

А. В. Гаврилов, С. И. Саликеев, А. В. Бурмистров,
И. Ш. Гимадиев, А. Н. Свидетелев

СТЕНД ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МАСС-СПЕКТРА ОСТАТОЧНОГО ГАЗА БЕЗМАСЛЯНЫХ ВАКУУМНЫХ НАСОСОВ И АГРЕГАТОВ

Ключевые слова: масс-спектрометр, безмасляный вакуум, остаточный газ, вакуумный насос, экспериментальные исследования, состав газа, вакуумная система, спиральный насос.

В статье изложено описание масс-спектрометрической установки на базе квадрупольного масс-спектрометра для исследования масс-спектра остаточного газа спиральных вакуумных насосов, а также методика проведения эксперимента.

Keywords: mass-spectrometer, oil-free vacuum, tail gas, a vacuum pump, the experimental studies, the composition of the gas, the vacuum system, scroll pump.

The article describes the description of mass-spectrometry facility based on a quadrupole mass-spectrometer for the study of the mass-spectrum of the tail gas from scroll vacuum pumps, as well as the experimental technique.

Введение

Все более жесткие требования, предъявляемые к чистоте вакуума при проведении процессов в нанотехнологиях, микроэлектронике, медицине, фармацевтике и термоядерной энергетике предполагают повсеместный переход на комплектование технологических установок средствами безмасляной откачки.

Высокий и сверхвысокий безмасляный вакуум успешно достигается турбомолекулярными, криогенными и электрофизическими насосами. Наиболее распространенными средствами получения «сухого» среднего вакуума являются поршневые, мембранные, винтовые, спиральные, осевые, центробежные, пластинчатые, двухроторные типа Рутс, кулачково-зубчатые [1, 2].

При выборе типа безмасляного насоса очень важна информация о составе остаточного газа, обеспечиваемого конкретным средством откачки. Это особенно актуально, учитывая, что при соизмеримой скорости действия стоимость получения безмасляного вакуума от 3-х до 10 раз выше, чем вакуума, обеспечиваемого с помощью вакуумных насосов с масляным уплотнением [3].

Данные о масс-спектре остаточного газа и его изменении в процессе откачки обязательны при проведении многих перспективных приложений нанотехнологий, например, при нанесении наноструктурированных покрытий в вакууме, включая ионно-плазменные, дуговые и электронно-лучевые методы.

Приборы, предназначенные для определения состава газа называют масс-спектрометрами. В основе принципа действия масс-спектрометров лежит измерение «ионного» тока, вызванного ионами остаточного газа в зависимости от соотношения его массы к заряду. Для этого используются законы движения заряженных частиц материи в магнитном и/или электрическом поле. Если заряд известен, то однозначно определяется масса иона, а значит масса нейтрального атома и его ядра.

Особенно широкое применение масс-спектрометрия находит в анализе органических ве-

ществ, поскольку при измерениях обеспечивается уверенная идентификация как относительно простых, так и сложных молекул. Единственное общее требование - чтобы молекула поддавалась ионизации. Поэтому к настоящему времени придумано столько способов ионизации компонентов пробы, что масс-спектрометрию можно считать практически универсальным методом.

Описание экспериментального стенда

Для исследования масс-спектра остаточного газа вакуумных насосов различного типа в лаборатории безмасляных вакуумных насосов [4] на кафедре «Вакуумная техника электрофизических установок» КНИТУ был создан экспериментальный стенд, включающий:

- вакуумную камеру с испытуемым насосом;
- средства измерения давления (вакуумметры);
- масс-спектрометрическую установку на базе квадрупольного масс-спектрометра Microvision;
- вакуумную запорную арматуру и трубопроводы для соединения элементов стенда - рисунки 1 и 2, таблица 1.

Квадрупольный масс-спектрометр Microvision 2 производства компании MKS Instruments [5], используемый в экспериментальном стенде, разработан специально для удовлетворения всех традиционных требований, предъявляемых к масс-спектрометрам, но с возможностью регистрации данных на скоростях, недоступных ранее технологиям предыдущих поколений, что особенно важно для таких быстропротекающих в условиях вакуума процессов, как газоразделение.

Скорость регистрации данных составляет менее 3 мс на одну точку (для аналогового сканирования), разрешающая способность - до 300 а.е.м., динамический диапазон составляет 9-12 порядков. Например, динамический диапазон в 10 порядков означает, что примесь в пробе будет видна даже тогда, когда она составляет 10 миллиграмм на 10 тонн.



Рис. 1 – Экспериментальный стенд для исследования масс-спектра остаточного газа

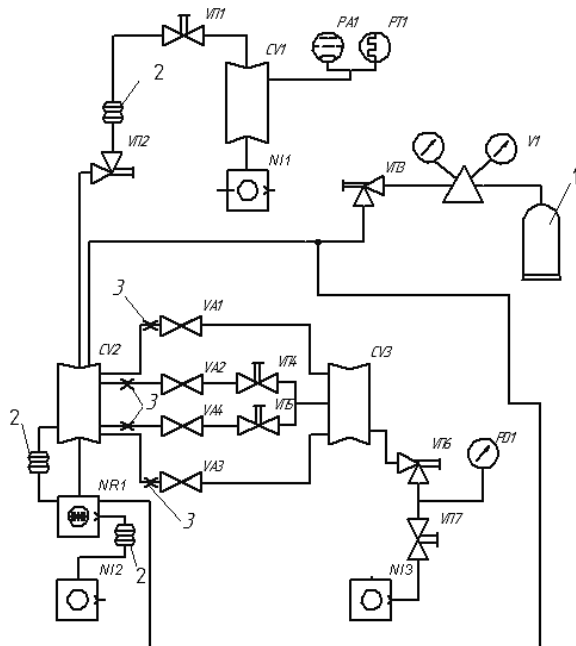


Рис. 2 – Вакуумная схема экспериментального стенда: 1 – баллон с азотом; 2 – сильфон; 3 – диафрагма

Программное обеспечение реализуется с помощью цифровых или аналоговых каналов передачи. Масс-спектрометр обладает простым интуитивно понятным интерфейсом, возможностью интеграции с существующими системами учета данных, созданием библиотеки данных спектров.

Компактные размеры и модульное исполнение позволяет максимально адаптировать систему под конкретные задачи анализа состава остаточного газа, в том числе для измерения парциальных давлений газов в вакуумной системе после откачки безмасляными насосами.

Измерения, проводимые методом скользящих средних значений, автоматический поиск диапазона измерения и положения пика с шагом 1 а.е.м., значительно упрощают обработку данных.

В настоящее время квадрупольный масс-спектрометр является наиболее универсальным ана-

лизатором остаточного газа, успешно конкурирующим с анализаторами магнитного типа.

Таблица 1 – Перечень элементов стенда

Буквенное обозначение	Наименование элемента	Примечание
CV1	Измерительная камера	V=1,3 л
NI1	Исследуемый насос	
CV2	Устройство анализа газовой среды, химически стойкая версия VISION-2000C 300 а.е.м. с форвакуумным насосом	MV2C-4VP-3
NI2	Мембранный насос	MV0.5CM VARIO-SP
NI3	Компрессор	Clik
CV3	Приемник ионов	
NR1	Турбомолекулярный насос	
VP1	Клапан с ручным приводом	BP12-63
VP2	Клапан угловой с ручным приводом	XLH-25
VP3 ÷ VP7	Клапан с ручным приводом	
VA1 ÷ VA3	Клапан с дистанционным управлением	
V1	Редуктор	E1DA
PA1	Вакуумметр ионизационный	
PT1	Вакуумметр тепловой	ПДТО-1
PD1	Манометрический преобразователь	

Методика проведения эксперимента

Измерение масс-спектра испытуемого насоса NI1 проводят в следующем порядке:

- измерительная камера CV1 откачивается до предельного остаточного давления;

- используя редуктор V1 из баллона 1 при давлении порядка 2-3 атм в вакуумную систему масс-спектрометра подается сухой чистый азот, имеющий чистоту 99,9999 %;

- для создания давления, управляющего клапанами с пневмоприводом VA1÷VA3, в пневмосети компрессором NI3 с клапаном VP7 создается давление воздуха порядка 4-6 атм;

- для откачки масс-спектрометрической установки используется низковакуумный мембранный вакуумный насос NI2 и высоковакуумный турбомолекулярный насос NR1;

- после откачки камер CV1 и CV2 насосом NR1 запускается программа на персональном компьютере. Индикатор масс-спектрометрической установки «LoVAC» означает, что в системе низкий вакуум, то есть давление меньше, чем 100 мбар, если же он не горит, то давление больше, чем 100 мбар. Если давление ниже, чем $5 \cdot 10^{-2}$ мбар, то загорается индикатор «HiVAC»;

- для измерения состава остаточного газа в камере CV1 необходимо открыть угловой клапан VP2. При установке в программе автоматического режима сканируется та среда, которая находится в масс-спектрометре.

Завершение работы экспериментального стенда осуществляется после закрытия углового клапана VP2, то есть отсечения объема CV1. При этом горит индикатор «TURBOREADY». Выключение этого индикатора означает, что турбомолекулярный насос снизил свою скорость до значения, при котором можно выключить всю установку. Затем необходимо закрыть клапан компрессора VP7, закрыть подачу азота. Когда погаснет «TURBOREADY» можно выключать питание.

Экспериментальная часть

По приведенной методике были проведены измерения масс-спектров остаточного газа безмасляных спиральных вакуумных насосов фирм «Anest Iwata» [6] и «Busch» [7].

В качестве примера на рисунке 3 представлены результаты измерений для насоса Anest Iwata.

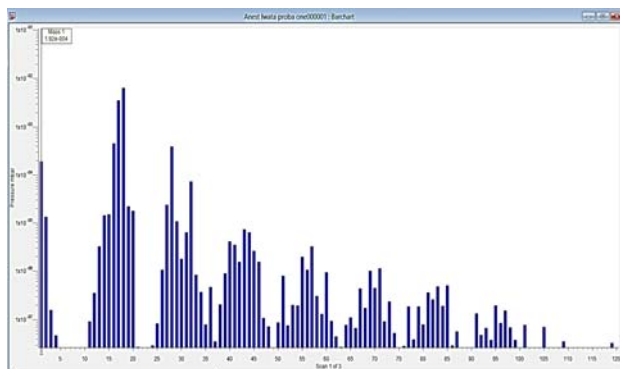


Рис. 3 – Масс-спектр, полученный при откачке камеры насосом Anest Iwata (Япония)

Следует отметить, что безмасляным принято считать вакуум, в котором отсутствуют молекулы с массовыми числами более 44.

Проанализировав масс-спектр с диапазоном анализируемых масс от 1 до 100 (рис.3) было обнаружено, что максимальные пики приходятся на такие массовые числа, как 2 (водород), 17, 18 (водяной

пар), 28 (азот), 32 (кислород), 40 (аргон), 44 (углекислый газ).

Статья подготовлена в ФГБОУ ВПО «КНИТУ» при финансовой поддержке проекта «Создание высокотехнологичного производства безмасляных спиральных вакуумных насосов для индустрии наносистем и наноматериалов» открытого публичного конкурса по отбору организаций на право получения субсидий на реализацию комплексных проектов по созданию высокотехнологичного производства согласно постановления Правительства Российской Федерации от 9 апреля 2010 года N 218 «О мерах государственной поддержки развития кооперации российских высших учебных заведений и организаций, реализующих комплексные проекты по созданию высокотехнологичного производства».

Литература

1. Duval, P. Will tomorrows high-vacuum pumps be universal or highly specialized? / P. Duval // Journal of Vacuum Science and Technology. – 1987. – V. 5, A5. – P. 2546-2551.
2. Современное состояние рынка безмасляных форвакуумных средств откачки / И. В. Ануфриева, Ю. К. Васильев, В. Н. Кеменов, С. Б. Нестеров, Т. С. Строгова // Вакуумная техника и технология. – 2003. - Т.13, № 2. - С. 93-99.
3. Бурмистров, А.В. Некоторые аспекты выбора безмасляных насосов среднего вакуума / А.В. Бурмистров, С.И. Саликеев, А.А. Райков // Вестник Казанского технологического университета. - 2013, Т.16. – № 10. - С.220-223.
4. Бурмистров А.В. Стенд исследовательских испытаний безмасляных спиральных вакуумных насосов / А.В. Бурмистров, А.А. Райков, С.И. Саликеев, А.В. Гаврилов, В.П. Матвеев // Вестник Казанского технологического университета. – 2013, Т.16. - № 14 С. 174-177.
5. Microvision 2 Residual Gas Analyzer (RGA). – Режим доступа: <http://www.mksinst.com/product/product.aspx?ProductID=184/>, свободный
6. Dry Scroll Vacuum Pumps [Электронный ресурс] / AnestIwata. - USA.: Anest Iwata,2013.- Режим доступа: <http://anestiwata.com/product-category/vacuum-pumps/>, свободный.
7. Busch: Info.Fossa– Spiral vacuum pump [Электронный-ресурс] / BuschGmbH.-Germany.:BuschGmbH,2013. – Режим доступа: <http://www.busch.de/en/products/product-portfolio/fossa/info/>, свободный.

© **А. В. Гаврилов** – к.т.н., доцент каф. вакуумной техники электрофизических установок КНИТУ, vacuum-ag@yandex.ru; **С. И. Саликеев** - к.т.н., доцент той же кафедры, salikeev_s@mail.ru; **А. В. Бурмистров** – д.т.н., проф. той же кафедры, burm@kstu.ru; **И. Ш. Гимадиев** – студ. КНИТУ; **А. Н. Свидетелев** – студ. КНИТУ.

© **А. V. Gavrilo** – PhD in Technical Science, Associate Professor of Department of Vacuum Technology KNRTU, vacuum-ag@yandex.ru; **S.I. Salikeev** – PhD in Technical Science, Associate Professor of Department of Vacuum Technology KNRTU, salikeev_s@mail.ru; **A. V. Burmistrov** – PhD in Technical Science, Professor of Department of Vacuum Technology KNRTU, burm@kstu.ru; **I. Sh. Gimadiev** – stud. KNRTU; **A. N. Svidetelev** – stud. KNRTU.