

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение
высшего профессионального образования
«Томский государственный университет систем управления и
радиоэлектроники»

Кафедра электронных приборов

Основы технологии оптических материалов и изделий

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ГАЗОВЫДЕЛЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ В ВАКУУМЕ

Методические указания к лабораторной работе
для студентов направления 200700.62 – Фотоника и
оптоинформатика

621.385
О-662

УДК 621.385:539.219.1(076.5)

Орликов, Леонид Николаевич.

Исследование процессов газовой выделения материалов в вакууме = Основы технологии оптических материалов и изделий: методические указания к лабораторной работе для студентов направления 200700.62 – Фотоника и оптоинформатика / Л. Н. Орликов; Министерство образования и науки Российской Федерации, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, Кафедра электронных приборов. - Томск : ТУСУР, 2011. - 13 с.

Целью настоящей работы является изучение процесса газовой выделения, определение количества выделившегося газа и скорости газовой выделения при прогреве образца в вакууме, изучение скорости газовой выделения в зависимости от режимов обезгаживания, выяснение механизма газовой выделения.

В ходе выполнения работы у студентов формируются:

- способность выполнять задания в области сертификации технических средств, систем, процессов, оборудования и материалов (ПК-25);
- способность разрабатывать инструкции по эксплуатации используемого технического оборудования и программного обеспечения для обслуживающего персонала (ПК-32).

Предназначено для студентов очной и заочной форм, обучающихся по направлению «Фотоника и оптоинформатика» по курсам «Основы технологии оптических материалов и изделий».

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Томский государственный университет систем управления и
радиоэлектроники»

Кафедра электронных приборов

УТВЕРЖДАЮ
Зав.кафедрой ЭП
_____ С.М. Шандаров
« ____ » _____ 2011 г.

Основы технологии оптических материалов и изделий

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ГАЗОВЫДЕЛЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ В ВАКУУМЕ

Методические указания к лабораторной работе
для студентов направления 200700.62 – Фотоника и оптоинформатика

Разработчик

д-р техн. наук, проф.каф.ЭП
_____ Л.Н.Орликов
« ____ » _____ 2011 г.

Содержание

1 Введение.....	3
2 Теоретическая часть.....	3
2.1 Общие требования.....	3
2.2 Скорость газовыделения.....	4
2.3 Время обезгаживания.....	5
2.4 Определение рода выделившегося газа.....	6
2.5 Определение механизма газовыделения.....	7
2.6 Контрольные вопросы.....	8
3 Экспериментальная часть.....	8
3.1 Оборудование.....	8
3.2 Задание на работу.....	10
3.3 Методические указания по выполнению работы.....	10
3.4 Содержание отчета.....	12
4 Рекомендуемая литература.....	13

1 Введение

Материалы деталей электровакуумных приборов, подвергающиеся в процессе их обработки воздействию воздуха и других газов, сорбируют их в больших или меньших количествах. Количество газа, которое может быть поглощено твердым телом, скорость поглощения и обратного выделения сорбированного газа, а также прочность его связи с твердым телом зависит от вида взаимодействия, от давления газа и температуры. Различают три вида взаимодействия при поглощении газа твердым телом:

- адсорбцию;
- растворение;
- химическое взаимодействие.

При понижении давления во всех случаях количество газа, связанного твердым телом, уменьшается, причем скорость десорбции увеличивается при повышении температуры.

Целью настоящей работы является изучение процесса газовой выделенности, определение количества выделившегося газа и скорости газовой выделенности при прогреве образца в вакууме, изучение скорости газовой выделенности в зависимости от режимов обезгаживания, выяснение механизма газовой выделенности.

В итоге выполнения лабораторной работы студент должен

- *знать*: физические принципы работы приборов для измерения электрических величин и вакуума;
- *уметь*: определять экспериментальным или расчетным путем оптимальные режимы проведения технологических операций по обезгаживанию материалов; использовать для анализа процессов стандартные программные продукты;
- *владеть* основными навыками анализа достоинств и недостатков известных технологий формирования оптических материалов на элементах электроники и наноэлектроники с позиций газовой выделенности материалов в вакууме.

2 Теоретическая часть

2.1 Общие требования

Если детали прибора будут недостаточно полно освобождены от поглощенных газов в процессе его изготовления, выделение газа будет продолжаться при эксплуатации прибора, что приведет к ухудшению его качества и преждевременному выходу из строя. Выделяющийся в готовом приборе газ может быть поглощен специально вводимым газопоглотителем, однако скорость поглощения газа может быть недостаточной при интенсивном его выделении, а при большом количестве выделяющихся газов газопоглотитель будет быстро насыщен. В связи с этим необходимо возможно более полное освобождение деталей прибора от поглощенных газов, как в процессе предварительной обработки, так и на откачке. Обезгаживание деталей на откачке является одной из важнейших и наиболее

длительных стадий всего процесса обработки прибора

Длительность и полнота обезгаживания прибора в большой степени зависят от выбора материала деталей прибора и режима их предварительной обработки. Для обоснования такого выбора наиболее целесообразным является предварительное определение количества и состава газов, выделяемых в вакууме соответствующими деталями. Важно также знать скорость выделения газов данной деталью прибора при различных режимах обезгаживания для оптимального выбора технологического режима обработки прибора и расчета вакуумной системы откачного оборудования.

2.2 Скорость газовыделения

Скорость выделения газов может быть найдена путем дифференцирования выражения для количества газа, выделяемого каждой единицей поверхности детали определенной толщины за время обезгаживания. Это выражение является решением уравнения Фика для нестационарного процесса диффузии [1, 2].

$$Q_t = \frac{8a \cdot C_0}{\pi^2} \left[1 - \exp\left(-\frac{D\pi^2}{4a^2}t\right) \right], \quad (2.1)$$

где Q_t – количество выделившегося газа, с единицы поверхности детали, $\text{м}^3 \cdot \text{Па}/\text{м}^2$;

a – половина толщины материала детали, м;

C_0 – начальная концентрация газа внутри материала детали, $\text{м}^3 \cdot \text{Па}/\text{м}^3$;

D – коэффициент диффузии газа в материале детали, $\text{м}^2/\text{с}$;

t – время обезгаживания, с.

Соответственно удельная скорость газовыделения будет определяться выражением

$$q' = \frac{dQ_t}{dt} = \frac{2DC_0}{a} \cdot \exp\left(-\frac{D\pi^2}{4a^2}t\right), \quad (2.2)$$

где q' – удельная скорость газовыделения, $\text{м}^3 \cdot \text{Па}/(\text{м}^2 \cdot \text{с})$.

Как видно из выражения (2.2), скорость газовыделения определяется не только концентрацией газа в материале, но и коэффициентом диффузии газа D . Коэффициент диффузии сильно зависит от температуры и рассчитывается по формуле

$$D = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{E_D}{jRT}\right), \quad (2.3)$$

где D_0 – константа диффузии, $\text{м}^2/\text{с}$;

E_D – энергия активации диффузии для данной системы газ - твердое тело, Дж/кмоль;

j – коэффициент, зависящий от характера взаимодействия газа с твердым телом, равный единице для систем с молекулярным взаимодействием (газ - неметаллы) и числу атомов в молекуле газов,

растворяющихся в твердых телах (обычно металлы) в атомарном виде;

T – температура тела, К;

R – газовая постоянная ($R = 8,3146 \cdot 10^3$ Дж/(К · кмоль)).

В табл. 2.1 представлены значения констант диффузии для некоторых металлов и энергии активации.

Таблица 2.1 – Константы диффузии и энергии активации

Газ	H ₂				O ₂		Co	
	Fe	Ni	Cu	Mo	Fe	Ni	Fe	Ni
Металлы								
Коэффициенты <i>До</i> 10^7 м ² /с	1,5	30,0	11,0	0,7	3,9·10	1,9	130,0	5,4
E_D 10^6 Дж/кмоль	14,7	72,0	153,0	174,0	83,0	679,0	163,0	197,0

Попадание заряженных частиц на поверхность стимулирует выделение газов. С одной стороны это связано с диссоциацией молекул (например, на один электрон высвобождается до десяти молекул газа), с другой стороны происходит высвобождение газа с приповерхностных слоев (в зависимости от пробега электронов в веществе). На рис.2.1 представлено сравнение различных способов нагрева.

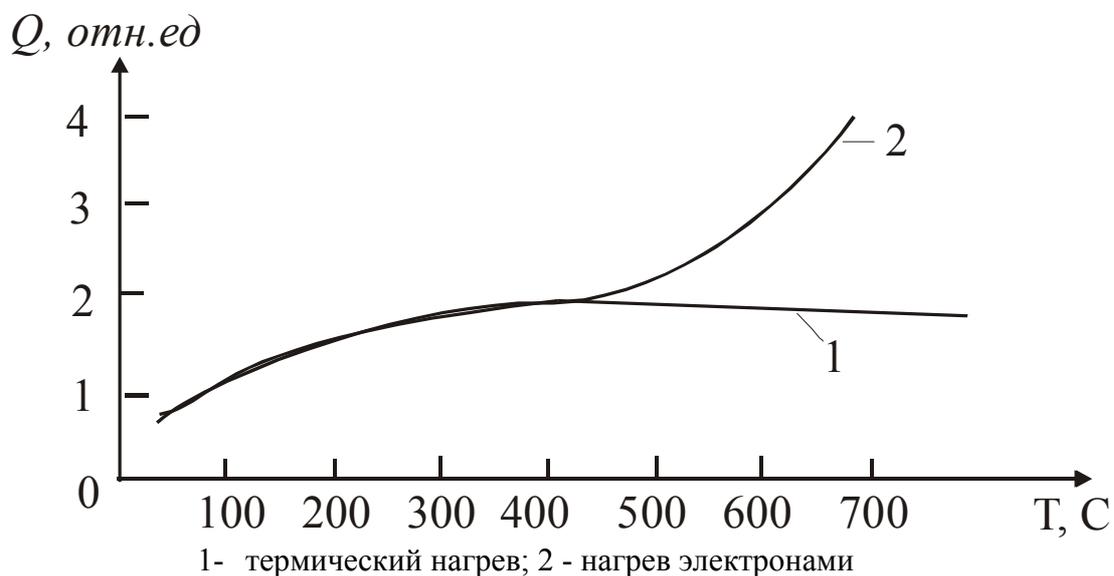


Рисунок 2.1 - Сравнение различных способов нагрева

2.3 Время обезгаживания

Время обезгаживания, необходимое для достижения заданной степени обезгаживания, можно определить, воспользовавшись выражением (2.1). В предельном случае время обезгаживания определяется

выражением (2.4)

$$t = 1,2 \cdot \frac{a^2}{D}. \quad (2.4)$$

2.4 Определение рода выделившегося газа

Спектр выделившихся газов зависит от рода материала, способа изготовления и предварительной очистки, условия эксплуатации и т.д. Так прессованные материалы (алюминий, пластмассы) выделяют при откачке запрессованные газы. Многие материалы поглощают газы из атмосферного воздуха (например, керамика, стекло). На рис. 2.2 приведена зависимость потока газа, выделившегося из стекла, от температуры.

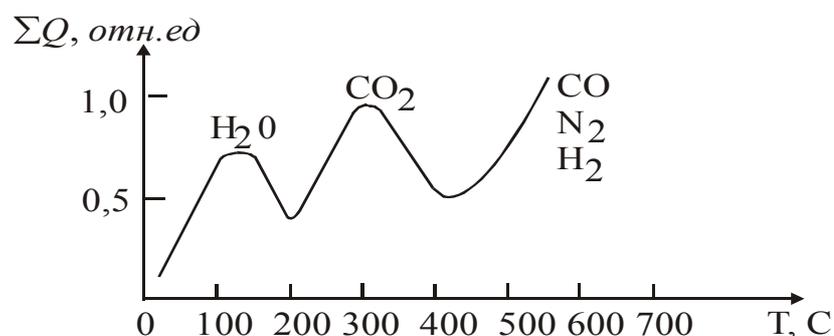


Рисунок 2.2- Зависимость потока газа от температуры

Многие материалы не пригодны для использования в высоком вакууме из-за большого газовыделения (например, резина, тканые материалы, вата, бумага и т.д.).

Определить род выделившегося газа без применения масс-спектрометрической аппаратуры можно, в случае чисто диффузионного механизма газовыделения, по величине коэффициента диффузии. Для определения коэффициента диффузии необходимо знать зависимость скорости газовыделения q' от времени при постоянной температуре (экспериментальная зависимость $q' = d(t)$). Прологарифмируем выражение (2.2)

$$\ln q' = \ln \frac{2 \cdot C_0 D}{a} - \frac{D \pi^2}{4a^2} t. \quad (2.5)$$

Таким образом, зависимость логарифма скорости газовыделения от времени представляет собой прямую линию с начальной ординатой $\ln \frac{2 \cdot C_0 D}{a}$ и углом наклона, определяемым коэффициентом при t ($\operatorname{tg} \alpha = \frac{D \pi^2}{4a^2}$). Откуда

$$D = \frac{4a^2}{\pi^2} \operatorname{tg} \alpha .$$

Найдя коэффициент диффузии по экспериментальным данным, сравниваем его значение со значениями коэффициентов диффузии для различных газов, подсчитанных по теоретической формуле для данной температуры (температуры обезгаживания). Так как в лабораторной работе исследуется газовыделение из различных образцов, то для расчета коэффициентов диффузии в области температур от 673 до 1123 К следует пользоваться следующими формулами [2]:

$$D_{H_2} = 9,5 \cdot 10^{-4} \exp\left(-\frac{5421}{T}\right), \quad (2.6)$$

$$D_{C_2} = 1,89 \cdot 10^{-9} \exp\left(-\frac{40770}{T}\right), \quad (2.7)$$

$$D_{CO} = 5,4 \cdot 10^{-7} \exp\left(-\frac{11600}{T}\right), \quad (2.8)$$

$$D_C = 1,2 \cdot 10^{-5} \exp\left(-\frac{16540}{T}\right), \quad (2.9)$$

где $D_{H_2}, D_{C_2}, D_{CO}, D_C$ – коэффициенты диффузии, m^2/s .

Основными компонентами выделяющегося газа являются вода, водород, окись углерода и двуокись углерода [3-6]. При этом в случае избытка кислорода в поверхностном слое образуется, главным образом, двуокись углерода, а при его недостатке - окись углерода.

2.5 Определение механизма газовой выделения

Для определения механизма газовой выделения следует основываться на форме кривых зависимости скорости газовой выделения от времени при изотермическом обезгаживании .

При глубинном обезгаживании при наличии диффузионного механизма газовой выделения (как отмечалось в подразделе 2.4) зависимость $\ln q'$ от времени представляет собой прямую линию. При малой продолжительности обезгаживания, когда глубина обезгаживания меньше половины толщины материала детали, удельная скорость газоотделения описывается уравнением

$$q' = C_0 \sqrt{\frac{D}{\pi t}} . \quad (2.10)$$

Прологарифмировав выражение (2.10), получаем

$$\ln q' = \ln(C_0 \cdot D^{1/2} \cdot \pi^{-1/2}) - \frac{1}{2} \ln t . \quad (2.11)$$

Построив зависимость удельной скорости газовой выделения от времени в логарифмическом масштабе, получим прямую линию.

Скорость газовой выделения хемосорбированного газа пропорциональна

$1/t$, а газа, образующегося при поверхностной термической диссоциации, $- 1/t^2$.

Таким образом, для идентификации механизма газовой выделенной необходимо построить в логарифмическом масштабе экспериментально полученную зависимость скорости газовой выделенной от времени и в этой же системе координат построить вышеуказанные теоретические зависимости ($q = K_1/t^{1/2}$; $q = K_2/t$; $q = K_3/t^2$).

Значения констант (K_1, K_2, K_3) для теоретических кривых подсчитывается для точки пересечения экспериментальной зависимости $q = f(t)$ с осью ординат. Параллельность одной из теоретических прямых, экспериментально полученной, свидетельствует об идентичности механизма газовой выделенной.

2.6 Контрольные вопросы

Контрольные вопросы заложены в ЭВМ. Контрольные вопросы студент может взять у старосты группы, которому выдается электронный вариант методического обеспечения дисциплины. Часть вопросов представлена в методическом пособии по самостоятельной работе.

1. Как определить механизм выделения газов из наклона кривых газовой выделенной?
2. Почему высоковакуумные тракты не выполняют из резины?
3. Почему электронно-лучевой нагрев эффективнее термического?
4. Чем объясняется приоритетность спектра выделившихся газов при изменении температуры нагрева?
5. Почему при работе вакуумных систем с потоками ионов, электронов и плазмы производительность откачных средств необходимо увеличивать?
6. Почему для одного и того же материала полированная поверхность выделяет меньше газа?
7. Как рассчитывается газовой выделенной с учетом материала и температуры?
8. Как рассчитывается время обезгаживания изделия.
9. От каких условий зависит скорость газовой выделенной?
10. Как влияет режим предварительной очистки изделий на условия обезгаживания?

3 Экспериментальная часть

3.1 Оборудование

Для выполнения лабораторной работы используется следующее оборудование:

- 1) откачной пост ВУП-4;
- 2) вакуумметрическая аппаратура, включающая вакуумметры

ВИ-14, ВИТ-1А;

- 3) электронный регулятор температуры образца ЭПЦ-17;
- 4) самопишущий прибор ПС1-02;
- 5) исследуемые образцы.

Схема вакуумной системы установки приведена на рис.3.1, а электрическая схема системы нагрева на рис.3.2.

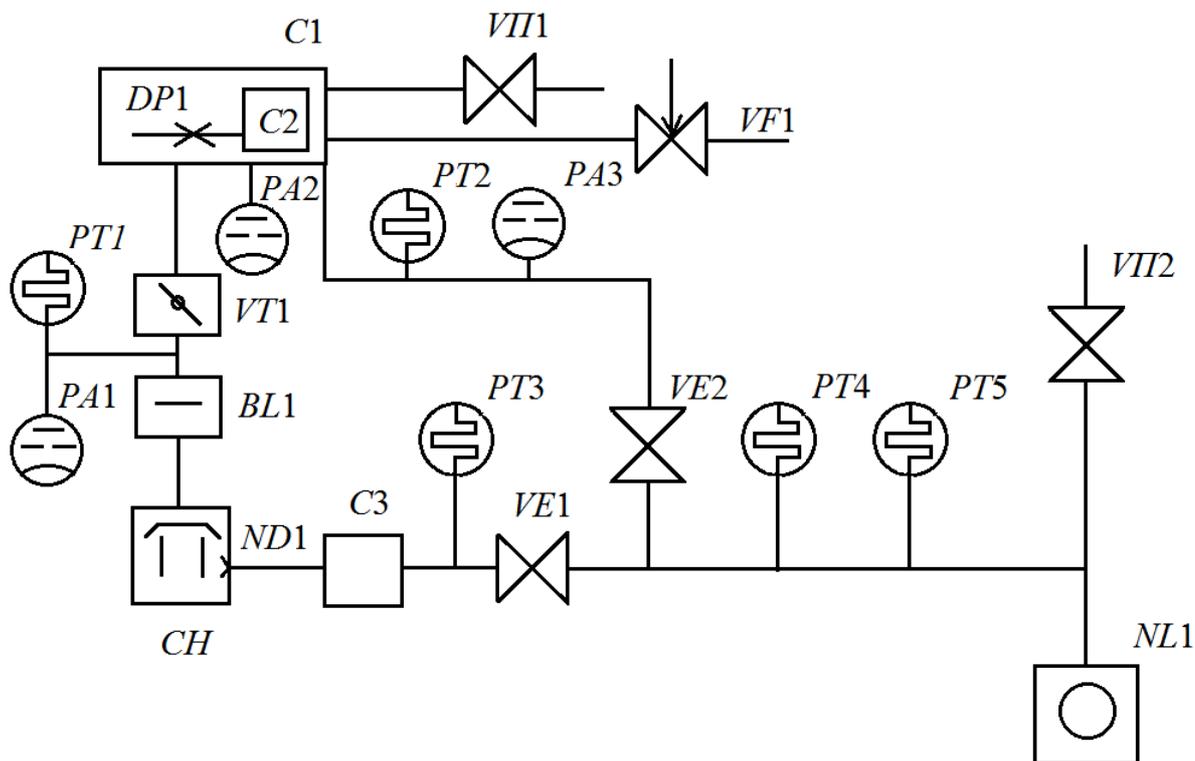


Рисунок 3.1 - Схема вакуумной системы установки

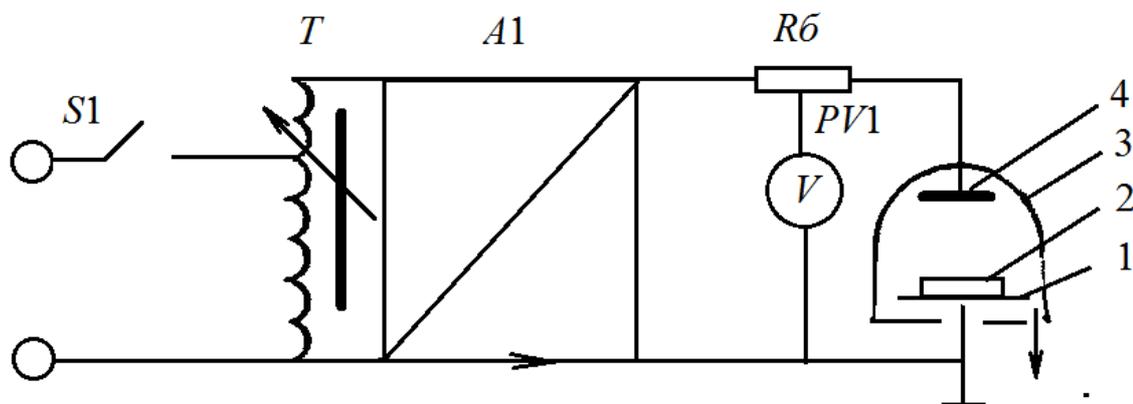


Рисунок 3.2 - Электрическая схема системы нагрева. 1 - катод; 2- образец; 3- камера; 4 - анод.

Обезгаживанию подлежит никелевый образец, выполненный в виде ленты длиной 240 мм, шириной 5 мм и толщиной 0,1 мм. Образец помещен на двух токоподводах в медную реакционную камеру С2, снабженной манометрическим преобразователем ионизационного типа с горячим катодом ПМИ-27 (РА2). Преобразователь ПМИ-27 имеет воздухостойкий окисноитриевый катод на иридиевом керне, что позволяет использовать его для измерения давлений от $4 \cdot 10^{-8}$ до 13 Па. Камера С2 объемом $4,5 \cdot 10^{-4}$ м³ охлаждается водой для уменьшения потока газоотделения со стенок камеры. Камера С2 помещена внутрь камеры С1, откачиваемой насосной группой, состоящей из диффузионного насоса типа Н-160/700 (ND1) и вращательного механического с масляным уплотнением 2НВР-5ДМ (NL1). Откачка внутренней полости реакционной камеры С2 осуществляется через канал в стенке камеры ДР1. Канал диаметром 1 мм и длиной 5 мм имеет выход в камеру С1, т.к. отношение длины канала к его диаметру равно пяти (меньше 20), то такой канал относится к группе коротких вакуумных трубопроводов. Измерение давления в камере С1 осуществляется с помощью манометрических преобразователей ПМТ-2 (PT2) и ПМИ-2 (РА3), подключенных на вход вакуумметра, расположенного в правой стойке поста откачки ВУП-4. Манометрические преобразователи ПМТ-6 (PT3 и PT4) входят в состав потокомера, дросселирующим устройством которого является участок вакуумного трубопровода между точками подсоединения манометрических преобразователей PT3 и PT4.

Для нагрева образца может использоваться электрический разряд.

3.2 Задание на работу

3.2.1. Построить зависимость производительности насоса 2НВР-5ДМ (аналог ВН-2) от давления.

3.2.2. Построить зависимость потока газа (который может откачать насос) от давления в диапазоне нелинейной характеристики.

3.2.3. Составить уравнение газового баланса вакуумной системы.

3.2.4. Провести расчет вакуумной системы

3.2.5. Рассчитать коэффициенты диффузии, задавшись температурой обезгаживания.

3.2.6. Составить программу проведения эксперимента.

3.3 Методические указания по выполнению работы

3.3.1. Нахождение скорости газовыделения и количества газа, выделившегося из образца, основывается на определении потока газа из объема, содержащего испытуемый образец. В данной работе для измерения потока газа используется метод одного калиброванного сопротивления и двух манометрических преобразователей. Данный метод

обеспечивает непрерывные измерения потока. Он широко применяется в промышленности и лабораторной практике. Для измерения потока газа в вакуумной системе устанавливают калиброванное сопротивление (в данном случае канал диаметром 1 мм и длиной 5 мм). При движении газа на калиброванном сопротивлении возникает разность давлений, которая измеряется с помощью манометрических преобразователей $PA2$ и $PA3$, устанавливаемых по обе стороны сопротивления. Поток газа рассчитывается по уравнения

$$Q = U_k \cdot (P_1 - P_2), \quad (3.1)$$

где U_k - проводимость канала, $\text{м}^3 / \text{с}$;

P_1, P_2 - текущее давление по обе стороны канала, соответственно, Па.

Удельное газовыделение может быть найдено из уравнения газового баланса, описывающего изменение давления в откачиваемом объеме под действием процессов газовыделения и откачки.

$$Q = P_n \cdot S_n = P_o \cdot S_o = q^o A_o + q^k A_k, \quad (3.2)$$

где S - скорость откачки;

A - площадь;

n, o, k - индексы, которые относятся соответственно к насосу, объекту, камере.

3.3.2. Для проведения эксперимента необходимо подготовить установку к работе. Подготовка установки выполняется в следующей последовательности (см. рис.3.1):

1) проверить состояние клапанов $VT1$, $VII1$, $VII2$ (клапан $VII2$ находится сзади установки);

2) проверить состояние всех тумблеров, кнопочных выключателей электрических блоков. Их исходное состояние в положении «ВЫКЛЮЧЕНО»;

3) подать напряжение на установку, нажав кнопку «СЕТЬ» в правой стойке ВУП-4;

4) запустить механический насос $NL1$ путем нажатия кнопки с гравировкой «ФН» (несколько раз);

5) проверить работоспособность механического насоса по вакуумметру ВИТ-1А (преобразователь $PT5$);

6) после достижения давления на входе насоса менее 8 Па включить откачку камеры $C1$ нажатием кнопки с гравировкой "ПВ". При этом открывается электромагнитный клапан $VE2$;

7) измерить давление в камере $C1$ с помощью преобразователя $PT2$ и вакуумметра, встроенного в правую стойку ВУП-4. Для этого включаются кнопки «ИНДИКАТОР ВАКУУМА» и «ПМТ-4М» и проверяется ток накала термопарной лампы, который должен соответствовать значению, указанному на шильдике над кнопкой «ПМТ-4М». В случае необходимости произвести подрегулировку. Затем нажать кнопку с

гравировкой "ФП". Показания прибора будут соответствовать значениям термо-ЭДС манометрического преобразователя. Перевод в единицы измерения давления осуществляется по градуировочной кривой преобразователя;

8) после достижения давления в камере $C1$ 2 Па (50 делений), приступить к выполнению эксперимента.

3.3.3. Для проведения эксперимента необходимо установить выбранный режим обезгаживания. Для этого требуется сделать следующее:

1) ручку автотрансформатора «РЕГ. НАПРЯЖЕНИЯ», расположенную на горизонтальном пульте управления правой стойки, поставить в крайнее левое положение;

2) подать напряжение на автотрансформатор нажатием кнопки « 10^{-6} »;

3) следя за напряжением разряда и постепенно увеличивая ток разряда до 10 мА, довести температуру образца до требуемой;

4) выдержать образец 1-2 мин при выбранной температуре до тех пор, пока давление в камере $C2$ достигает начального значения 5-8 Па.

5) если по условиям эксперимента необходимо определить газовыделение при разной температуре, следует повысить ток разряда образца до следующего значения;

6) после завершения процесса обезгаживания выключить разряд образца путем отжатия кнопки « 10^{-6} ».

3.3.4. Для выключения установки необходимо продолжать следующее:

1) выключить ионизационные вакуумметры, оставив включенными только термопарные;

2) все ручки управления электрических блоков перевести в исходное состояние;

3) закрыть клапан $VT1$;

4) закрыть клапан $VE1$ путем нажатия кнопки с гравировкой "0";

5) выключить механический насос $NL1$ путем отжатия кнопки с гравировкой "ФН" и сразу открыть клапан $VII2$, находящийся на задней стенке поста ВУП-4;

5) выключить все термопарные вакуумметры и обесточить установку.

3.4 Содержание отчета

Отчет должен содержать:

1) вакуумную схему установки с указанием диапазона работы датчиков и насосов;

- 2) схему подколпачного устройства;
- 3) принципиальные электрические схемы низковольтной и высоковольтной частей;
- 4) расчеты диффузии, расчеты удельного газовыделения образца, распечатки отдельных элементов схем и другие материалы обработки результатов на ЭВМ;
- 5) алгоритм включения и выключения установки (ПК-32);
- 6) данные на сертификацию (подтверждение соответствия стандарту) по газовыделению материалов, используемых в эксперименте и из литературных источников (ПК-25).

4 Рекомендуемая литература

1. Данилина Т.И. Смирнова К.И., Илюшин В.А., Величко А.А. Процессы микро- и нанотехнологии: учебное пособие / Томск, Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, 2005.– 316 с., ISBN 5-86889-244-5
2. Орликов Л.Н. Технология материалов и изделий электронной техники: методические указания к лабораторным работам. – Томск: Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, 2007. – 79 с.
3. Орликов Л.Н. Технология материалов и изделий электронной техники: Методическое пособие. – Томск: Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, 2009. – 400 с.

Учебное пособие

Орликов Л.Н.

Исследование процессов газовой выделенной материалов в вакууме

Методические указания к лабораторной работе
по дисциплине «Основы технологии
оптических материалов и изделий»

Усл. печ. л. 0.81 . Препринт
Томский государственный университет
систем управления и радиоэлектроники
634050, г.Томск, пр.Ленина, 40