

# 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	$7,5 \times 10^{-3}$	$1 \times 10^{-2}$
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 <sup>3</sup>	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 m<sup>3</sup>.



# 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)
<b>101325</b>	<b><math>5,86 \times 10^{-8}</math></b>
<b>133</b>	<b><math>4,45 \times 10^{-5}</math></b>
<b><math>10^{-1}</math></b>	<b><math>5,94 \times 10^{-2}</math></b>
<b><math>10^{-3}</math></b>	<b><math>5,94 \times 10^0</math></b>
<b><math>10^{-4}</math></b>	<b><math>5,94 \times 10^1</math></b>
<b><math>10^{-8}</math></b>	<b><math>5,94 \times 10^5</math></b>

# Proudění plynu

---

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

$v$  ... rychlost proudění plynu

$d$  ... Prumer trubice

$\rho$  ... Hustota plynu

$\eta$  ... Koeficient viskozity plynu

<b>Viskózní</b>	<b>Turbulentní</b>	<b><math>R_e &gt; 2100</math></b>
	<b>Laminární</b>	<b><math>R_e &lt; 2100</math></b>
<b>Molekulárně-viskózní</b>		<b><math>1 &lt; d/l &lt; 110</math></b>
<b>Molekulární</b>		<b><math>d/l &lt; 1</math></b>

# 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 ( $\text{m}^3$ )

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

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

$p_1$  ... 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  $50 \text{ ls}^{-1}$  ( $0.05 \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ ),

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

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

Situace se však dramaticky zmení 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  $\tau$ :

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

$t_1$  – molekula předá impuls stěně

$\tau_s$  – 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  $\infty$

- ▶  $\tau_s$  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

---

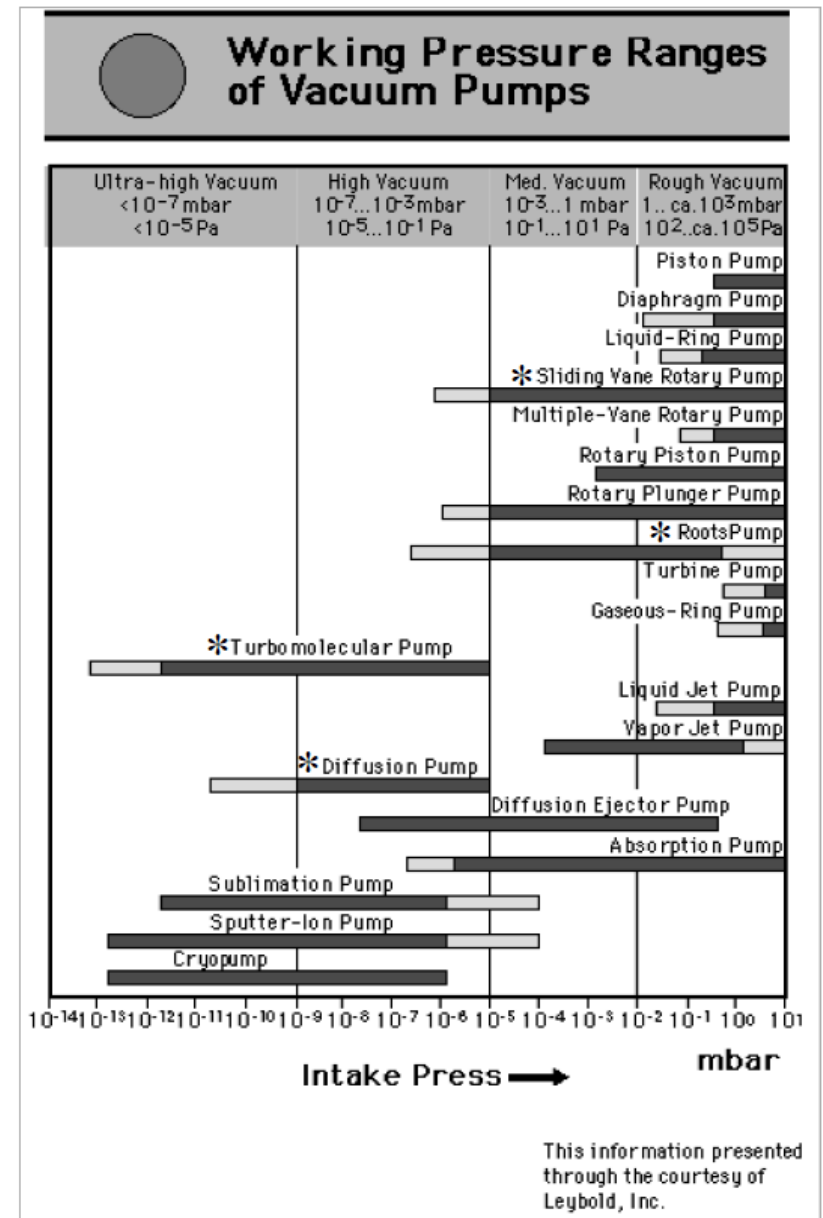
- ▶ **Nejdůležitější parametry každé vývěvy:**
  - *čerpací rychlost* – l / s ( m<sup>3</sup> / hod )
  - *mezní tlak* – Pa
- ▶ **Vývěvy**
  - *transportní* – založené na přenosu molekul
  - *sorpční* – založené na vazbě molekul
- ▶ **Vysokovakuová aparatura**
  - ▶ • rotační + difuzní vývěva
  - ▶ • 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

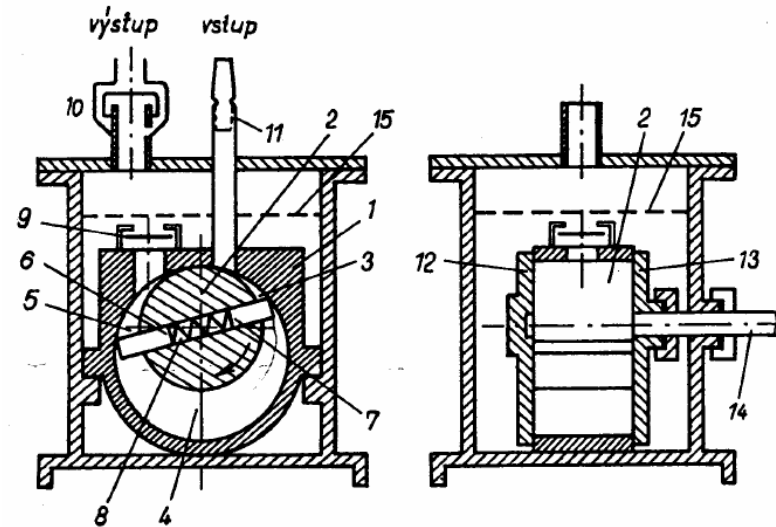
Princip: opakované mechanické zvětšování a zmenšování pracovního prostoru vývěvy

- s rotujícími křídélky

(s lopatkami v rotoru, Gaedeho)

- dvoustupňové

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

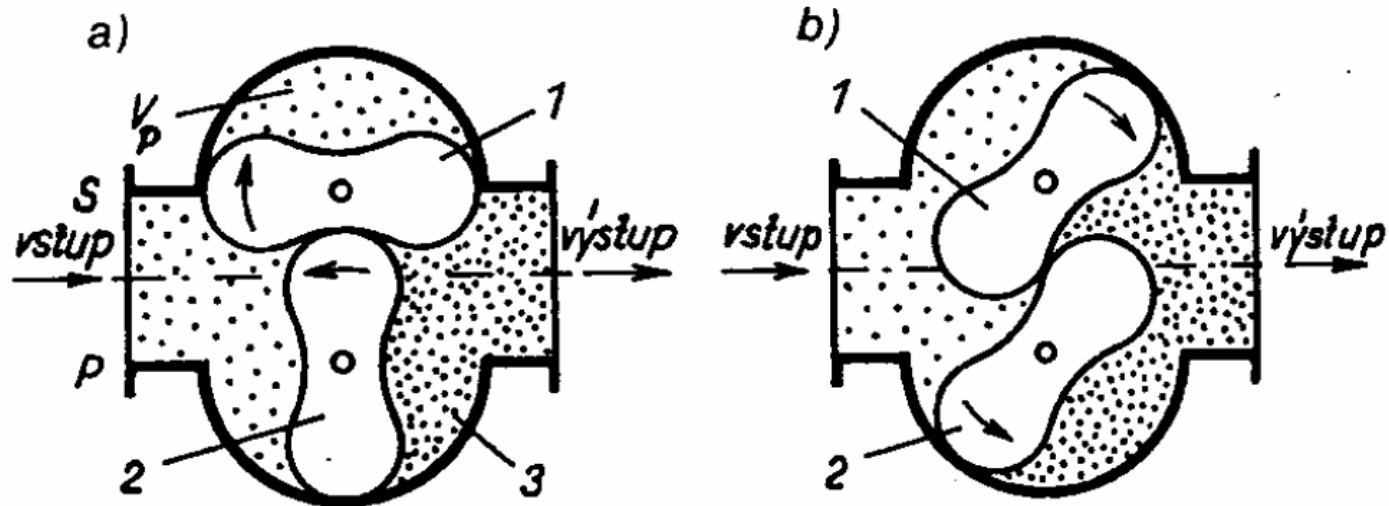


**Obr. 1: Rotační olejová vývěva s lopatkami v rotoru**

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

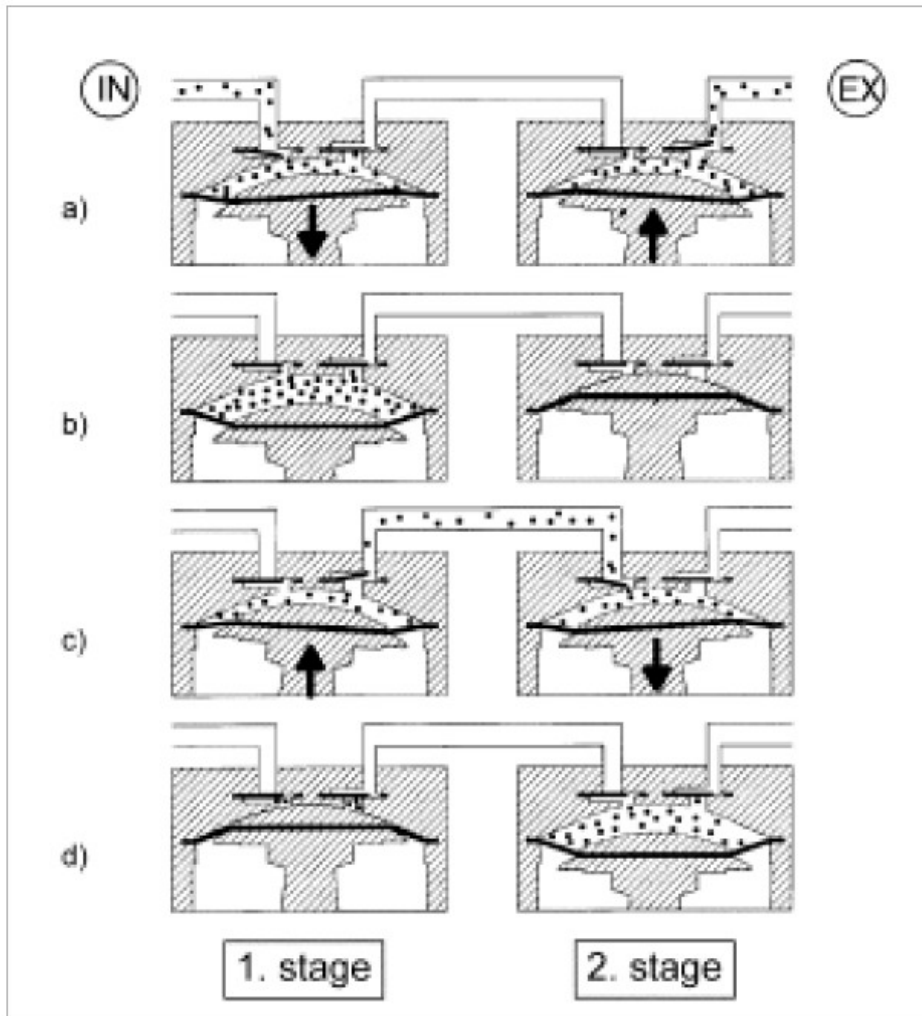
- velká čerpací rychlost
- úzký obor tlaků ( $10 \div 10^{-2}$  Pa)



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

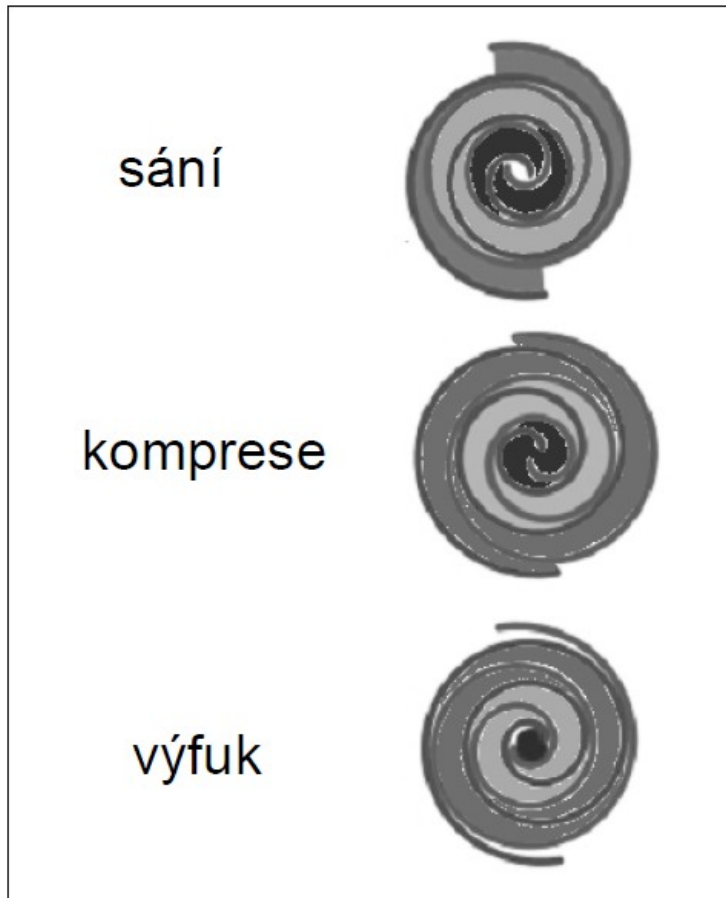
1,2-rotory; 3-stator;  $V_p$ -pracovní objem;

# Membránová vývěva



# „Scroll pump“

scroll = spirála



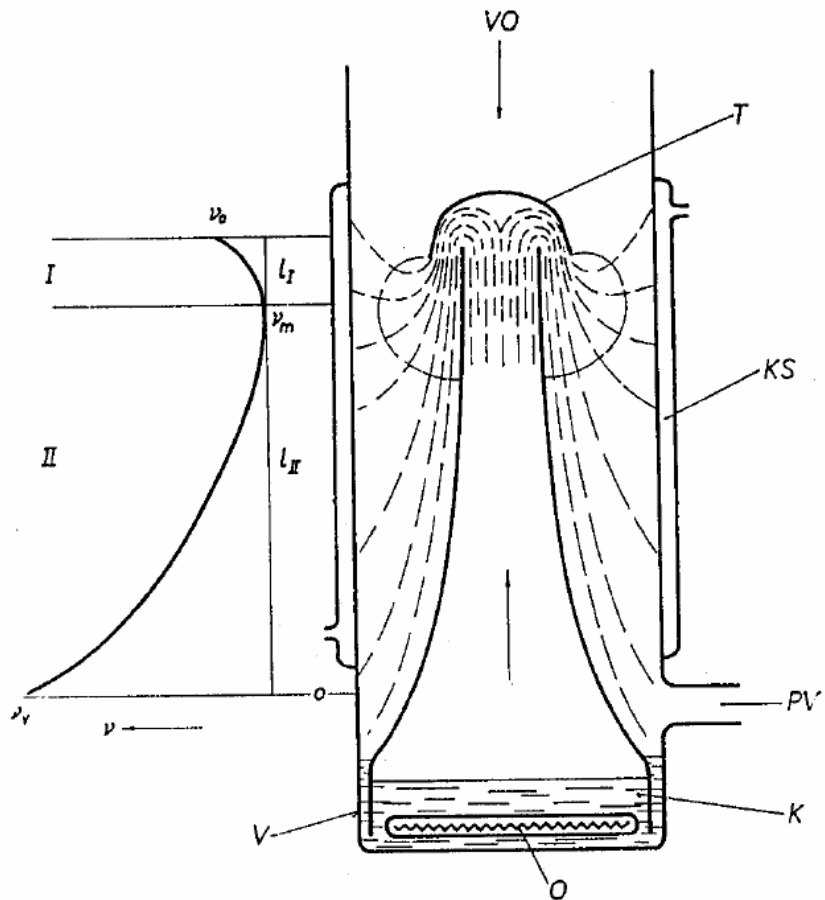
# Difuzní vývěvy

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

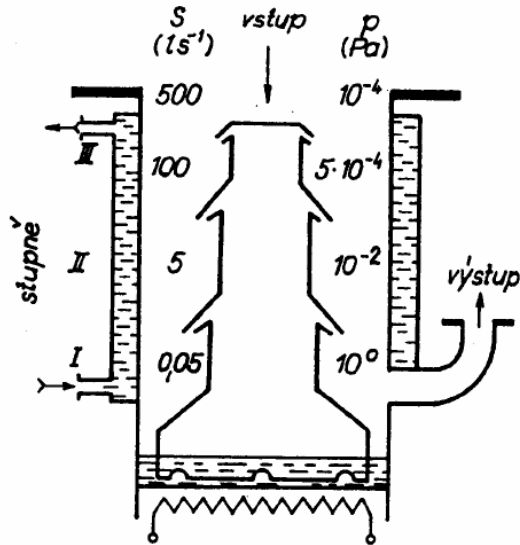
- mezní tlak:  $10^{-4}$  Pa ( $10^{-6}$  Pa )
- čerpací rychlost:  
10 l/s až 100 000 l/s
- prac. náplň: rtuť, parafín, olej

## Obr. 3: Schéma difúzní vývěvy

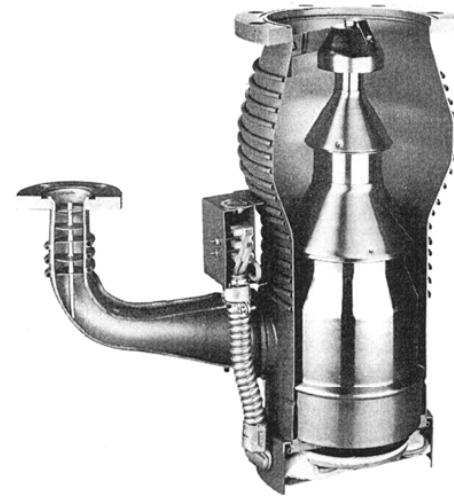
VO-vstupní otvor; T-tryska;  
KS-kondenzační stěna; PV-k pomocné vývěvě; V-varník; K-pracovní kapalina;  
O-topné tělísko



# Difuzní vývěvy vícestupňové



Obr. 4a: Schéma třístapňové difúzní vývěvy



Obr. 4b: Skutečné provedení vícestapňové difúzní vývěvy

Oleje pro difuzní vývěvy – nízký tlak par

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

Diffelen ultra, silikonové – DC704, DC705

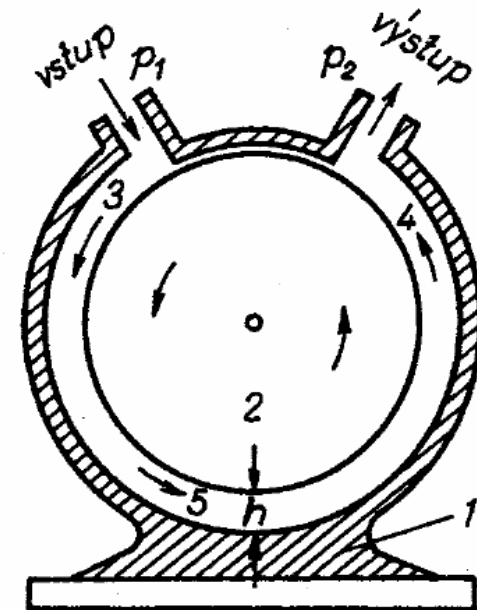
Největší problém difuzních vývěv je zpětné proudění par (lapače, srážeče)

# 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



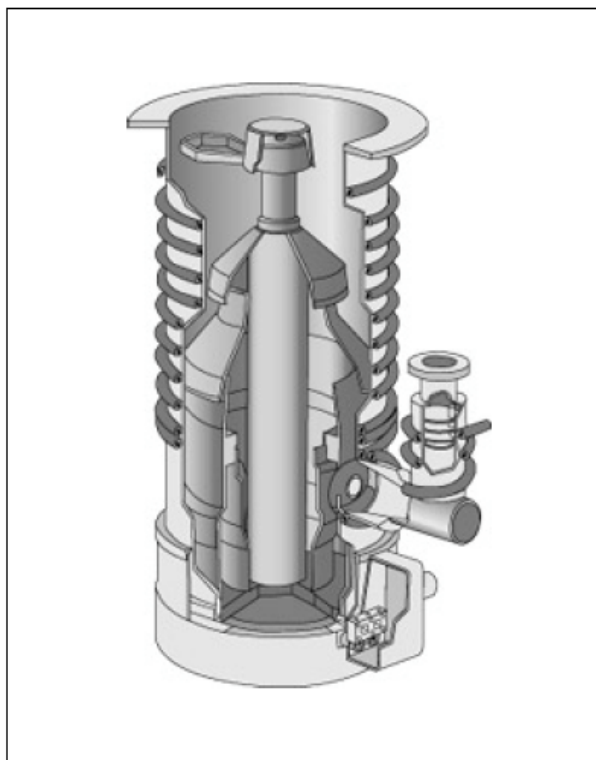
# Difúzní pumpa

čerpací rychlost: 20–3000 l/s

mezní vakuum:  $10^{-6}$  Pa

Výhody: téměř nezničitelná

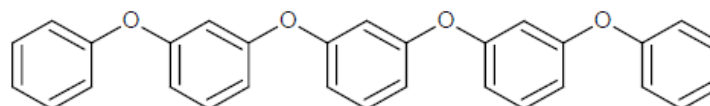
Nevýhody: „backstreaming“  
pomalý start



olej: Santovac 5

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

b.v. 275°C (0,5 Torr)



*m/z* 446

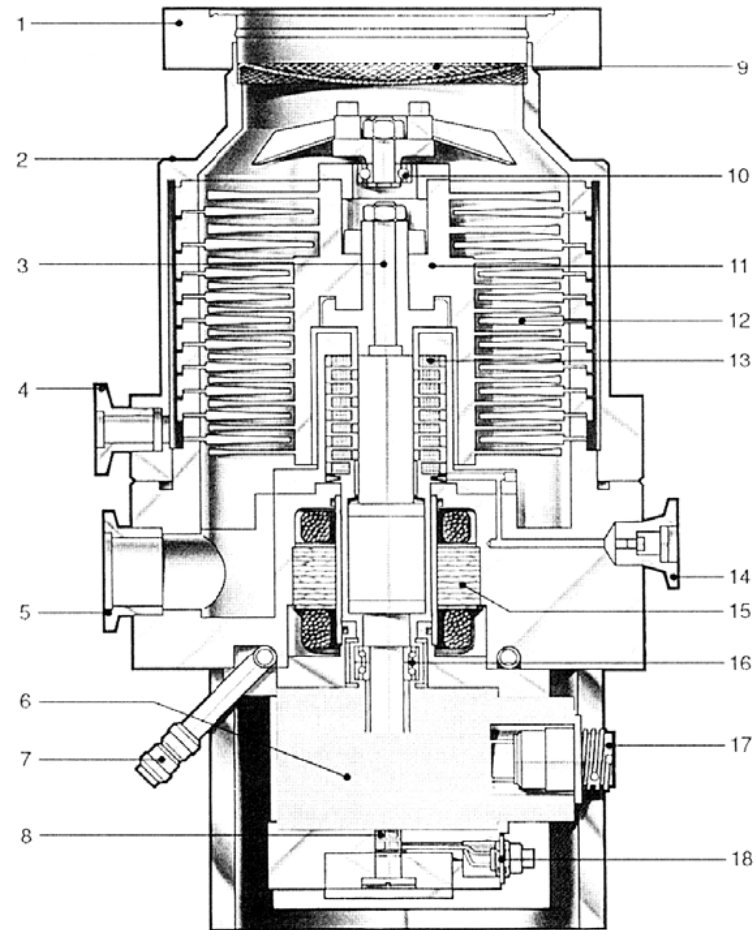


# Turbomolekulární vývěva

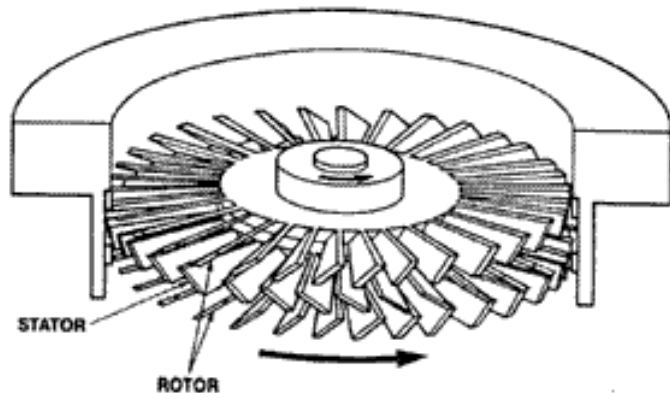
- mezní tlak  $10^{-8}$  Pa
- čerpací rychlost 50 l/s – 5000 l/s
- magnetický závěs

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

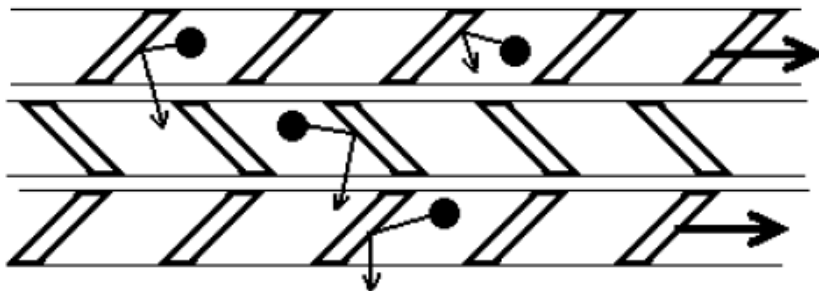
1-příruba; 2-kryt; 3-hřídel motoru;  
5-příruba pomocné vývěvy;  
6-stabilizátor; 7-přípojka chladící vody;  
8-axiální snímač; 9-ochranná síťka;  
10-horní ložisko; 11-rotor; 12-stator;  
13-střední ložisko s permanentním magnetem;  
14-příruba čistícího plynu;  
15-ss motor; 16-spodní ložisko;  
17-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

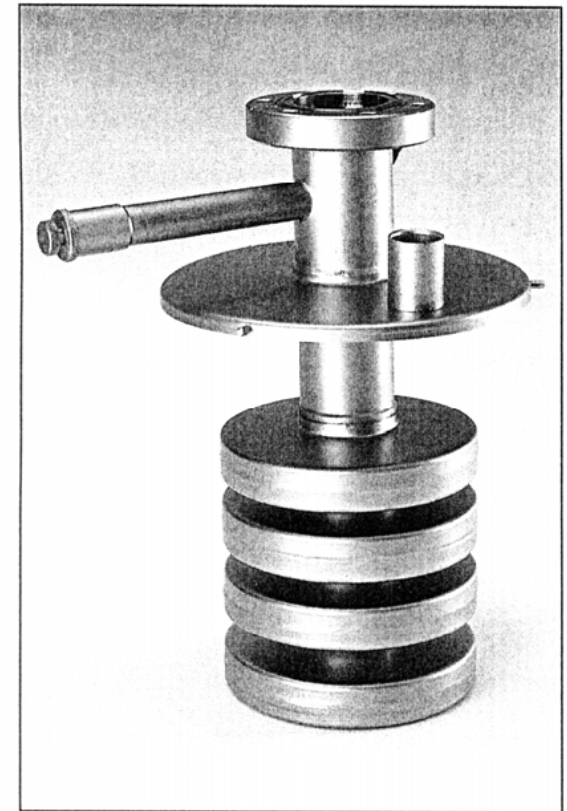
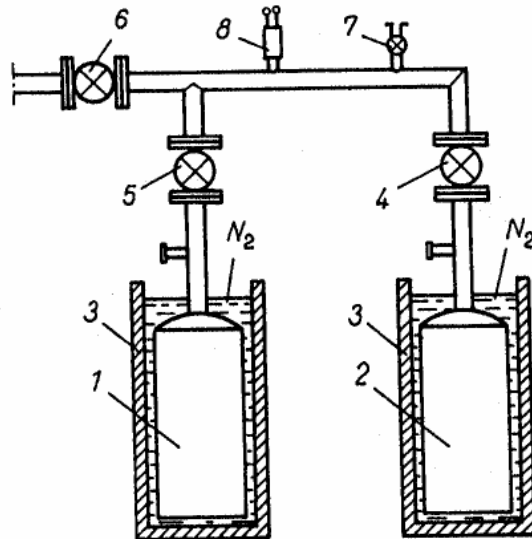
## Sorpční vývěva

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

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

**Obr. 7b Schéma dvou sorpčních vývěv**

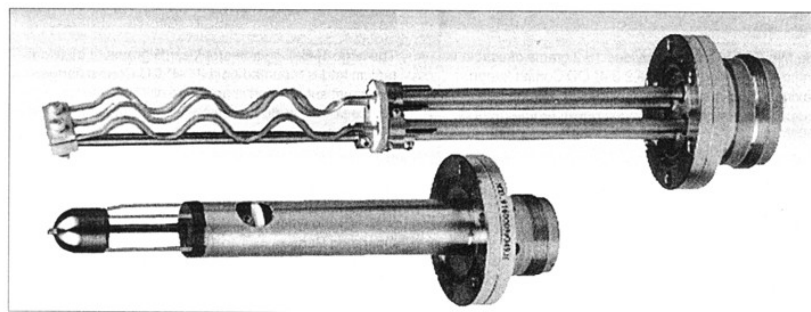
1,2-vývěvy se zeolitem;  
3-nádoby z izolačního materiálu s kapalným dusíkem;  
4,5,6,7-ventily;  
8-vakuometr



**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



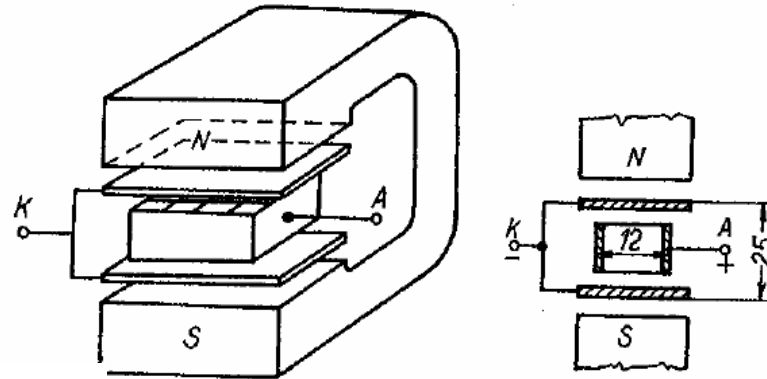
orašováním

Obr. 8: Sublimační vývěva

# Iontová vývěva s rozprašováním titanu

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

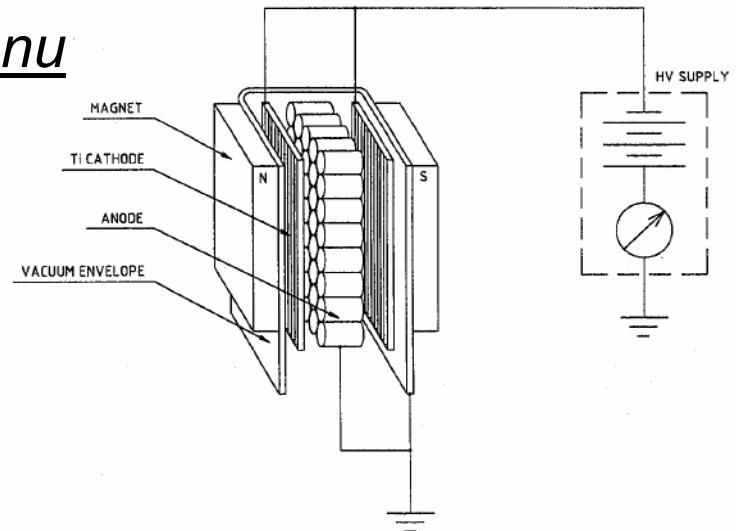
## Diodová



## Triodová s mřížkovou katodou z titanu

Výhody:

- není paměťový jev
- větší čerpací rychlost pro argon



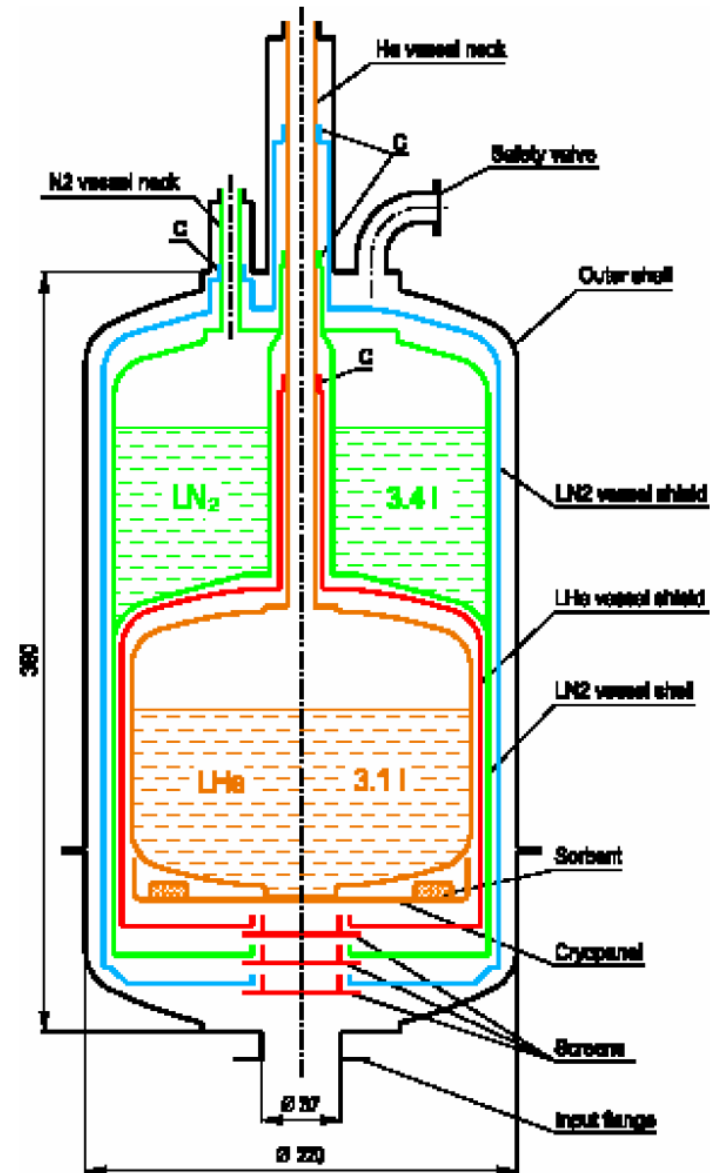


## Kryovývěvy

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

Podle způsobu chlazení

- lážňové (LHe, LN<sub>2</sub>)
- 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 změny odezvy vakuometru v závislosti na změně tlaku

- selektivita

ruzná citlivost pro různé plyny

- vliv na měřené prostředí

změny dočasné (zvýšení teploty)

změny trvalé (tvorba chem. sloučenin např.  $\text{NO}_x$  ve výbojích)

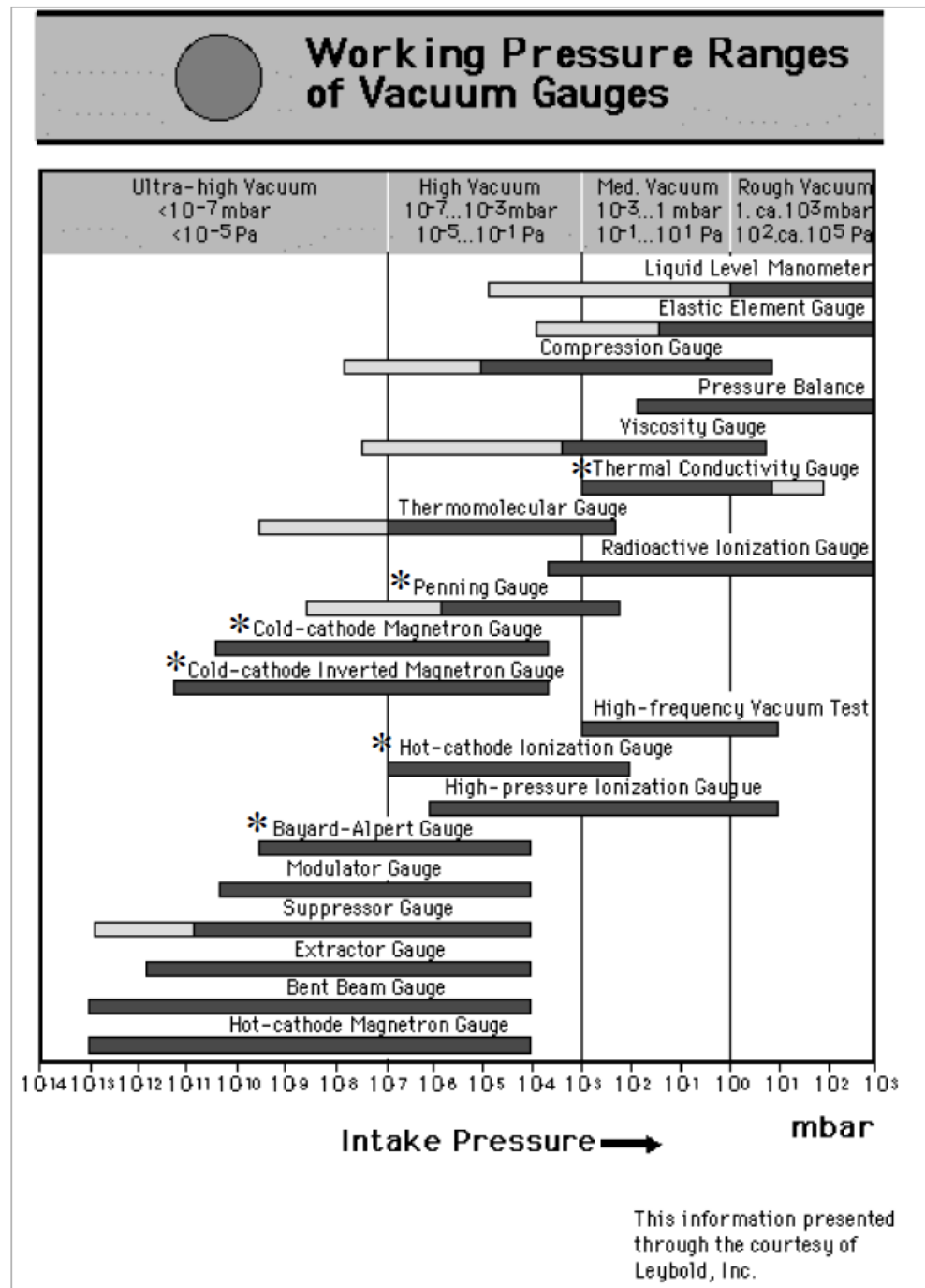
sorpce, desorpce, „zamoření“ parami, čerpací efekt apod.



# Typy vakuometrů

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

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

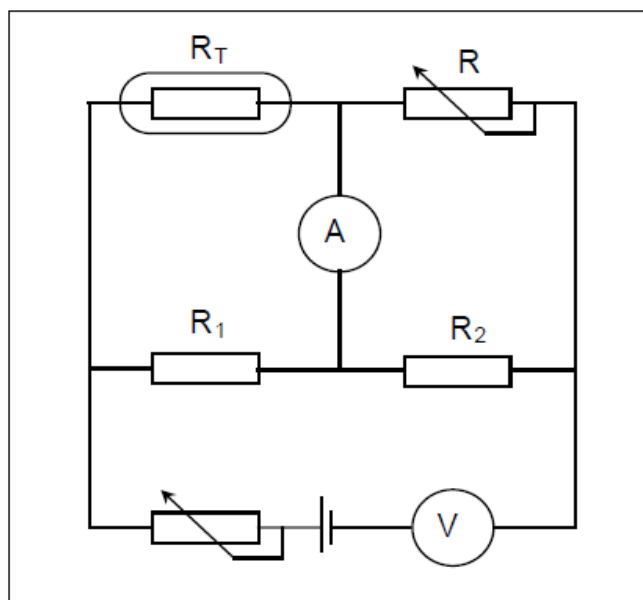


# Odporový vakuometr (Pirani)

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,

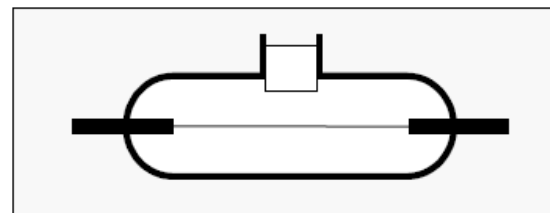
tj. materiály s vysokým teplotním  
odporovým koeficientem  $\alpha$   
( $= 4 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ )

Teplota vlákna: do  $200^\circ\text{C}$

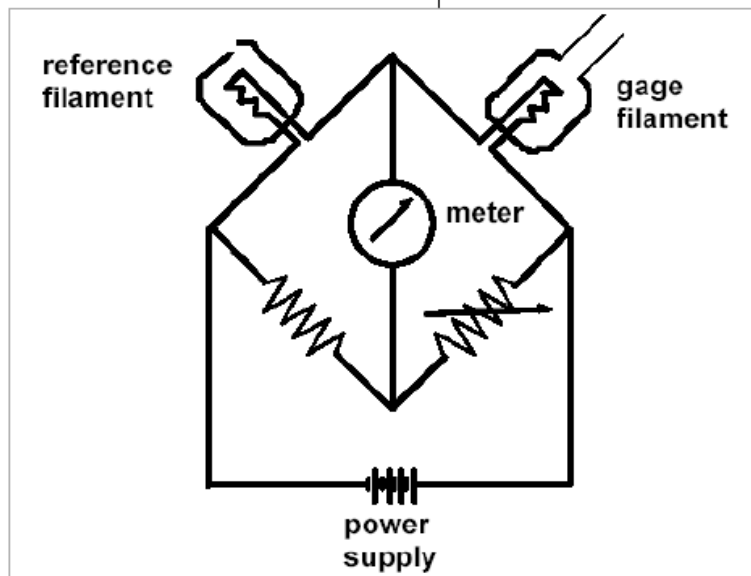
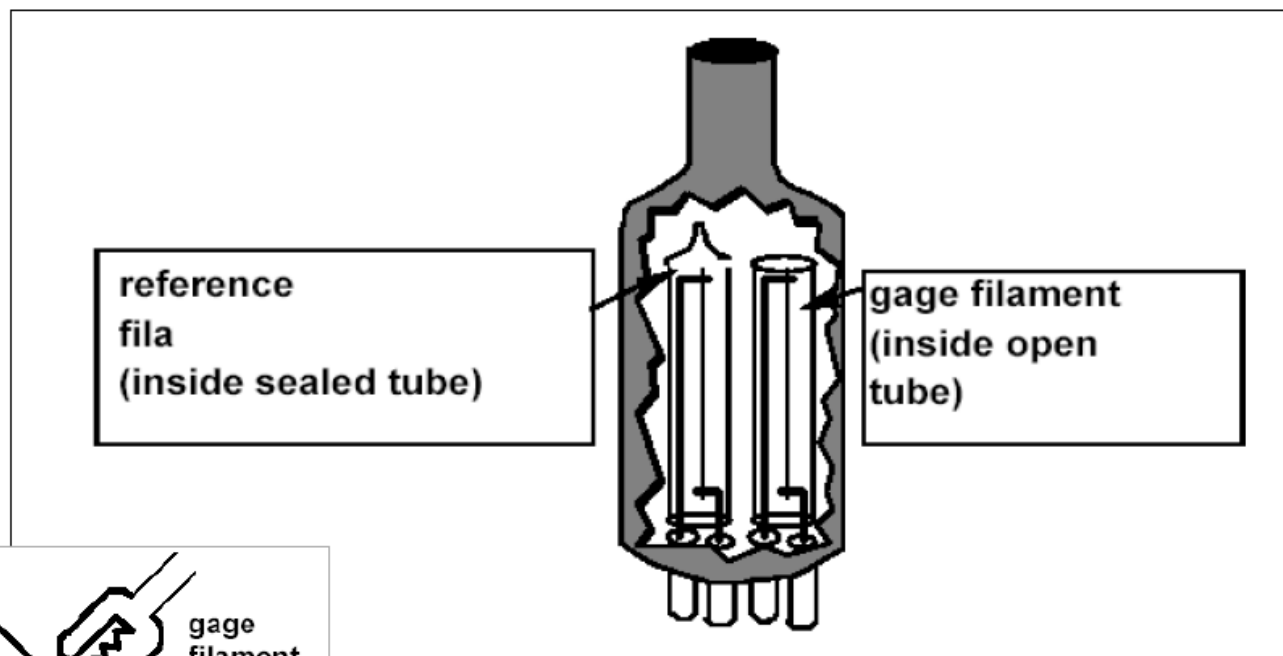
Merící rozsah:  $10^4 - 10^{-1} \text{ Pa}$

Presnost měření:

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

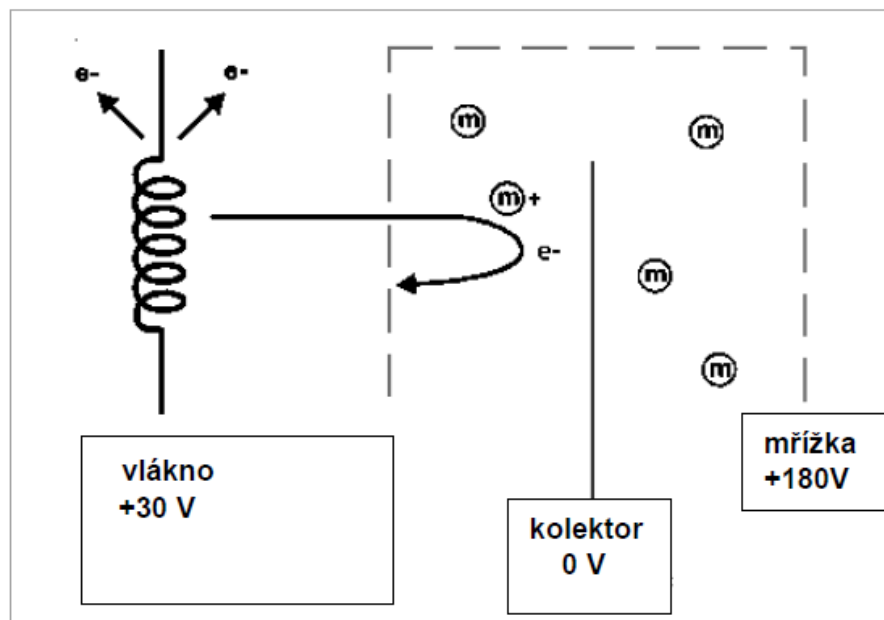


# Odporový vakuometr (Pirani)



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

# Ionizační vakuometr (Bayard-Alpert)



vlákno: W, Ir/ThO<sub>2</sub>

proud vláknem: 4-6 A

emisní proud: 10  $\mu$ A - 10 mA

rozsah: 10<sup>-1</sup> - 10<sup>-9</sup> Pa

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

$I_e$  ... proud elektronů

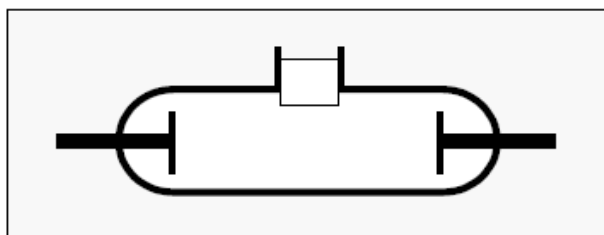
$N$  ... počet molekul v  
jednotce objemu

$l$  ... dráha elektronu

$\eta_{\text{kol}}$  ... účinnost kolektoru

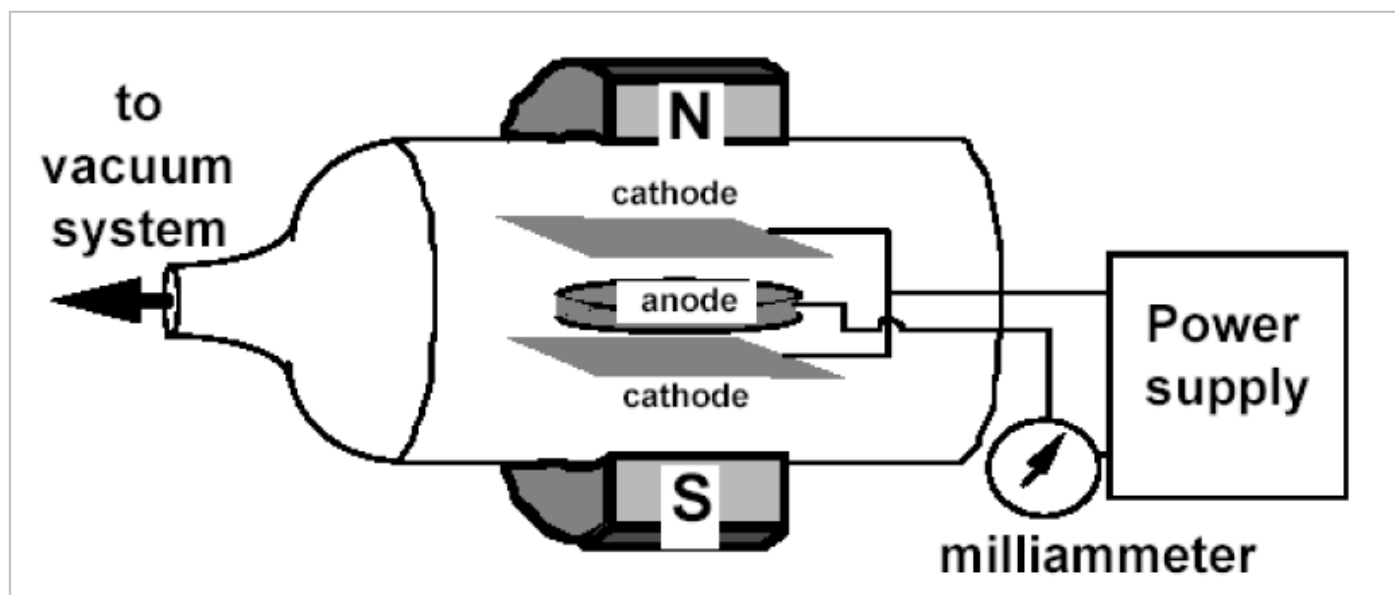


# Výbojový vakuometr



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

F.M. Penning:



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

# Měření parciálních tlaků

---

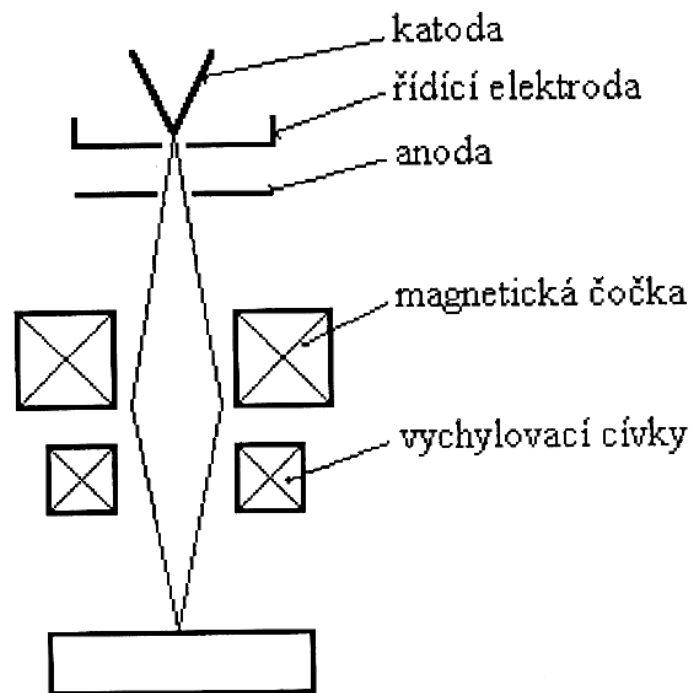
- ▶ Hmotové spektrometry – analýza zbytkových plynů
  - ▶ Ionizace molekul plynu
  - ▶ Odvádění vzniklých iontů na kolektor působením elektrických nebo magnetických polí
  - ▶ Podle časového průběhu těchto polí dopadají na kolektor je ionty určité hmotnosti
- ▶ Kvadrupólový systém – 4 rovnoběžné válcové (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



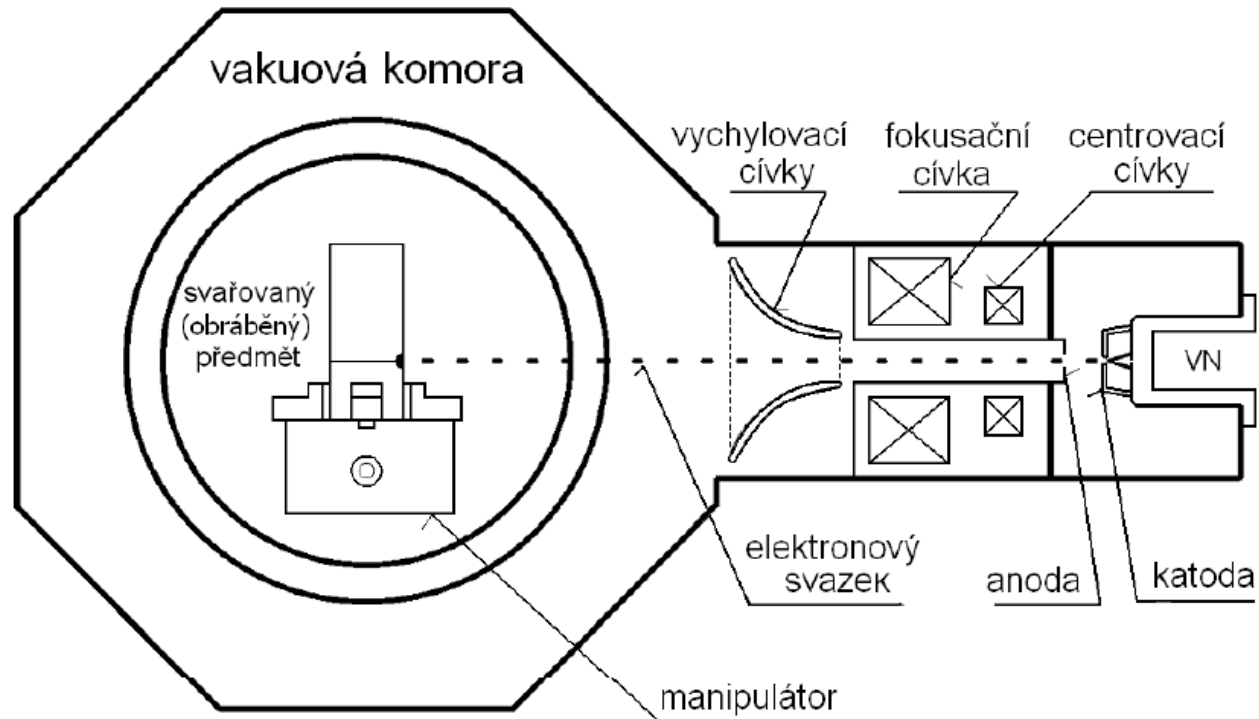
vakuum  $10^{-2} \div 10^{-3}$  Pa

Výhody: čistota svaru, vakuové přetavení svarového kovu

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



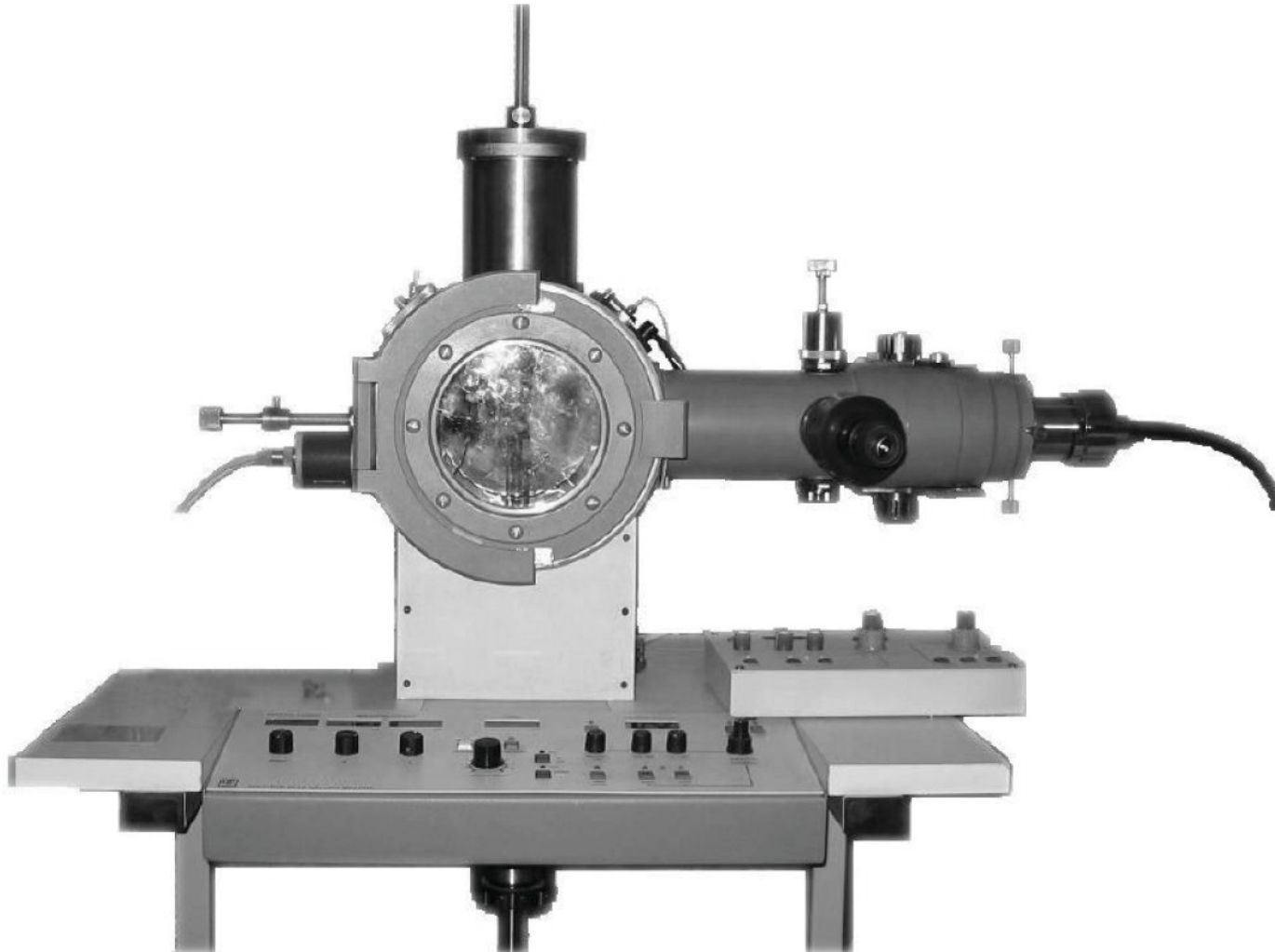
# Elektronová svářečka SES-1



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

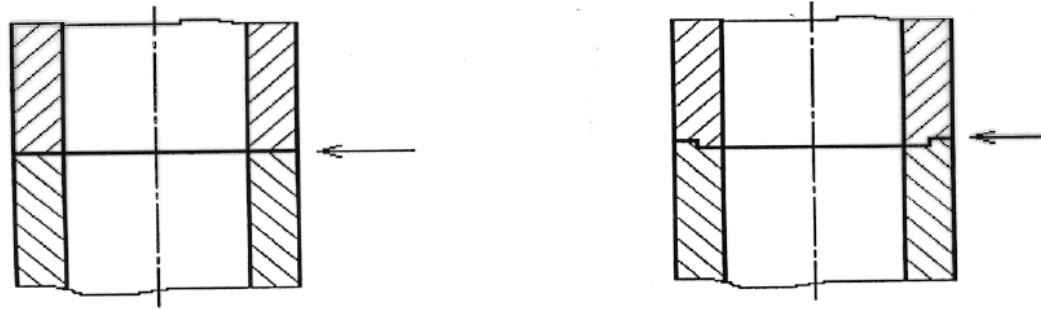
# Svářečka elektronovým paprskem

---

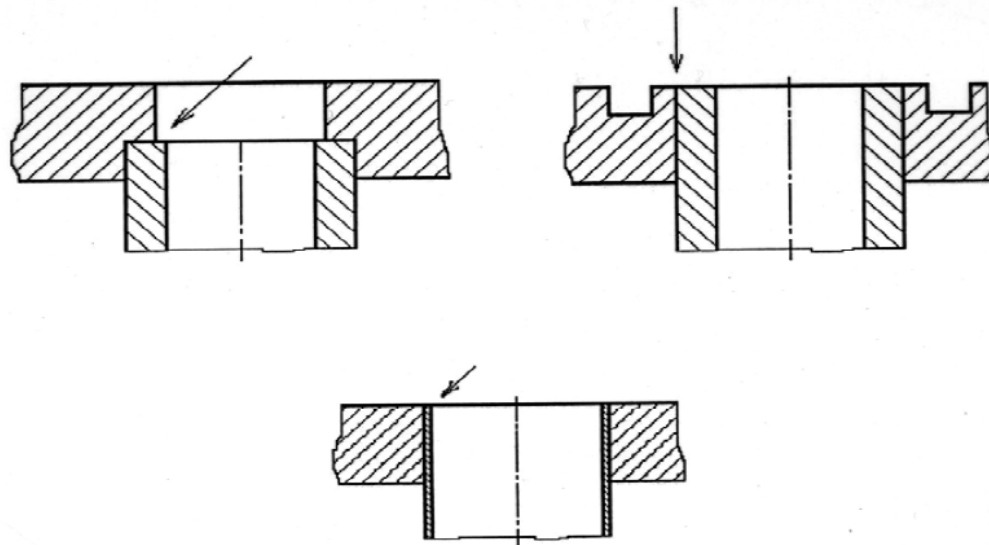


13

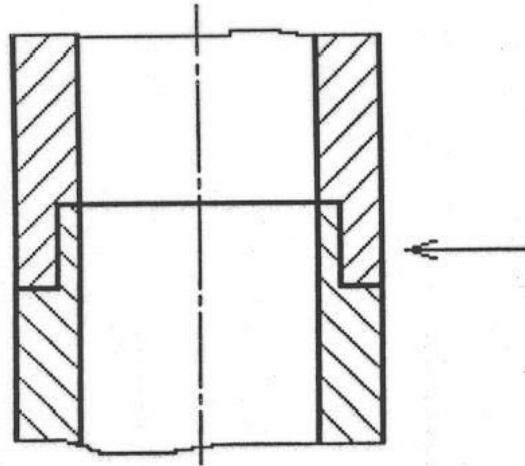
# Konstrukce spoje



## 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

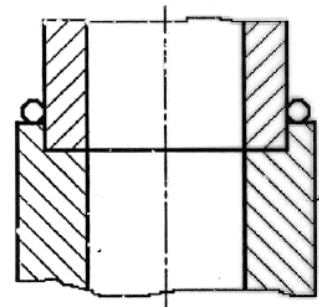
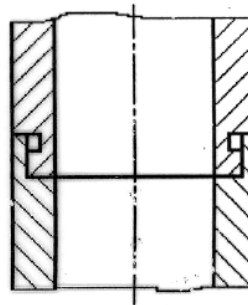
- vakuum:  $10^{-1} \div 10^{-3}$  – nelze použít s Zn, Cd ...
- způsob ohřevu: radiací, vf, elektronový svazek

### 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