

Vakuová technika technologie

Vítězslav Otruba

Vakuová technika

- ▶ **Důvody práce v ultravysokém vakuu:**
 - ▶ Je třeba omezit počet srážek elektronů s částicemi zbytkových plynů. Dostačuje 10^{-4} Pa (střední volná dráha desítky metrů)
 - ▶ Omezení sorpce plynů na povrchu pevných vzorků:
 - ▶ Kinetická teorie plynů – počet molekul dopadajících na povrch vzorku z plynné fáze $n=0,71 \cdot p \cdot N_{av} t (\pi \cdot R \cdot T \cdot M)^{-1/2}$
 - ▶ Za předpokladu 100% sorpce platí za laboratorní teploty a vzduch: $t_{mono} \sim 10^{-4}/p$ [s;Pa]
 - ▶ Při tlaku 10^{-7} Pa se pokryje vzorek monomolekulární vrstvou přibližně za 1000 s.



Dosažení ultravysokého vakua

- ▶ Klasické rotační a difusní vývěvy s oleji s malou tenzí par (např. polyfenylenether)
- ▶ Iontové vývěvy čerpají plyn po jeho ionizaci Townsendovým nebo vf výbojem, příp. svazkem elektronů. Ionty jsou čerpány elektrickým polem k předvakuu.
 - ▶ Pro zvýšení účinnosti ionizace elektrony jsou molekuly (atomy) ionizovány na kruhových drahách (orbitronová vývěva)
 - ▶ Jsou chemisorbovány na aktivním povrchu kovu (Ti) připraveném sublimací nebo katodovým naprašováním (iontově sorpční nebo getrovací vývěvy)
- ▶ Kryogenní a turbomolekulární vývěvy

Měření tlaku plynu při ultravysokém vakuu

- ▶ Ionizace zbytkových plynů svazkem elektronů a měření proudu vzniklých iontů (systém Bayard – Alpert) do 10^{-9} Pa
- ▶ Kvadrupólový hmotnostní spektrometr pro tlaky do 10^{-12} Pa



Přehled témat

▶ **I. Vakuová technika**

- ▶ 1. Úvod
- ▶ 2. Proudění plynů, sorpce a desorpce
- ▶ 3. Metody získávání vysokého vakua
- ▶ 4. Ultravakuová technika
- ▶ 5. Měření nízkých tlaků

▶ **II. Speciální technologie**

- ▶ 1. Svařování elektronovým svazkem
- ▶ 2. Pájení ve vakuu

Úvod, jednotky, obor tlaků, význam vakua

- ▶ **Vakuum** - prostředí obsahující plyny nebo páry o tlaku nižším než je tlak atmosférický. V ČR je jednotkou tlaku

	Pa	Torr (mm Hg)	mbar
Pa	1	$7,5 \times 10^{-3}$	1×10^{-2}
Torr (mm Hg)	$1,33 \times 10^{-2}$	1	1,33
mbar	100	0,75	1

Atmosférický tlak = 760 mmHg = 101 kPa $\approx 10^5$ Pa

Výška	0	10^5 Pa
	200 km	10^{-4} Pa
	600 km	10^{-7} Pa

V kosmickém prostoru 10^{-13} až 10^{-14} Pa

Obory tlaků

- ▶ **Nízké vakuum** $10^5 \text{ Pa} \div 10^{-1} \text{ Pa}$ - sušení, impregnace, vakuová metalurgie
- ▶ **Vysoké vakuum** $10^{-2} \text{ Pa} \div 10^{-6} \text{ Pa}$ - elektronky, elektronové mikroskopy, urychlovače
- ▶ **Ultravakuum (UHV)** $10^{-7} \text{ Pa} \div 10^{-10} \text{ Pa}$ - výzkum povrchů
- ▶ **Extravysoké (XHV)** $< 10^{-10} \text{ Pa}$ - nanotechnologie

Stupně vakua

Pásmo	Tlak v hPa (mbar)	Počet molekul na cm ³	střední volná dráha částice
Atmosférický tlak	1013,25	$2,7 \cdot 10^{19}$	68 nm
Hrubé vakuum	300...1	$10^{19} \dots 10^{16}$	0,1...100 μm
Jemné vakuum	$1 \dots 10^{-3}$	$10^{16} \dots 10^{13}$	0,1...100 mm
Vysoké vakuum (HV)	$10^{-3} \dots 10^{-7}$	$10^{13} \dots 10^9$	100 mm...1 km
Ultravysoké vakuum (UHV)	$10^{-7} \dots 10^{-12}$	$10^9 \dots 10^4$	$1 \dots 10^5$ km
Extrémně vysoké vakuum (XHV)	$< 10^{-12}$	$< 10^4$	$> 10^5$ km

Ultravysoké a extrémní vakuum je zajímavé především pro velmi dlouhé volné dráhy částic a používá se proto v urychlovačích částic, v termojaderných zařízeních a podobně. Vytváří se několikastupňovými vývěvami a vyžaduje speciální materiály a technologie. Vyskytuje se ve vesmírném prostoru za hranicemi zemské atmosféry. Průměrná hustota vakua mezihvězdného prostoru se odhaduje na 1 atom (v drtivé většině vodíku) na 1 m³.

Význam vakua

- ▶ Umožňuje částicím nebo tělesům volný pohyb v prostoru bez srážek s molekulami nebo atomy plynu
(při 10^{-4} Pa je střední volná dráha molekul 50 m)
- ▶ 2. Uchování čistého povrchu
(při 10^{-4} Pa se vytvoří monomolekulární vrstva za 1 s)

Střední volná dráha molekul

je střední hodnota dráhy l , kterou molekula urazí mezi dvěma po sobě následujícími srážkami

$$l = 1/(\sqrt{2} p d^2 N)$$

d je srážkový průměr molekuly

N je počet molekul v jednotce objemu

molekuly N_2 :

$$(d = 3,78 \times 10^{-10} \text{ m})$$

Tlak (Pa)	Střední volná dráha (m)
101325	$5,86 \times 10^{-8}$
133	$4,45 \times 10^{-5}$
10^{-1}	$5,94 \times 10^{-2}$
10^{-3}	$5,94 \times 10^0$
10^{-4}	$5,94 \times 10^1$
10^{-8}	$5,94 \times 10^5$

Proudění plynu

Reynoldsovo číslo: $R_e = vd\rho/\eta$

v ... rychlost proudění plynu

d ... Prumer trubice

ρ ... Hustota plynu

η ... Koeficient viskozity plynu

Viskózní	Turbulentní	$R_e > 2100$
	Laminární	$R_e < 2100$
Molekulárně-viskózní		$1 < d/l < 110$
Molekulární		$d/l < 1$

Doba čerpání

Viskózní režim proudění: $t = \frac{V}{C} \frac{p_1}{p_2} \quad (p_1 \gg p_2 \quad \text{a} \quad S \gg C)$

V ... objem cerpaného prostoru (m^3)

C ... vodivost vakuového systému (m^3s^{-1})

S ... cerpací rychlost vývevy (m^3s^{-1})

p_1 ... počáteční tlak

p_2 ... koncový tlak

Molekulární režim proudění: $t = \frac{V}{S} \frac{p_1 - p_0}{p_2 - p_0} \quad (C > S)$

p_0 ... min. dosažitelný tlak (netesnosti, desorpce, tenze par pracovních materiálu, permeace)

Příklad: vakuová komora $V = 5$ litru ($5 \times 10^{-3} \text{ m}^3$), cerpací rychlost vývevy 50 ls^{-1} ($0.05 \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$),

$p_1 = 10 \text{ Pa}$, $p_2 = 10^{-5} \text{ Pa}$, $p_0 = 0$. Pak $t = 1.38 \text{ s}$

pokud $p_0 = 9 \times 10^{-6}$, $t = 1.61 \text{ s}$

Situace se však dramaticky změní pokud je $p_0 > p_2$ nebo $C \ll S$

Sorpce a desorpce

- ▶ **V objemu** - molekuly se mezi srážkami pohybují přímočaře
 - působí na sebe jen při srážce (10^{-13} s)

- ▶ **Na stěně** - doba pobytu molekuly na stěně τ :

$$\tau = t_1 + \tau_s + t_2$$

t_1 – molekula předá impuls stěně

τ_s – doba setrvání

t_2 – stěna předá impuls molekule

- ▶ $\tau_s = 0$ – pružná srážka (10^{-8} s) – málo pravděpodobná
- ▶ u většiny je $\tau_s = 10^{-8}$ s až ∞
- ▶ τ_s závisí na
 - ▶ - teplotě
 - ▶ - povrchu
 - ▶ - druhu plynu (vazební energie)

Sorpce – ulpívání molekul plynu na stěně

Desorpce – uvolňování molekul plynu z povrchu (teplem, bombardováním částicemi, mechanickým třením, zářením)

Co se děje při čerpání?

- vyčerpáme volné molekuly z prostoru (vytvoří se rovnováha mezi desorpcí a čerpáním)
- zahřejeme celý systém - zkrátíme dobu pohybu molekul na stěně - zvýší se tlak
- ochladíme celý systém – opět se ustaví rovnováha, ale při nižším tlaku

Další jevy ovlivňující tlak:

- rozpouštění plynů v pevných látkách
- pronikání plynů pevnou stěnou
- tlak par použitých materiálů
- zpětný proud vývěvy

Metody získávání vysokého vakua

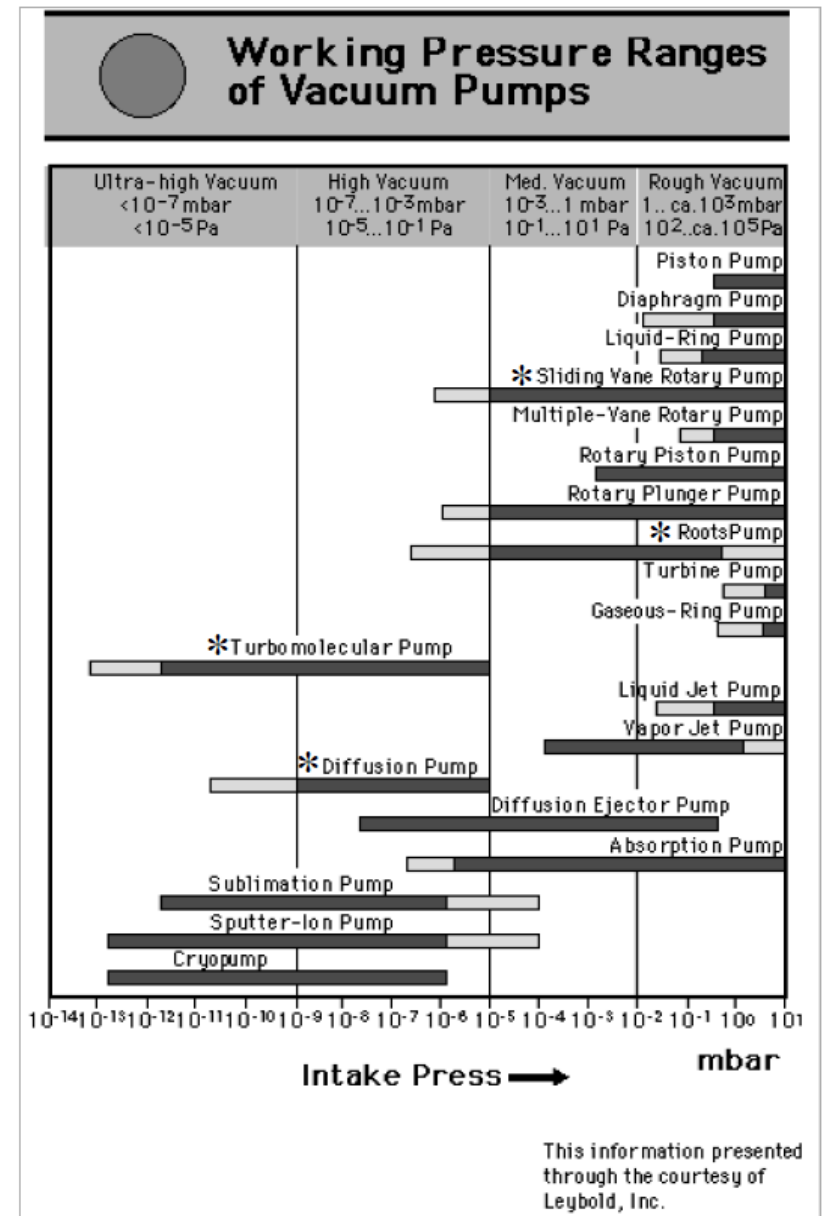
- ▶ **Nejdůležitější parametry každé vývěvy:**
 - *čerpací rychlost* – l / s (m³ / hod)
 - *mezní tlak* – Pa
- ▶ **Vývěvy**
 - *transportní* – založené na přenosu molekul
 - *sorpční* – založené na vazbě molekul
- ▶ **Vysokovakuová aparatura**
 - ▶ • rotační + difuzní vývěva
 - ▶ • membránová + turbomolekulární vývěva

Typy vakuových vývěv

transportní: expanzně-kompresní
 (pístová, rotační olejová
 membránová, ...)
 impulzové (molekulární,
 Roots,...)
 interakce s proudem par
 (difúzní, ejektorová)

fixační: kondenzační (kryogenní)
 kryosorpční
 chemisorpční
 iontové

www.avs.org



Rotační vývěvy

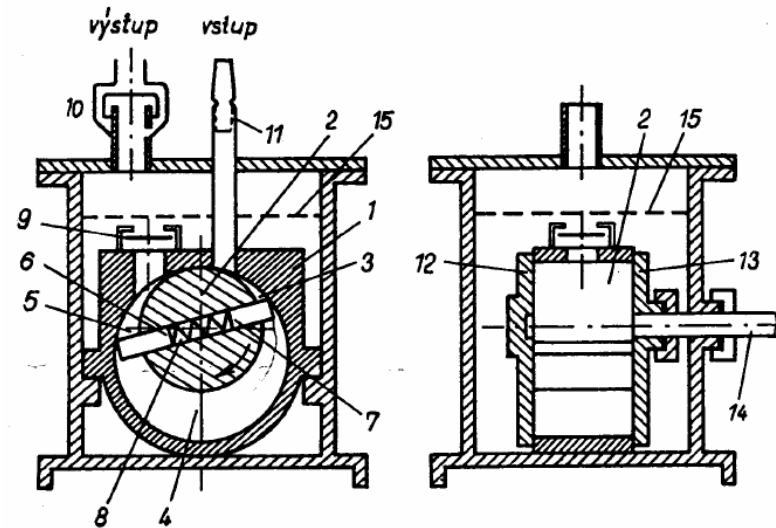
Princip: opakované mechanické zvětšování a zmenšování pracovního prostoru vývěvy

- s rotujícími křídélky

(s lopatkami v rotoru, Gaedeho)

- dvoustupňové

- mezní tlak $< 10^{-1}$ Pa
- připouštění vzduchu
- hlučnost

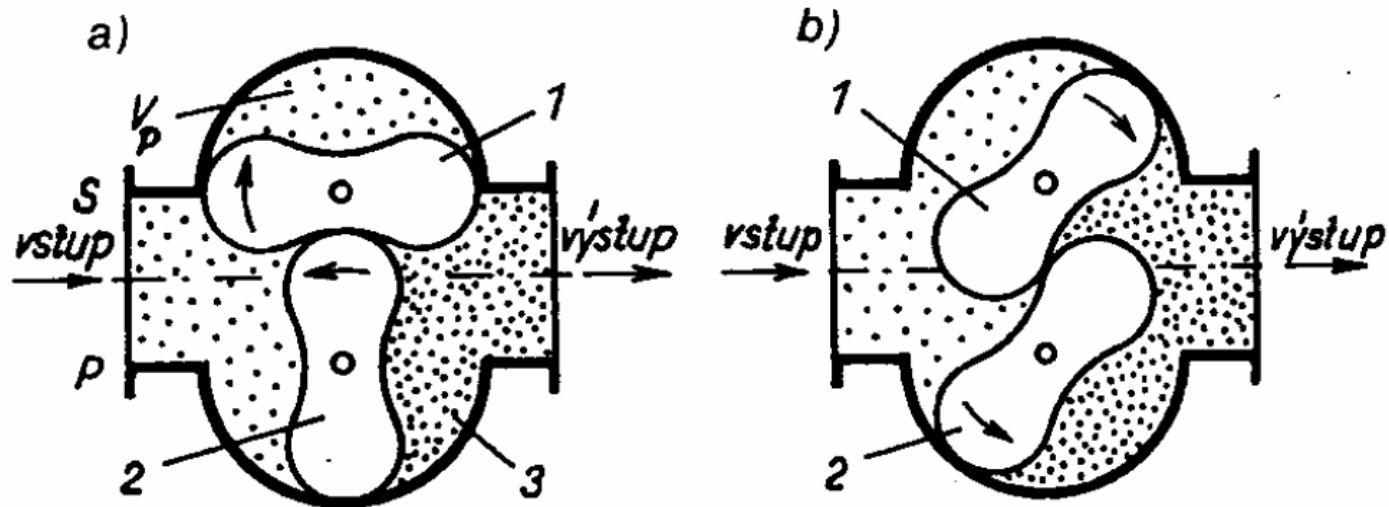


Obr. 1: Rotační olejová vývěva s lopatkami v rotoru

1-stator; 2-rotor; 3,4,5-části komory;
6,7-lopátky; 8-pružina; 9-výstupní ventil;
10-zachycovač oleje; 11-filtr; 12,13-boční kryty; 14-osa; 15-hladina oleje

Rootesova vývěva

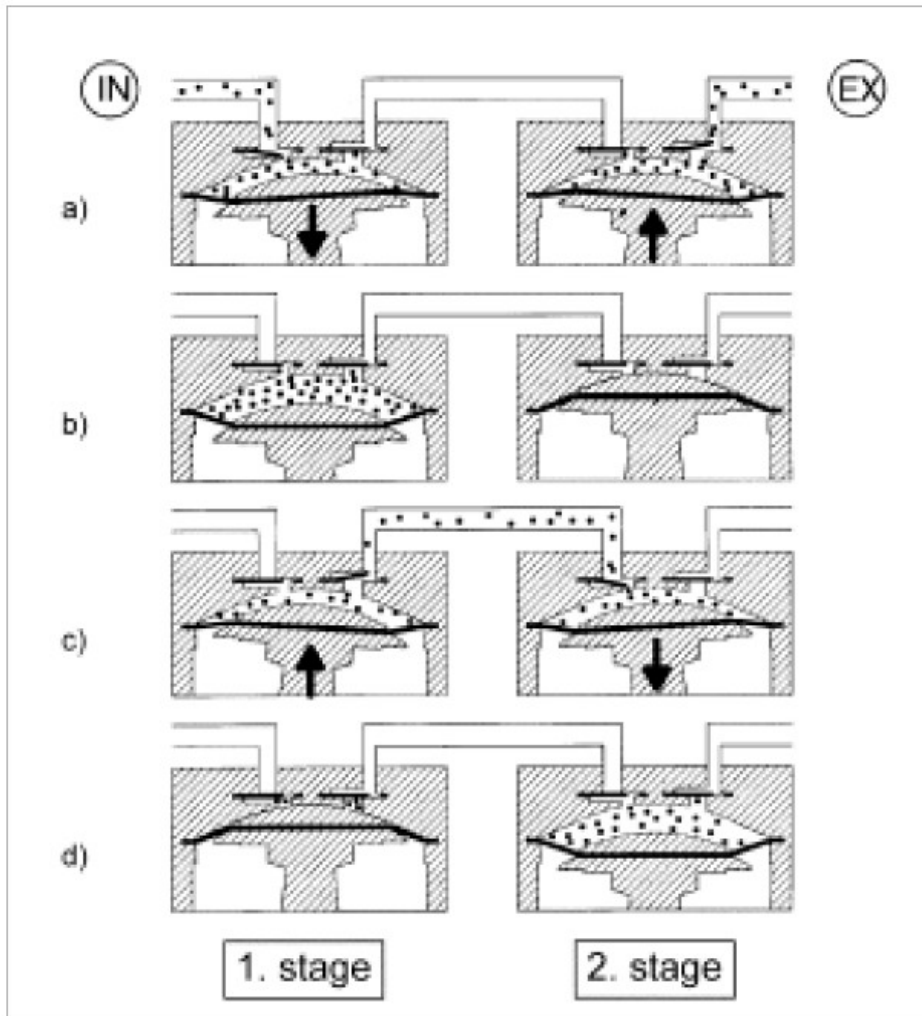
- velká čerpací rychlost
- úzký obor tlaků ($10 \div 10^{-2}$ Pa)



Obr. 2: Rootsova vývěva (dvě různé polohy rotorů)

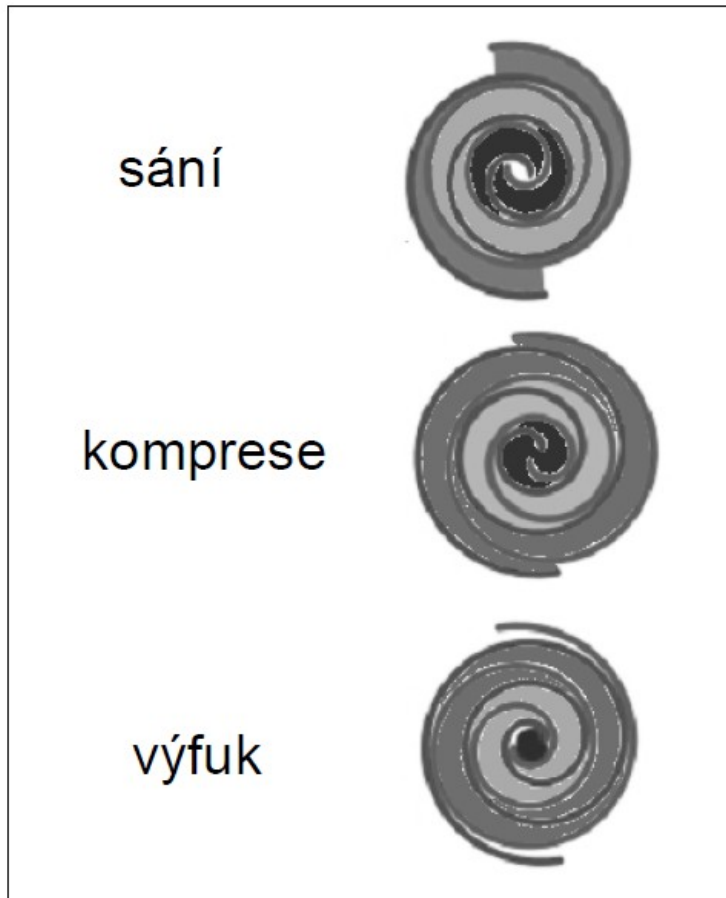
1,2-rotory; 3-stator; V_p -pracovní objem;

Membránová vývěva



„Scroll pump“

scroll = spirála



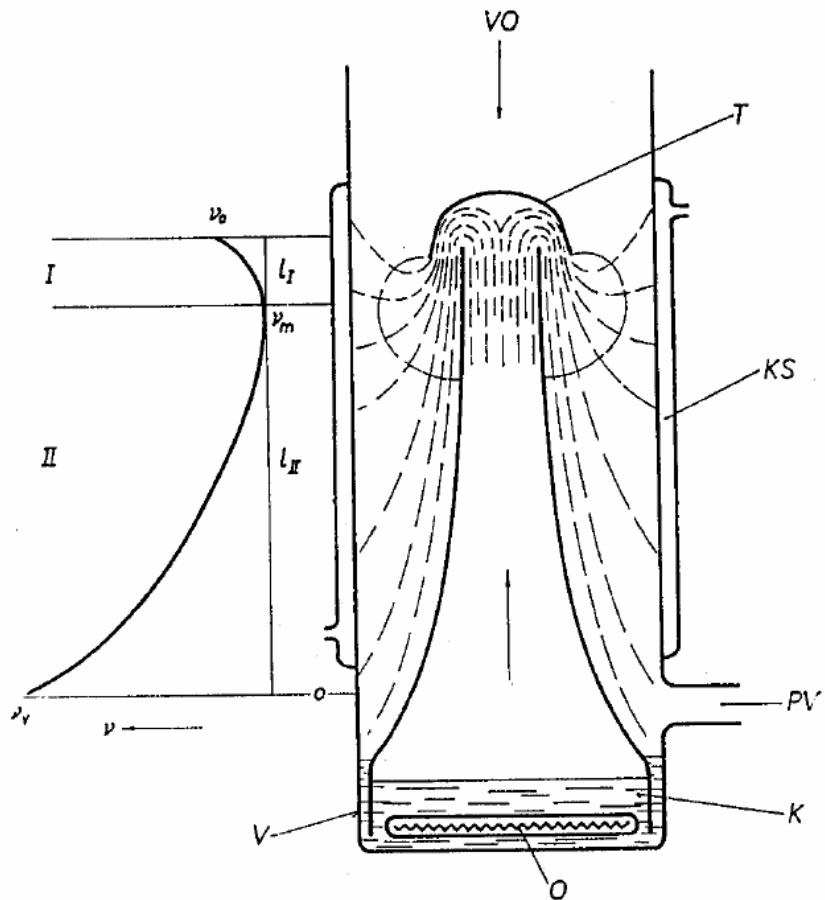
Difuzní vývěvy

- čerpaný plyn difunduje do proudu páry, která jej unáší k výstupu vývěvy

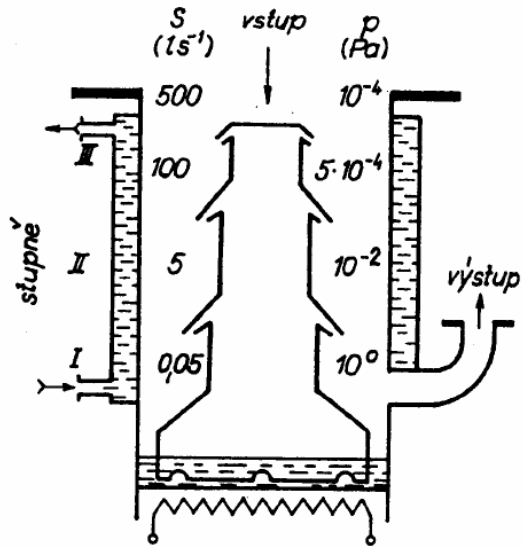
- mezní tlak: 10^{-4} Pa (10^{-6} Pa)
- čerpací rychlost:
10 l/s až 100 000 l/s
- prac. náplň: rtuť, parafín, olej

Obr. 3: Schéma difúzní vývěvy

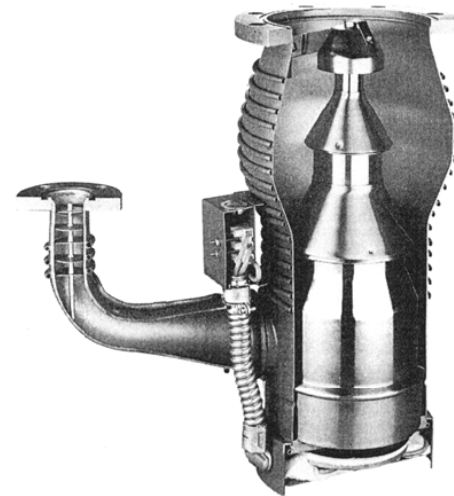
VO-vstupní otvor; T-tryska;
KS-kondenzační stěna; PV-k pomocné vývěvě; V-varník; K-pracovní kapalina;
O-topné tělísko



Difuzní vývěvy vícestupňové



Obr. 4a: Schéma třístupňové difúzní vývěvy



Obr. 4b: Skutečné provedení vícestupňové difúzní vývěvy

Oleje pro difuzní vývěvy – nízký tlak par

- minerální (Apiezony)
- syntetické (Diffeleny)
- silikonové

Diffelen ultra, silikonové – DC704, DC705

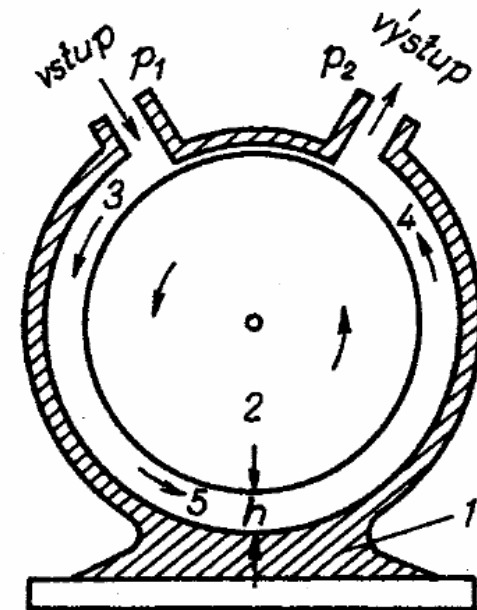
Největší problém difuzních vývěv je zpětné proudění par (lapače, srážeče)

Turbomolekulární vývěvy

Princip: molekulám čerpaného plynu je předán impuls ve směru čerpání rychle se pohybujícím pevným povrchem

Molekulární vývěva

- mezní tlak 10^{-4} Pa
- malá čerpací rychlost



Obr. 5: Gaedeho molekulární vývěva

1-stator; 2-rotor; 3,4,5-pracovní mezera

Difúzní pumpa

čerpací rychlost: 20–3000 l/s

mezní vakuum: 10^{-6} Pa

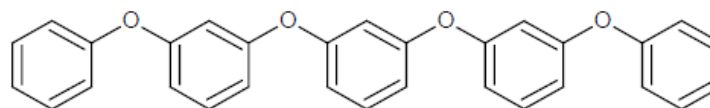
Výhody: téměř nezničitelná

Nevýhody: „backstreaming“
pomalý start

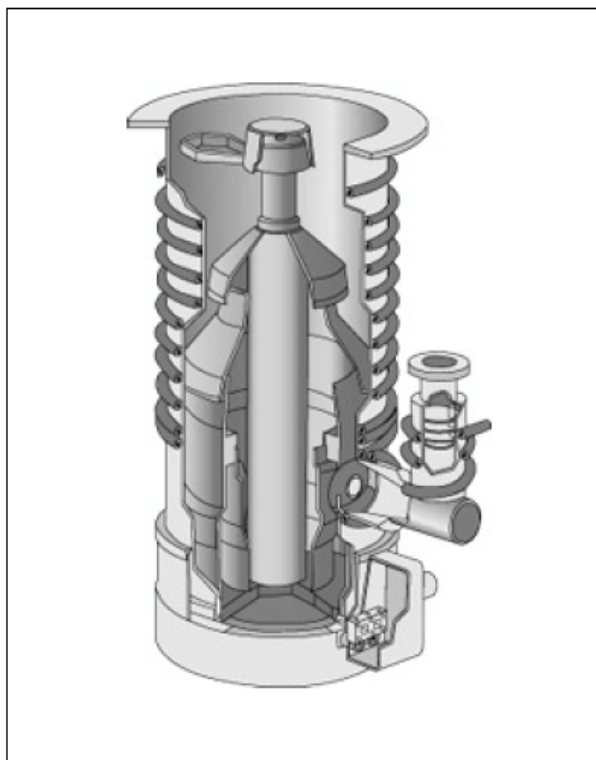
olej: Santovac 5

Stabilní do 465°C, tenze par 5×10^{-8} Pa (25°C)

b.v. 275°C (0,5 Torr)



m/z 446

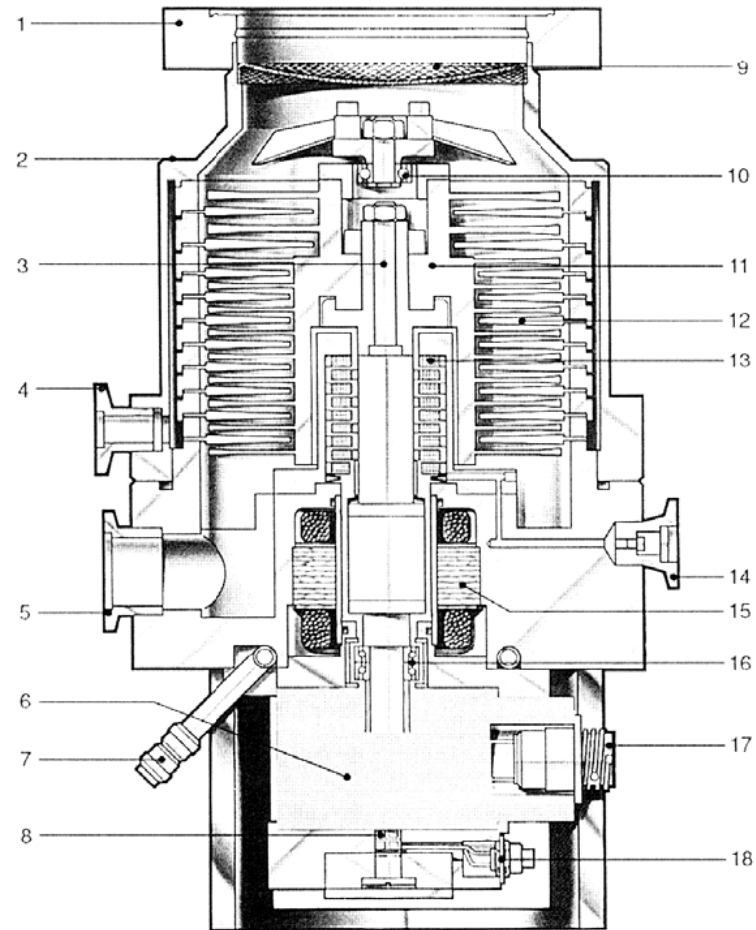


Turbomolekulární vývěva

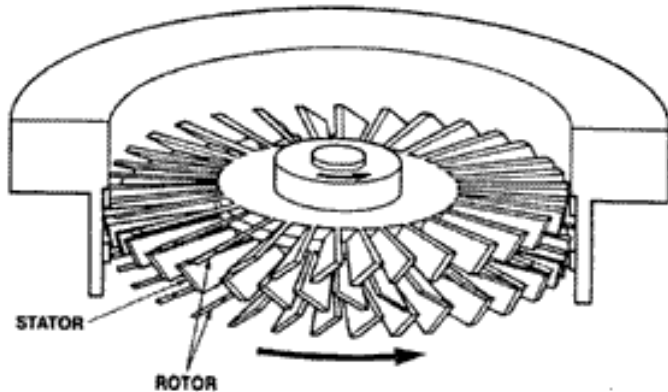
- mezní tlak 10^{-8} Pa
- čerpací rychlost 50 l/s – 5000 l/s
- magnetický závěs

Obr. 6: Řez trubomolekulární vývěvou (Turbovac 340M)

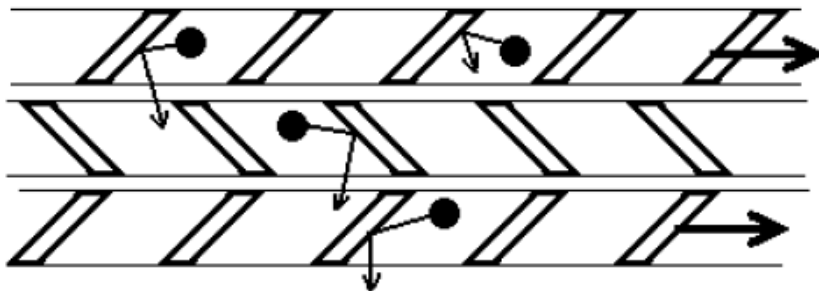
1-příruba; 2-kryt; 3-hřídel motoru;
5-příruba pomocné vývěvy;
6-stabilizátor; 7-přípojka chladící vody;
8-axiální snímač; 9-ochranná síťka;
10-horní ložisko; 11-rotor; 12-stator;
13-střední ložisko s permanentním magnetem;
14-příruba čistícího plynu;
15-ss motor; 16-spodní ložisko;
17- konektor stabilizátoru; 18-konektor axiálního stabilizátoru



Turbomolekulární vývěva



Řez turbomolekulární vývěvou (J. Becker, 1959)



Model pohybu molekul plynu mezi lopatkami rotoru a statoru



Ultravakuová technika (UHV)

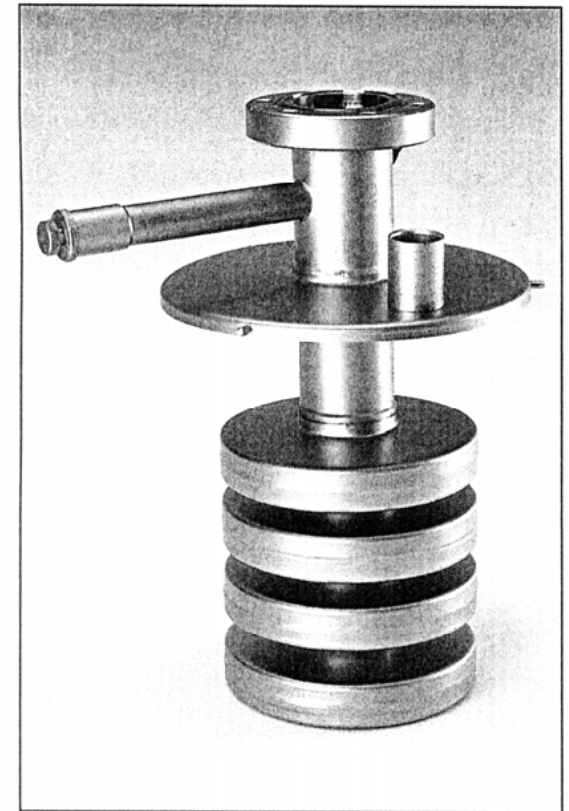
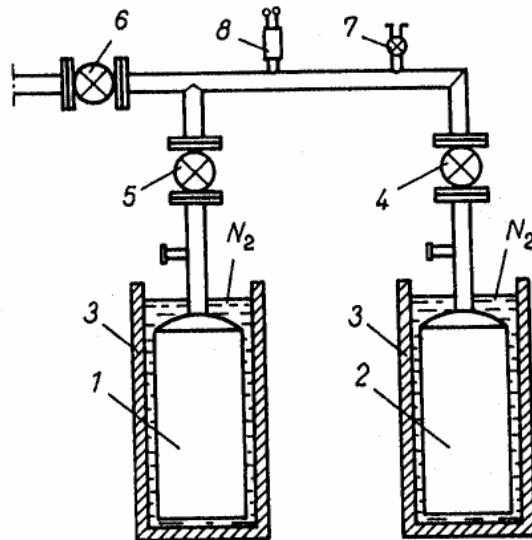
Sorpční vývěva

Princip: čerpaný plyn je vázán na velmi členitém povrchu porézních látek

- aktivní uhlí; zeolity (molekulová síta)
- 1 g – 800 m² povrch vnitřních pórů
- mezní tlak: cca 1 Pa, v serii 5·10⁻² Pa
- regenerace zahřátím

Obr. 7b Schéma dvou sorpčních vývěv

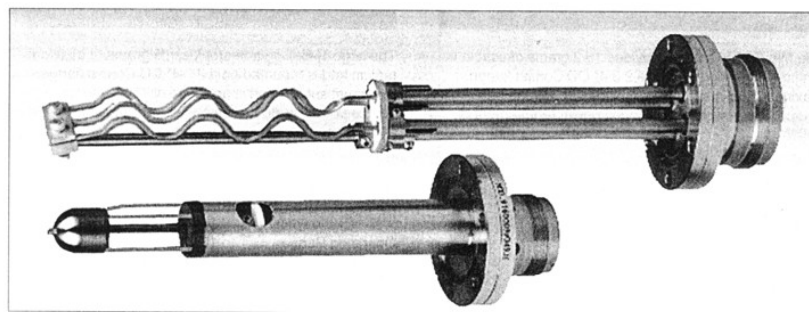
1,2-vývěvy se zeolitem;
3-nádoby z izolačního materiálu s kapalným dusíkem;
4,5,6,7-ventily;
8-vakuometr



Obr. 7b Sorpční vývěva AP 25

Iontové vývěvy

- ▶ Iontové vývěvy čerpají plyn po jeho ionizaci Towsendovým nebo vf výbojem, příp. svazkem elektronů. Ionty jsou čerpány elektrickým polem k předvakuu.
- ▶ Pro zvýšení účinnosti ionizace elektrony jsou molekuly (atomy) ionizovány na kruhových drahách (orbitronová vývěva)
- ▶ Jsou chemisorbovány na aktivním povrchu kovu (Ti) připravené (iontově s



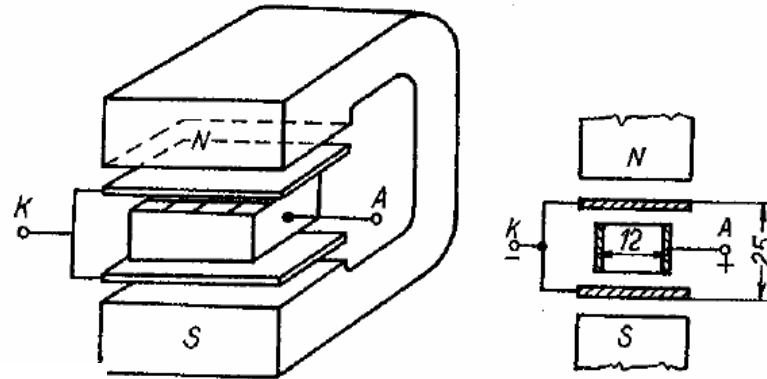
rašováním

Obr. 8: Sublimační vývěva

Iontová vývěva s rozprašováním titanu

Princip: Doutnavý výboj v magnetickém poli způsobí ionizaci a rozprašování titanu

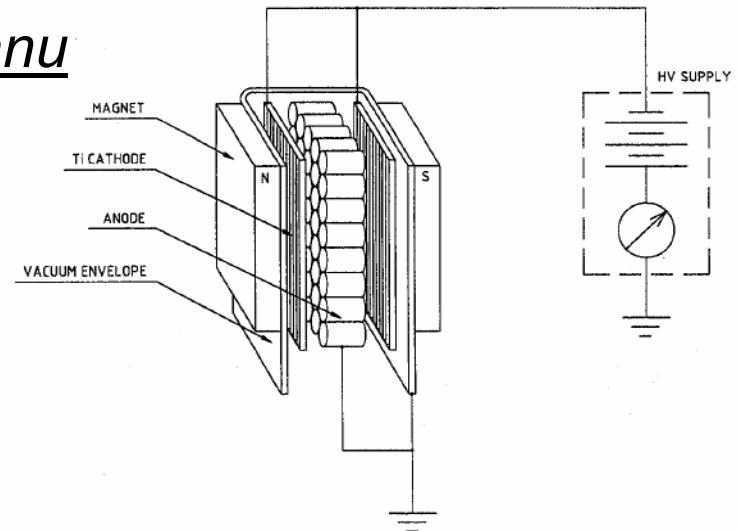
Diodová



Triodová s mřížkovou katodou z titanu

Výhody:

- není paměťový jev
- větší čerpací rychlost pro argon

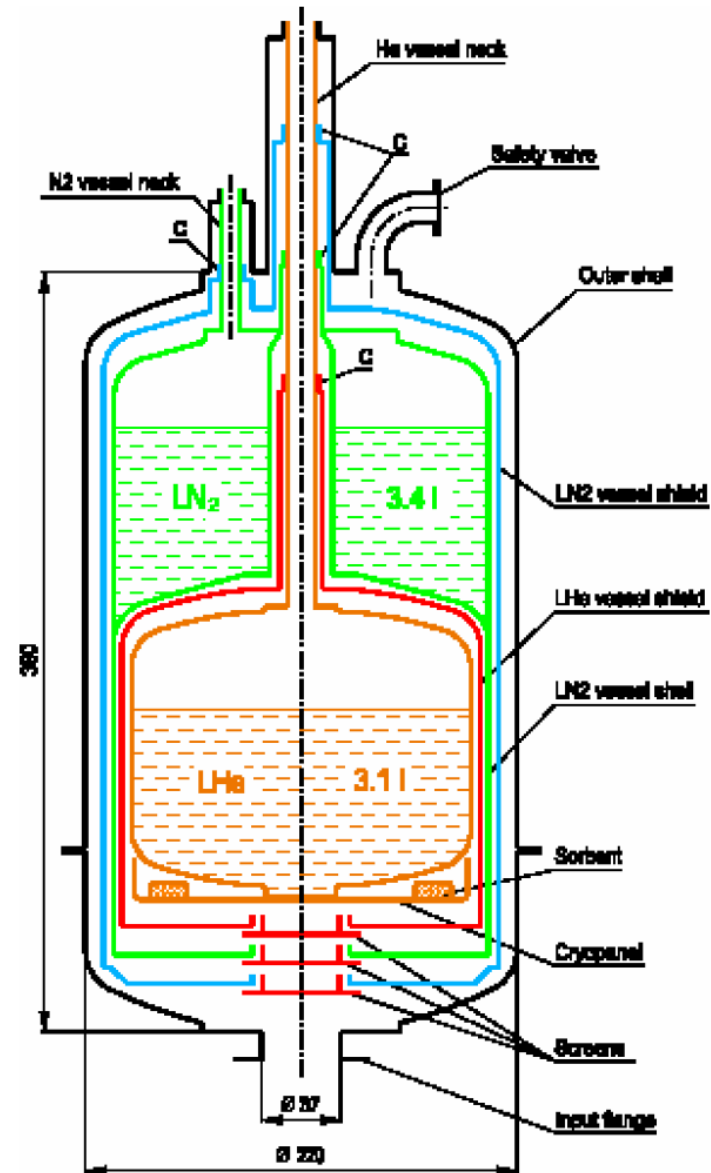


Kryovývěvy

- kryokondenzace – na kovové stěně
- kryosorpce – sorpce na porézních látkách
- kryotrapping – sorpce na vrstvě kondenzovaného plynu

Podle způsobu chlazení

- lážňové (LHe, LN₂)
- mechanické refrigerátory (10-20 K), vibrace



Obr 12. a 13.

Měření vakua (nízkých tlaků)

- absolutní (nezávisí na druhu plynu)
- nepřímé (závisí na druhu plynu,
→ vyžaduje kalibraci absolutní metodou)

- měření celkového tlaku
- měření parciálních tlaku

Vlastnosti vakuometrů

- měřící rozsah

$p = 10^5$ až 10^{-12} Pa → neexistuje univerzální vakuometr

- citlivost

velikost zmeny odezvy vakuometru v závislosti na zmene tlaku

- selektivita

ruzná citlivost pro různé plyny

- vliv na měřené prostředí

změny dočasné (zvýšení teploty)

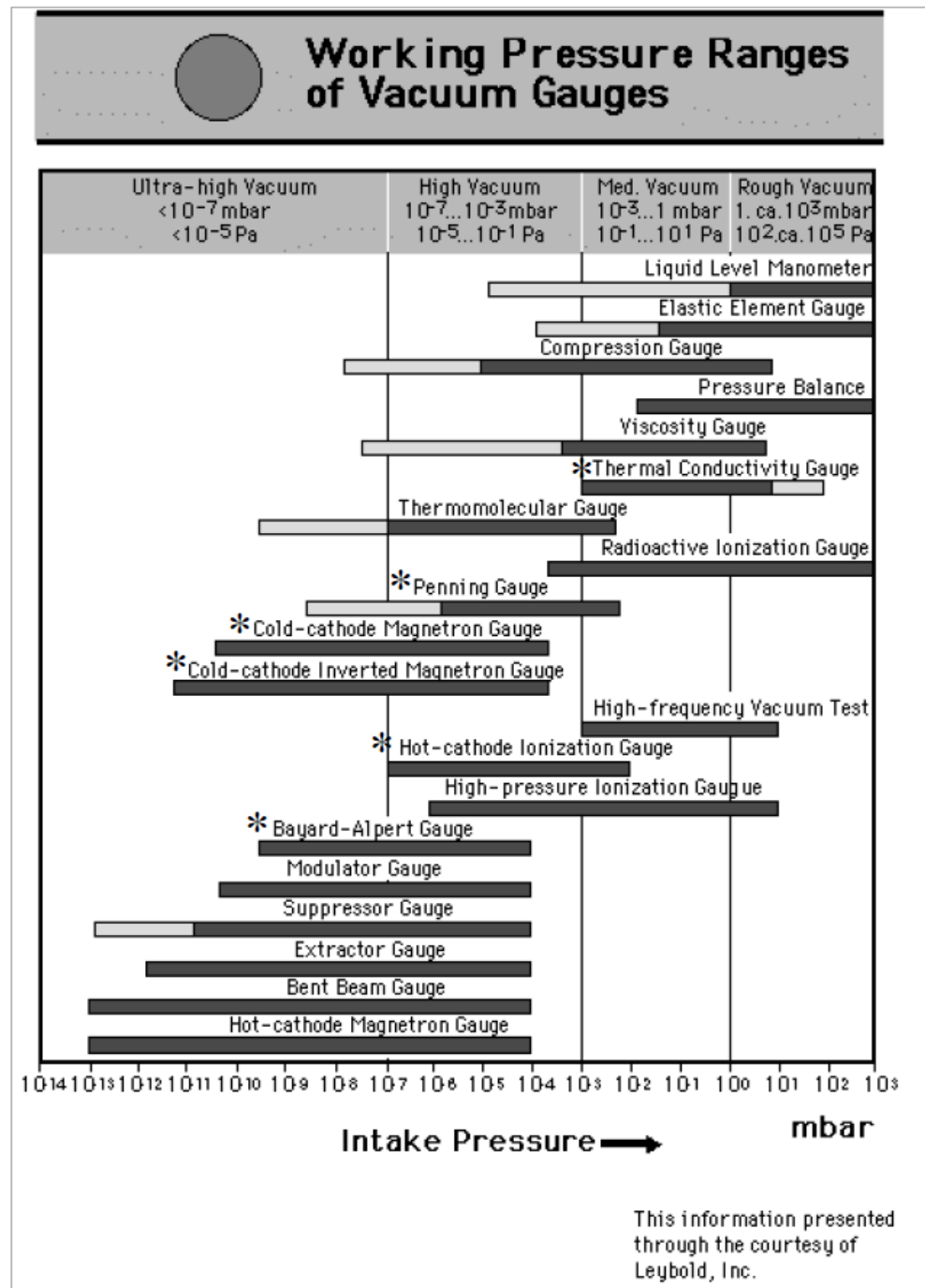
změny trvalé (tvorba chem. sloučenin např. NO_x ve výbojích)

sorpce, desorpce, „zamoření“ parami, čerpací efekt apod.

Typy vakuometrů

absolutní: vakuometry U,
MacLeod,
membránové,
viskózní (rotační, oscilační)

nepřímé: tepelné (odporové,
termočláňkové,
dilatační)
ionizační (žhavená katoda,
výbojové, MS-
parcialní tlaky)

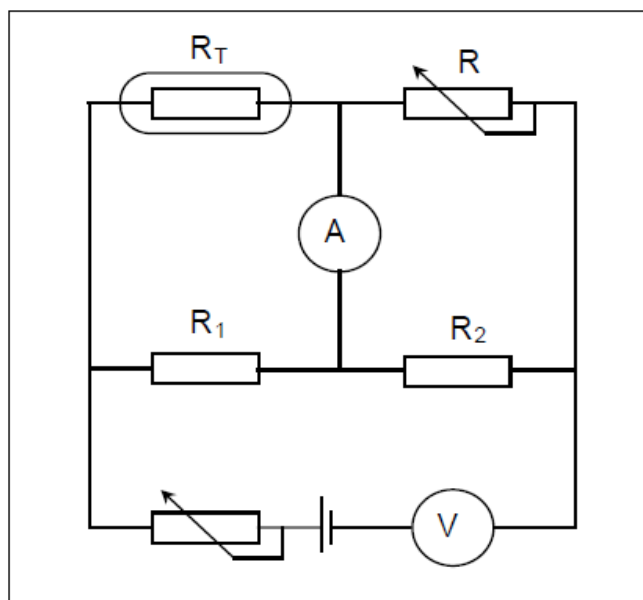


Odporový vakuometr (Pirani)

Elektrický odpor se mění s teplotou podle vztahu:

$$R_T = R_0(1 + \alpha(T - T_0))$$

Zmenu odporu R_T lze velmi přesně měřit pomocí Wheatstonova mostku:



vlákno: Pt, W, Mo a Ni,

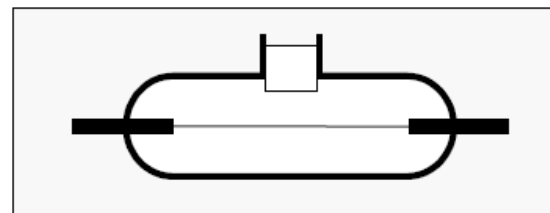
tj. materiály s vysokým teplotním
odporovým koeficientem α
($= 4 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$)

Teplota vlákna: do 200°C

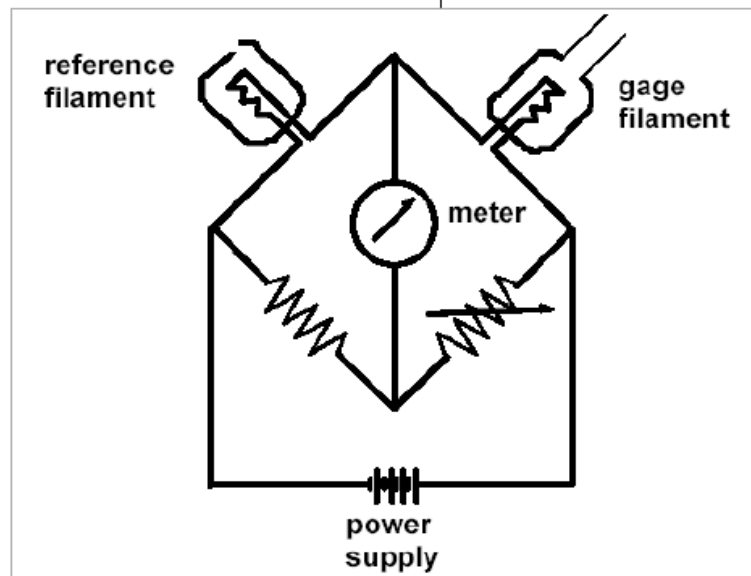
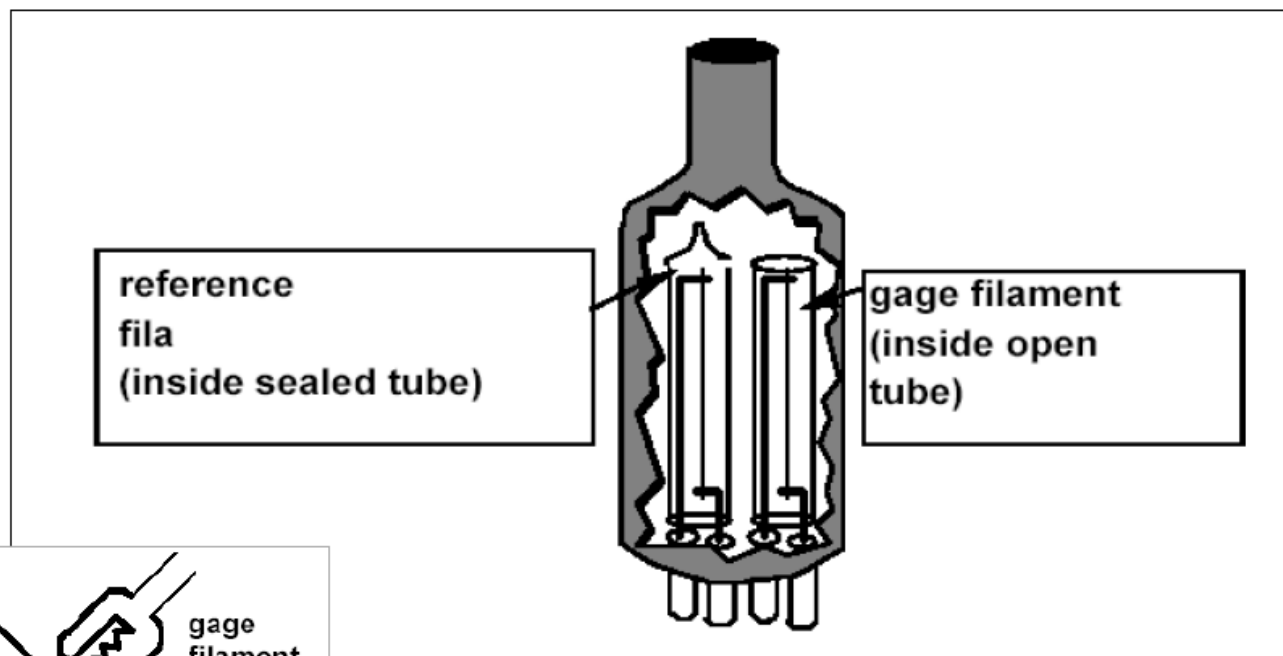
Merící rozsah: $10^4 - 10^{-1} \text{ Pa}$

Presnost merení:

po kalibraci ... asi 1%,
neznámý plyn ... chyba až 500%

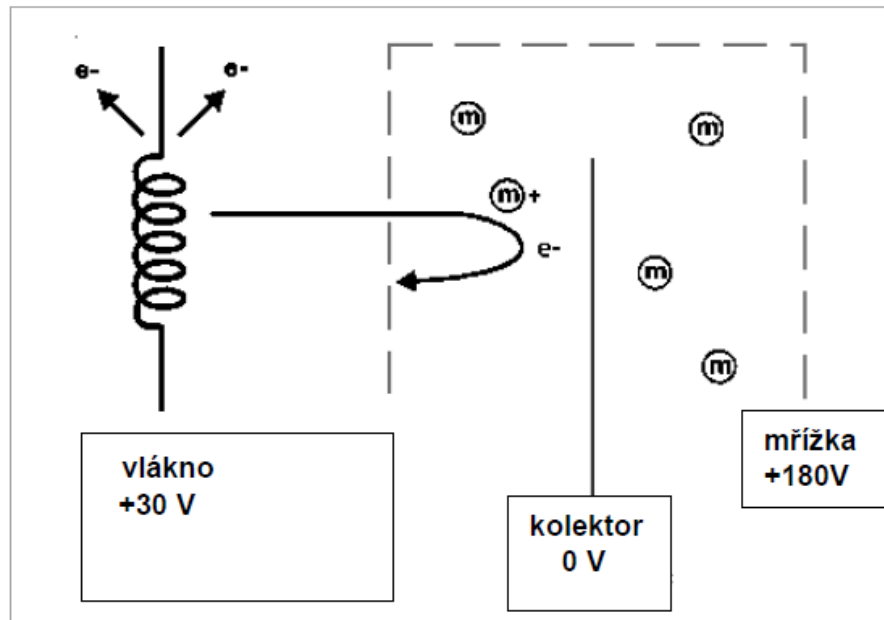


Odporový vakuometr (Pirani)



Tlak v trubici s referenčním vláknem
je < 1 Torr (130Pa)

Ionizační vakuometr (Bayard-Alpert)



vlákno: W, Ir/ThO₂

proud vláknem: 4-6 A

emisní proud: 10 μA - 10 mA

rozsah: 10⁻¹ - 10⁻⁹ Pa

$$I_{\text{kol}} = I_{\text{ion}} \cdot \eta_{\text{kol}} = I_e N l s \cdot \eta_{\text{kol}}$$

I_e ... proud elektronů

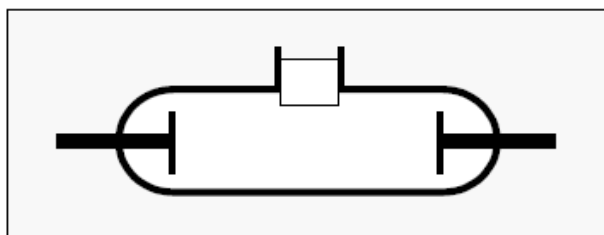
N ... počet molekul v
jednotce objemu

l ... dráha elektronu

η_{kol} ... účinnost kolektoru

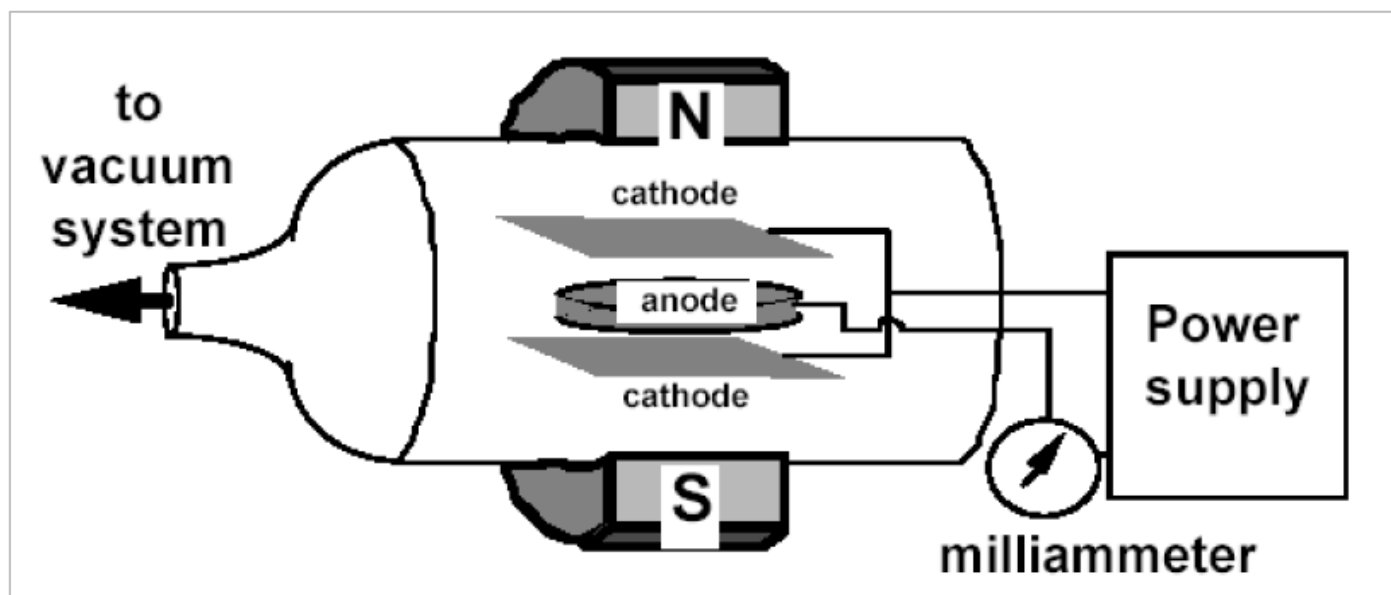


Výbojový vakuometr



napětí na elektrodách: \sim kV
při tlaku $< 10^3$ Pa vzniká výboj
při $\sim 10^{-1}$ Pa výboj zaniká, $I \rightarrow 0$

F.M. Penning:



magnetické pole $\sim 10^{-2}$ T, běžný rozsah: $10^0 - 10^{-3}$ Pa
(speciální konstrukce potlačující autoemisní proud: $10^{-1} - 10^{-10}$ Pa)

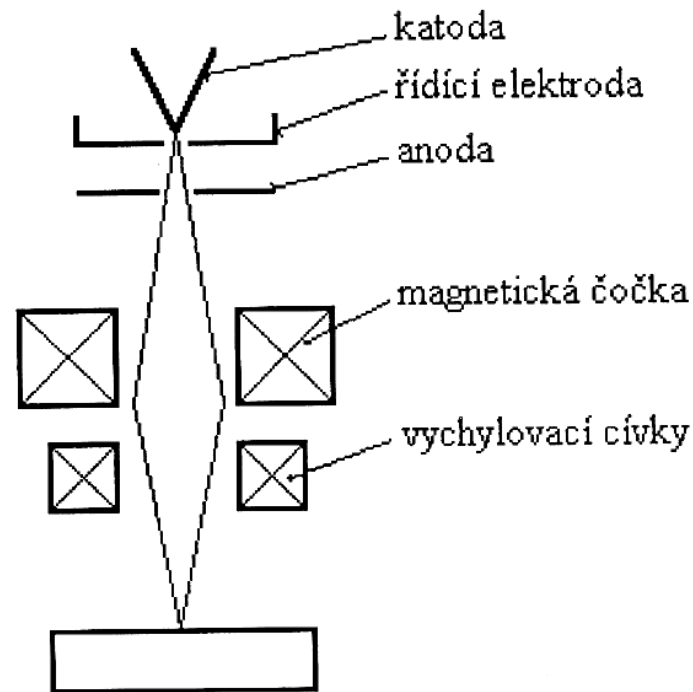
Měření parciálních tlaků

- ▶ Hmotové spektrometry – analýza zbytkových plynů
 - ▶ Ionizace molekul plynu
 - ▶ Odvádění vzniklých iontů na kolektor působením elektrických nebo magnetických polí
 - ▶ Podle časového průběhu těchto polí dopadají na kolektor je ionty určité hmotnosti
- ▶ Kvadrupólový systém – 4 rovnoběžné válcové (hyperbolické) elektrody, kombinace ss a vf napětí
 - ▶ Hledač netěsností – spektrometr nastavený na He

Svařování svazkem elektronů a pájení ve vakuu

- ▶ **Požadavky na spoje ve vakuové a ultravakuové technice**
 - spojovat součásti z různých materiálů a kombinací
 - dokonalá vakuová těsnost
 - čistota spojů a spojovaných částí
 - minimální deformace
- ▶ **A. Svařování svazkem elektronů**
 - ▶ **1. Princip a zvláštnosti ohřevu elektronovým svazkem**
 - ▶ výhody:
 - možnost svařovat kovové materiály bez ohledu na jejich tavící teplotu
 - minimální tepelné ovlivnění v okolí svaru
 - minimální deformace
 - velká rychlost svařování
 - ▶ **2. Elektronová svářečka**
 - ▶ funkční části:
 - elektronová tryska
 - vakuová pracovní komora
 - čerpací soustava
 - pomocná mechanická a elektrická zařízení

Základní schéma elektronové trysky

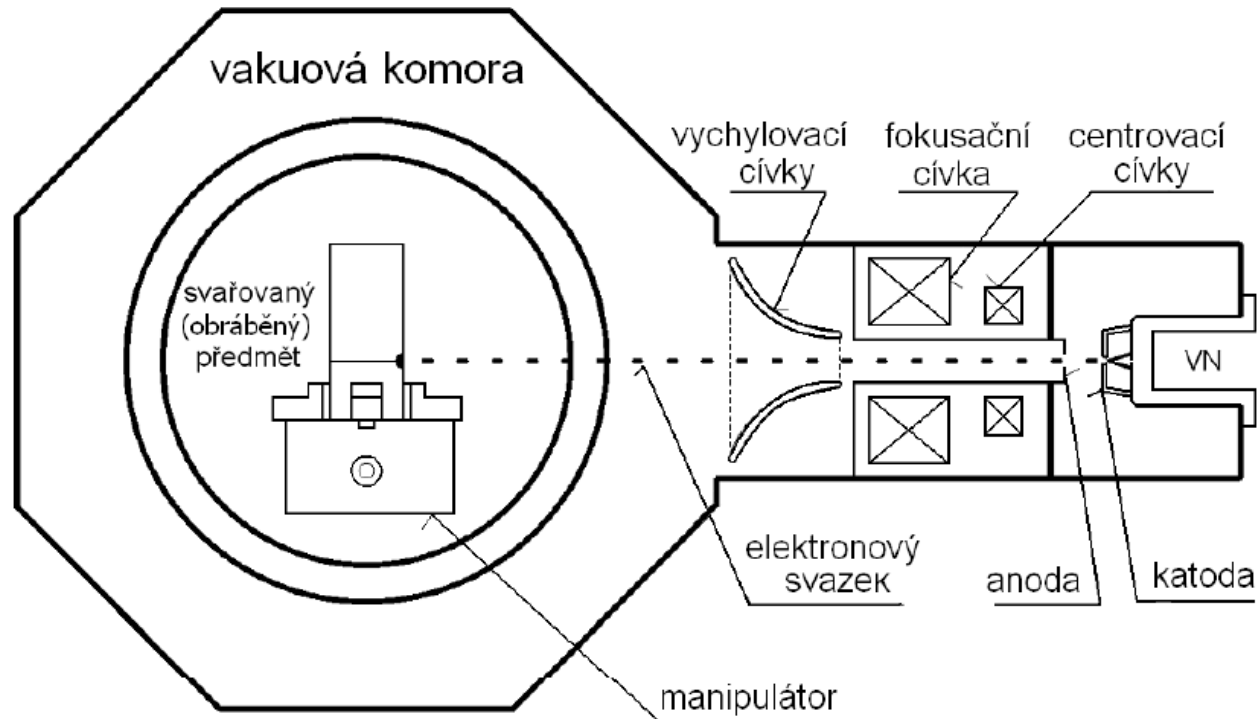


vakuum $10^{-2} \div 10^{-3}$ Pa

Výhody: čistota svaru, vakuové přetavení svarového kovu

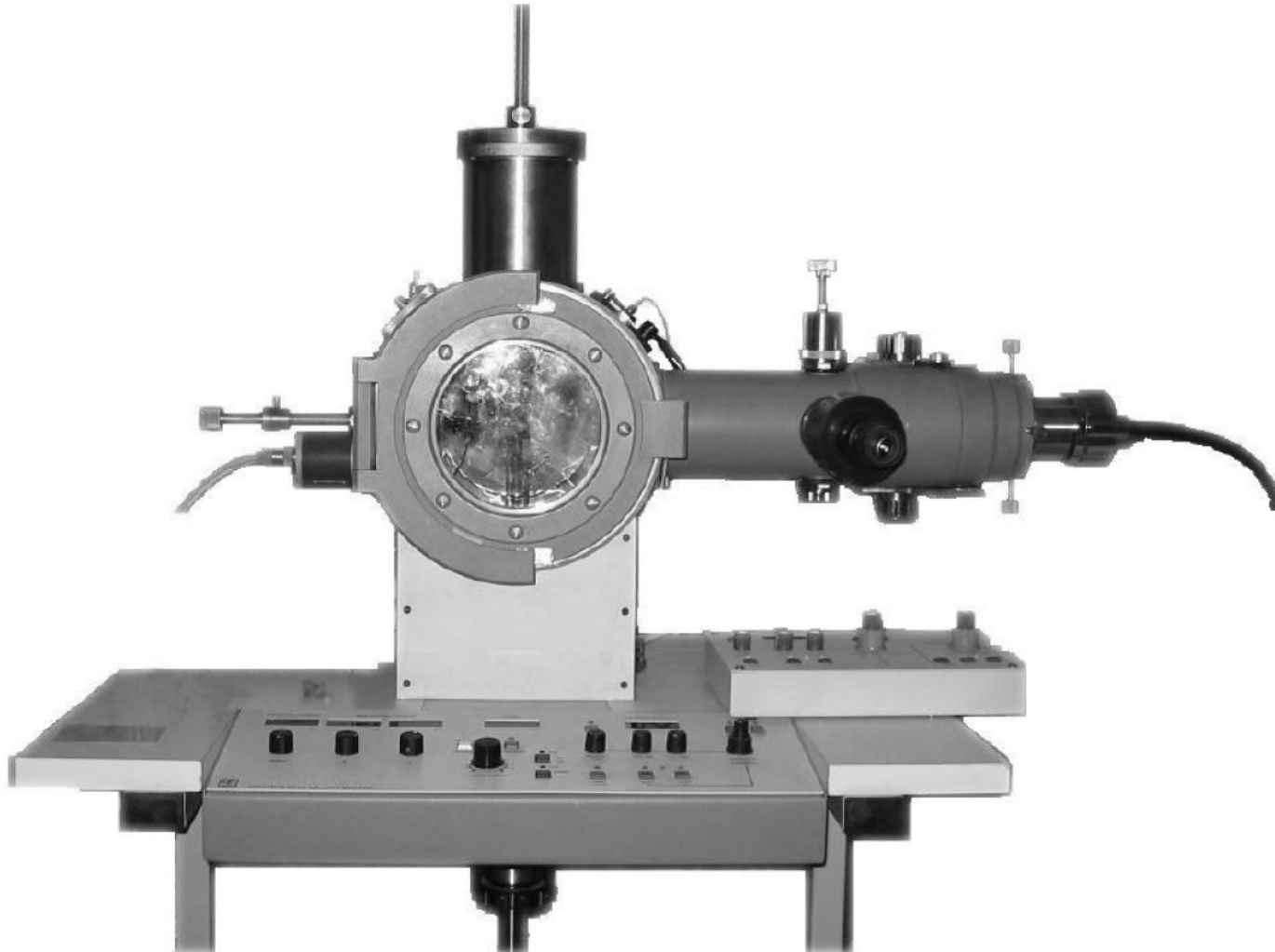
Nevýhody: nelze svařovat kovy s vysokou tenzí par (Zn, Cd, Mg,...)

Elektronová svářečka SES-1



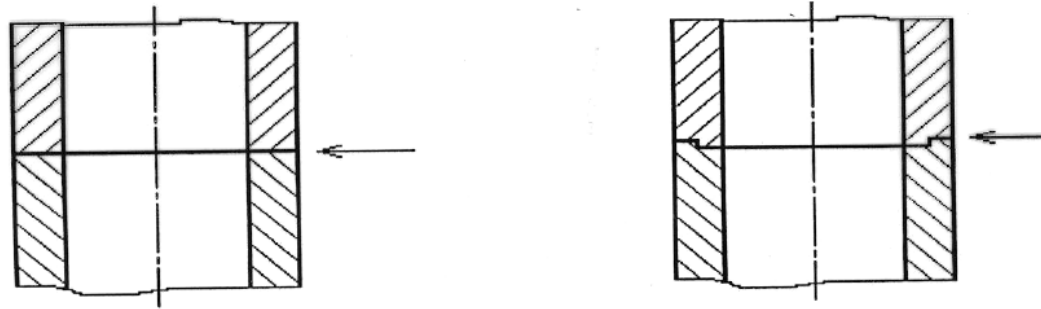
- Urychlovací napětí 50 kV
- Maximální výkon 800 W (16 mA)
- Pracovní tlak <0,1 Pa
- Doba čerpání asi 2 min
- Napájení 220 V

Svářečka elektronovým paprskem

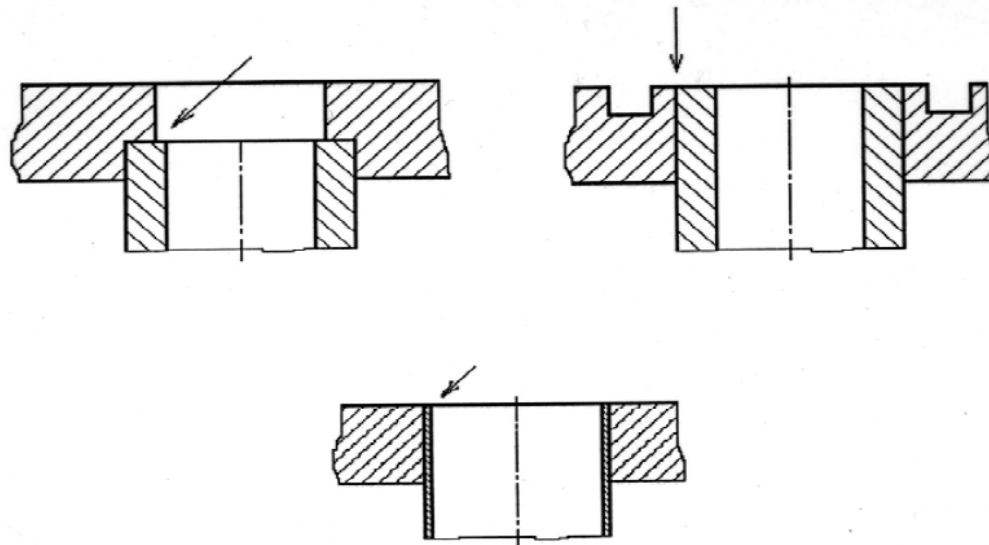


13

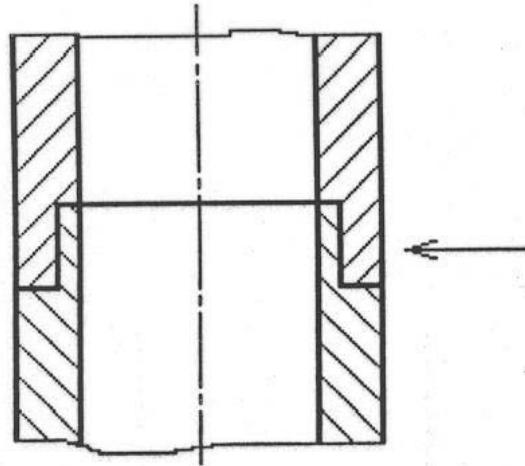
Konstrukce spoje



V ultravakuové technice – vnitřní svary



Svařování materiálů se značně rozdílnými vlastnostmi



Příklady použití:

hliník – titan, hliník – nerez ocel, hliník – nikl, hliník – stříbro,
nerez ocel – niob, nerez ocel – měď, nerez ocel – vysokotavitelné kovy
(W, Ta, Mo)...

B. Pájení ve vakuu

1. Princip

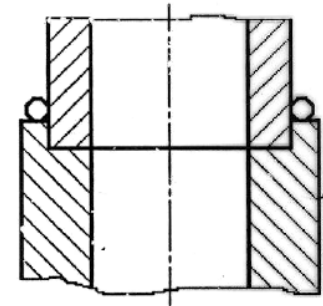
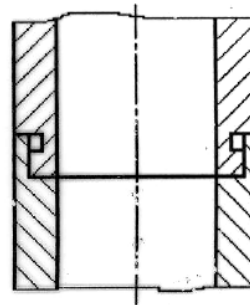
- vakuum: $10^{-1} \div 10^{-3}$ – nelze použít s Zn, Cd ...
- způsob ohřevu: radiací, vf, elektronový svazek

2. Pájky (tvar – drát, fólie, prášek)

- stříbrné (na ocel, Cu, Ni, Ti,...)
- měď (na kovar, ocel, nerez ocel)
- niklové (na nerez oceli)
- paladiové
- zlaté

3. Konstrukce spoje

- zabezpečení vzájemné polohy součástí
- umístění pájky



4. Pájení součástí z materiálů s různou roztažností

- nerez ocel – kovar, nerez ocel – titan, měď – titan
- zásada: součást z materiálu s větší roztažností musí být v místě spoje obepínat součást z materiálu s menší roztažností