* // Proc. 19th Conf. Vacuum Science and Engineering. Sudak, 2012. P. 74.

Equipment and Apparatus for Studying the Vacuum Properties of Materials and Highly Sensitive Control of the Leak Detection of Gas Filled Spark Gaps

S. A. Bushin¹*, S. G. Davydov¹, V. O. Revazov¹, and R. Kh. Yakubov¹

¹*Dukhov Automatics Research Institute (VNIIA), Moscow, 127055 Russia*

**e-mail: vniia4@vniia.ru*

Received May 13, 2022; revised May 13, 2022; accepted May 16, 2022

Abstract—The results of work on the development and creation of electrophysical equipment designed for in-depth study of issues related to the qualitative and quantitative composition of the residual gaseous medium in the electrovacuum devices, the study of gases during sorption/absorption, as well as the control of the tightness of the electrovacuum devices shells using various methods are presented.

Keywords: vacuum properties of materials, gas release, manometric method, method pressure reduction, aperture, mass spectrum, qualitative and quantitative analysis, leak detection