

一种双工位 NEG 吸气性能测试装置设计

戎振华 成永军* 陈联 孙雯君 董猛 周超 冯天佑 马占吉
(兰州空间技术物理研究所 兰州 730000)

A Design of Sorption Characteristics Test Device with Two Test Stations

RONG Zhenhua, CHENG Yongjun*, CHEN Lian, SUN Wenjun, DONG Meng,
ZHOU Chao, FENG Tianyou, MA Zhanji
(Lanzhou Institute of Physics, Lanzhou 730000, China)

Abstract A test device is designed to measure the NEG properties by either the constant pressure or the constant volume method. The device has two test stations with symmetrical structures, which can pretest and test two samples at the same time. The device has a reasonable structure and high test efficiency. The test device can directly output performance parameters by software, such as sorption rate and sorption quantity. The test results show that the vacuum of the device is high, such as the vacuum of the sample chamber is better than 1×10^{-7} Pa, the leakage rate is less than 3×10^{-7} Pa·L/s, the test data of the device is high precision and reliable, such as the sorption rate measurement accuracy is 1 mL/s, the sorption quantity measurement accuracy is 1 Pa·mL.

Keywords Two test stations, Constant pressure method, Constant volume method, Sorption characteristics, Conductance

摘要 文章设计了可选择定压法或定容法测量非蒸散型吸气剂(NEG)吸气性能的测试装置,装置设计有两个结构对称的测试工位,可同时对两个测试样品进行预处理和性能测试,装置结构设计合理紧凑,测试效率高。测试装置可直接通过软件输出吸气速率和吸气量等性能参数。测试结果表明该装置本底真空度高,其中样品室真空度优于 1×10^{-7} Pa,漏放气速率小于 3×10^{-7} Pa·L/s;测试数据精度高且可靠,其中吸气速率测量精度达 1 mL/s,吸气量测量精度达 1 Pa·mL。

关键词 双工位 定压法 定容法 吸气性能 小孔流导

中图分类号: TH813

文献标识码: A

doi: 10.13922/j.cnki.cjvst.202310007

吸气剂按照如何获取吸气剂的活性吸气表面或者激活时吸气剂的材料形态是否发生变化来分类,可分为蒸散型吸气剂(Evaporable Getter)和非蒸散型吸气剂(Non-evaporable Getter, NEG)。本文研究的是非蒸散型吸气剂 NEG。NEG 是超高真空获得和真空度维持常用的重要材料,现已广泛应用于复合泵、低温容器绝热层真空维持、电子元器件封装和惰性气体提纯等^[1-2],而 NEG 的性能会直接影响这些器件设备的性能和使用寿命^[3-4]。因此在使用 NEG 之前就需要先测试它的性能。国内在 NEG 性能测试方面仍有不足^[5],其中一个是目前国内还缺乏一种较先进的测试装置和测试方法,而现

有的装置和方法未得到从业人员的普遍认可。还有一个是虽然国内制定有 NEG 性能测试的国家标准^[6],但是标准中缺乏对 NEG 吸气性能测试装置和测试方法具体细致的规定,导致不同的测试装置中系统和测量器件的参数也有差异^[5,7-9],文献中与测试装置真空度相关的参数大多数也未提及^[10-11],而这些对于测试结果准确性有较大的影响。因此,针对 NEG 测试精度要求高、技术性强和使用广泛等特点,急需研建一套标准且先进的测试方法或测试装置。本文设计了一种 NEG 吸气性能测试装置,可以为其他相关人员提供参考和建议。

NEG 吸气性能测试方法基本都采用定容法或

定压法, 本文所设计的测试装置综合采用了定容法和定压法, 同时为了提高测试效率, 装置设计了两个测试工位可同时进行测试。本文还具体介绍了如何通过该测试装置对系统参数中的腔室容积和限流小孔流导值进行测量^[12]。最后给出了测试系统测试不确定度评定和利用该测试装置测试一种含锆类 NEG 薄膜吸气性能的测试结果。

1 测试原理

1.1 定压法

定压法原理如图 1 所示。为了可以定量计算出 NEG 的吸气速率, 需在进气端和吸气剂样品之间安装一个已知流导值 C 的限流元件 $C1$ 。在所设计的装置中, 进气端为贮存室, 由储存测试气体的配气室通过调节微调阀 $W1$ 的开合度可控地持续向贮存室充入气体, 贮存室压力值记为 p_m 。打开限流元件两端的阀门 $V1$ 、 $V2$, 使贮存室 1 和存放 NEG 样品的样品室通过限流元件 $C1$ 连通, 但由于限流元件的存在, 样品室压力会小于贮存室压力, 其压力值记为 p_g 。在测试过程中, 一般会通过调节微调阀 $W1$ 改变贮存室压力来恒定样品室压力 p_g 为某一定值保持不变。则吸气剂吸气速率 $S(t)$ 计算公式如下:

$$S(t) = \frac{C \cdot (p_m - p_g)}{p_g} \quad (1)$$

式中, $S(t)$ 为吸气速率, L/s; C 为限流元件的流导值, L/s; p_m 为贮存室压力, Pa; p_g 为样品室压力, Pa。

NEG 吸气量计算公式如下:

$$Q(t) = C \int_0^t (p_m - p_g) dt \quad (2)$$

式中, $Q(t)$ 为在 t 时间内 NEG 的吸气量, Pa·L; t 为吸气时间, s。

但在实际应用中由于不能连续地测量腔室的压力值, 需设置特定的压力值采样频率, 因此吸气量可按式(3)近似计算:

$$Q = C \sum_{i=1}^n (p_{mi} - p_{gi}) \Delta t_i \quad (3)$$

式中, p_{mi} 为第 i 个时间间隔最后时刻的贮存室压力, Pa; p_{gi} 为第 i 个时间间隔最后时刻的样品室压力, Pa; Δt_i 为第 i 个时间间隔时长。

1.2 定容法

定容法原理如图 2 所示。定容法在测试过程

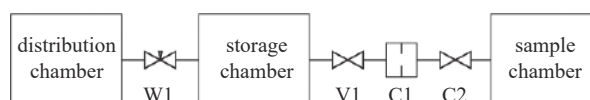


图1 定压法原理示意图

Fig. 1 The principle of constant pressure method

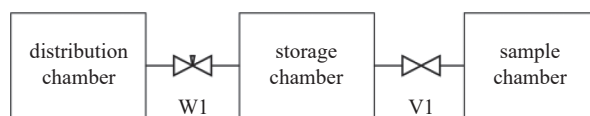


图2 定容法原理示意图

Fig. 2 The principle of constant volume method

中先是利用配气室向贮存室充入一定压力 p_m 的气体, 再打开膨胀阀门 $V1$ 一次性向样品室中充入测试气体, 随着 NEG 对测试气体的吸附, 腔室内的气体量逐渐减少, 导致腔室压力下降, 当压力下降到一定程度并且稳定至 p_b 时, 证明当次测试吸附平衡, 由此可以由式 (4) 计算出当次 NEG 吸气量 Q_1 。

$$Q_1 = p_m V_m + p_g V_g - p_b (V_m + V_g) \quad (4)$$

式中, Q_1 为当次测试获得的吸气量, Pa·L; p_m 为贮存室膨胀前的压力, Pa; p_g 为样品室膨胀前的压力, Pa; p_b 为膨胀后且吸附平衡时样品室压力, Pa; V_m 为贮存室容积, L; V_g 为样品室实际容积, 即需要减去测试样品体积, L。

对 NEG 进行多次上述膨胀进气测试, 直至 NEG 吸气能力下降至一定水平后, 测试结束。则 NEG 的总吸气量 Q 由式 (5) 计算出:

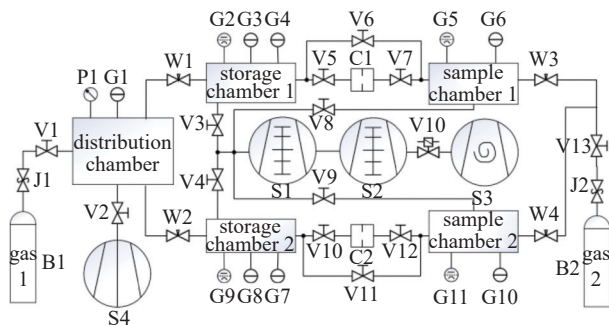
$$Q = \sum_{i=1}^n Q_i \quad (5)$$

式中, Q 为 NEG 的总吸气量, Pa·L; Q_i 为每次膨胀测试获得的吸气量, Pa·L; n 为测试次数。

在 NEG 吸气性能测试中, 定压法使用得更为广泛, 因为该方法测试过程与 NEG 实际使用状况更接近, 同时也可定量测量出吸气速率, 但该方法对装置真空度要求较高, 对样品室气压的稳定也有一定的难度, 同时测量结果准确性依赖于限流元件流导值的精确度。定容法装置易于实现和控制, 但不足是无法实时获得吸气速率, 并且由于气体快速膨胀导致 NEG 表面气体压力不稳定。

2 装置结构设计

设计的测试装置原理如图 3 所示, 主要由测试单元、配气单元、抽空单元、测量单元和温控单元等组成。



B1 为测试气体; B2 为置换气体; J1~J2 为减压阀; V1~V12 为截止阀; W1~W4 为微调阀; P1 为绝压传感器; G1~G10 为真空规; S1~S2 为分子泵; S3~S4 为机械泵; C1~C2 为限流元件。

图3 NEG 吸气性能测试装置原理示意图

Fig. 3 The principle of the NEG sorption characteristics test device

2.1 测试单元

测试单元主要由贮存室、限流元件、样品室和阀门等组成。贮存室采用圆柱形结构, 外形尺寸为 $\Phi 40 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$, 腔室有效容积约为 0.5 L 。材料选用牌号为 304 的不锈钢, 并经过烧氢预处理, 材料出气速率(抽气 24 h)为 $3 \times 10^{-10} \text{ Pa} \cdot \text{L}/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$, 估算贮存室总出气面积约为 600 cm^2 , 则内表面总漏放气速率约为 $1.8 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{L}/\text{s}$ 。样品室材料、尺寸和预处理与贮存室完全相同。考虑到测试完后 NEG 样品需要经常更换, 所以将样品室腔体开口设计成可拆卸的法兰形式, 用无氧铜密封圈进行密封。

本装置中的限流元件采用毫米级小孔和安装在小孔两端的金属管道组成, 其中金属管道采用 8VCR 接口设计, 通径为 $\Phi 8 \text{ mm}$, 每根长约 80 mm , 限流小孔采用在壁厚 0.4 mm 的镍垫片上打孔设计。这样设计的优点是方便更换、不用破坏小孔从而减少浪费和避免每次测试都需要重新测量新的小孔流导值。在垫片上打不同直径的小孔, 就可满足不同流导值的设计需求。设计模型如图 4。

为了提高测试效率, 本文在该测试装置中设计了两路相同的测试路线, 可同时进行两个吸气剂样品的测试。

为了能同时实现两种测试方法, 所研制的设备满足样品室的极限真空度 $\leq 1 \times 10^{-7} \text{ Pa}$, 本底漏放率 $\leq 3 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{L}/\text{s}$; 贮存室的极限真空度 $\leq 1 \times 10^{-6} \text{ Pa}$, 本底漏放率 $\leq 1 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{L}/\text{s}$ 。

2.2 配气单元

配气单元主要由气源、减压阀、阀门和连接管

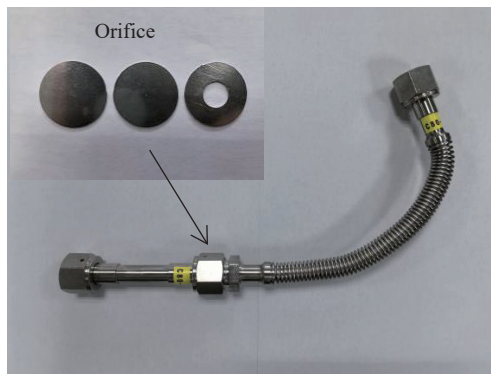


图4 限流元件设计模型

Fig. 4 The model of the current-limiting element

道等组成。气源由测试气体和置换气体组成, 用钢瓶贮存, 每个气瓶上应配有减压阀, 测试气体先从气瓶中由减压阀进行降压至 1 MPa 以下, 再通过阀门缓慢进入配气室再次降压并稳定至 100 kPa 以下, 最后在测试时, 贮存室可通过微调阀从配气室进行进气。测试气体由具有国家许可和资质的公司提供, 气体纯度为 99.999% 。

2.3 抽空单元

(1) 超高真空抽气机组

超高真空抽气机组用于实现贮存室和样品室的超高真空获得, 由主抽泵和前级泵组成。主抽泵由两台涡轮分子泵串联组合使用。其中一台分子泵抽速为 $260 \text{ L}/\text{s}(\text{N}_2)$, 极限压力可达 $5 \times 10^{-8} \text{ Pa}$, 另一台分子泵抽速为 $66 \text{ L}/\text{s}(\text{N}_2)$, 极限压力可达 $5 \times 10^{-8} \text{ Pa}$ 。前级泵选用涡旋泵, 抽速为 $4 \text{ L}/\text{s}(\text{N}_2)$, 极限压力可达 5 Pa , 同时在涡旋泵入口处安装一个电磁隔断阀, 实现涡旋泵停机后装置的低真空维持。为了降低涡旋泵工作过程中的振动对电容薄膜规测量结果的影响, 将涡旋泵采用单独落地结构设计。

(2) 低真空抽气机组

低真空抽气机组用于实现配气室内的低真空获得和抽空管路抽空, 确保测试用气体不发生二次污染, 纯度满足试验要求。抽空泵选用油封式旋片机械泵, 抽速为 $2 \text{ L}/\text{s}(\text{N}_2)$, 极限压力可达 1 Pa , 机械泵入口处配有电磁充气阀, 实现机械泵停机时的放气, 防止返油。

2.4 测量单元

每个腔室的测量单元由多个真空规复合而成, 即每个压力段选取不同量程的真空规测量, 这样的好处是可以使测量结果更加精确。

配气室采用低真空设计,测量仪器由皮拉尼真空规和绝压传感器组成。其中皮拉尼真空规用于实现配气室抽空置换过程中的压力监测,测量范围为 $(5 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^5)$ Pa,绝压传感器用于实现充气过程中的充气压力监测,测量范围为 $(0 \sim 250)$ kPa(绝压),并配置有数显监测仪表。配气室压力小于1000 Pa时参考皮拉尼真空规的示数,当配气室压力大于等于1000 Pa时参考绝压传感器的示数。

样品室采用超高真空设计,测量仪器由热阴极复合规和电容薄膜规组成。其中热阴极复合规实现样品室极限压力获得过程中(最低至 5×10^{-8} Pa)的压力测量,以及NEG性能测试过程高真空段 $(1 \times 10^{-4} \sim 1 \times 10^{-2}$ Pa)压力测量,由热阴极电离规和皮拉尼规复合而成,测量范围为 $(1 \times 10^5 \sim 5 \times 10^{-8})$ Pa。电容薄膜规用于NEG性能测试过程中的样品室压力测量,选用0.1 Torr量程电容薄膜规,测量范围为 $(1.33 \times 10^{-3} \sim 13.3)$ Pa,可以实现样品室压力在 $(1 \times 10^{-2} \sim 10)$ Pa之间的精确测量。

贮存室采用超高真空设计,测量仪器由热阴极复合规和电容薄膜规组成。其中热阴极复合规实现样品室极限压力获得过程中的压力测量,电容薄膜规用于NEG性能测试过程中的贮存室压力测量,选用0.1 Torr和10 Torr两种量程电容薄膜规,测量范围分别为 $(1.33 \times 10^{-3} \sim 13.3)$ Pa和 $(1.33 \times 10^{-1} \sim 1.3 \times 10^3)$ Pa,可以实现贮存室压力在 $(1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^3)$ Pa之间的精确测量。

2.5 温控单元

因为贮存室和样品室要求达到超高真空的条件,所以需要给贮存室腔室、样品室腔室、抽气管道和它们之间的连接管道安装加热烘烤装置。加热装置采用外置加热带的方式实现,设计烘烤温度 $\leq 250^\circ\text{C}$ 。

考虑到有的NEG需要高温激活方可工作,因此在样品室腔体内设计有加热平台可加热激活NEG样品。样品放置台采用传热性能优良、放气率低的无氧铜材料制作,下面相隔一段距离安装2根加热管,激活温度 $\leq 500^\circ\text{C}$,样品台和加热棒隔空的设计是为了防止样品和加热棒直接接触,采用热辐射形式进行热传导,同时使样品可以受热均匀。

每路加热工位配有铂电阻型测温传感器,以实现温度控制器通过PID控制原理调节和稳定温度。

3 装置参数测量

由动态定压法计算公式(1)和静态膨胀法计算公式(4)可以看出,要计算出NEG的吸气速率和吸气量需知道贮存室压力 p_m 、样品室压力 p_g 、贮存室容积 V_m 、样品室容积 V_g 和分子流条件下限流元件的流导值 C 。其中贮存室压力 p_m 和样品室压力 p_g 由真空规测量得,则腔室容积 V 和限流元件流导值 C 就需在测试前测量完成,下面具体介绍利用该装置测量腔室容积、限流元件流导值、吸气速率测量精度和吸气量测量精度的方法。

3.1 腔室容积

在定容法中,为了能定量地计算出NEG的吸气量,就需知道每个贮存室和样品室的容积。另外,为了测量精确和NEG体积相对腔室容积不可忽略时,则需每次对装有NEG的样品室进行容积测量。

采用静态膨胀法对真空室容积进行测量,具体过程为:给需要测量容积的腔室连接一个已知容积的标准容器 V_0 ,先给该容器中充入一定压力 p_0 的气体,关闭阀门密封标准容器,将再需要测量的腔室抽空至低于 p_0 至少三个数量级的真空度 p_1 ,关闭抽空阀门密封待测量的腔室,打开密封标准容器的阀门,将标准容器中压力为 p_0 的气体膨胀至已抽空的腔室,待压力稳定后记录此时腔室内的压力为 p_2 ,根据静态膨胀法有

$$p_0 V_0 + p_1 V = p_2 (V_0 + V) \quad (6)$$

式中, p_0 为标准容器中充入的气体压力,Pa; p_1 为待测腔室膨胀前压力,Pa; p_2 为待测腔室膨胀后压力,Pa; V_0 为标准容器的容积,L; V 为待测腔室的容积,L。

则腔室(包括连接管道)的容积

$$V = V_0(p_0 - p_2)/(p_2 - p_1) \quad (7)$$

因为本装置贮存室容积较小且与标准容器容积相近,所以 p_2 与 p_0 量级相当,因此 $p_2 \gg p_1$,所以容积计算公式可简化为

$$V = V_0(p_0 - p_2)/p_2 \quad (8)$$

本文选用的标准容器容积为0.61 L,其中贮存室1的容积测量数据见表1。

在测量该装置四个腔室容积时,贮存室是单独测量的,为减少暴露大气次数,样品室是和贮存室连通一起测量的,表2为贮存室1和样品室1总容积测量数据:

表 1 贮存室 1 容积测量

Tab. 1 The first storage chamber volume measurement

p_0/Pa	p_2/Pa	贮存室 1 容积 V_1/L	平均值 $\bar{V}_1/\text{L}$
993	523.4	0.5473	0.546
1001	528.1	0.5462	
1087	574.2	0.5448	

表 2 贮存室 1 和样品室 1 总容积测量

Tab. 2 The volume measurement of the first storage chamber and the first sample chamber

p_0/Pa	p_2/Pa	贮存室 1 和样品室 1 总容积 V_2/L	平均值 $\bar{V}_2/\text{L}$
1011	387.7	0.9807	0.981
1052	403.1	0.9820	
1067	409.0	0.9813	

由此可得贮存室 1 容积为 0.546 L, 样品室 1 的容积为 0.981-0.546=0.435 L, 使用相同的方法测量得到贮存室 2 容积为 0.547 L, 样品室 2 的容积为 0.423 L, 均与设计的 0.5 L 接近。贮存室容积偏大是因为增加了连接管路的容积, 虽然样品室也增加了连接管路的容积, 但样品室内部放置样品的加热平台占据了更大的容积, 导致样品室容积偏小。而同一类型腔室 (如两个贮存室) 容积测量结果一致性较好。

3.2 限流元件流导值

当流过限流小孔的压力逐渐减小至满足 $\lambda \gg D$, 即压力 $p \ll \frac{kT}{\sqrt{2}\pi d^2 D}$ 时, 气体流动为分子流, 在分子流状态下的气体通过小孔流出时, 气体分子相互间无碰撞, 可以认为此时的小孔流导值是恒定的。

根据测试的 NEG 吸附能力大小, 本装置选用三种规格的限流小孔, 分别为 0.1 mm、0.4 mm 和 8 mm, 可以解得当 $T=300\text{ K}$ 时, 满足通过各小孔的气体为分子流的压力见表 3。

根据管道在分子流条件下的流导计算公式 (9):

表 3 通过小孔气体为分子流时的压力 p_c Tab. 3 The molecular flow pressure p_c of the orifice under different testing conditions

小孔直径/mm	测试气体	$\lambda=D$ 时的压力 p_c/Pa
0.1	H_2	123
	N_2	66
0.4	H_2	30.8
	N_2	16.6
8	H_2	1.540
	N_2	0.828

$$C = \frac{1}{6} \sqrt{\frac{2\pi RT}{\mu}} \frac{d^3}{l} \quad (9)$$

式中, C 为流导值, m^3/s ; R 为普适气体常数, 其值为 $8.315 \times 10^7 \text{ erg}/(\text{K} \cdot \text{mol})$; T 为温度, K ; μ 为相对分子质量, 单位为 1; d 为管道直径, cm ; l 为管长, cm 。

可得连接小孔的金属管道在不同测试气体分子流条件下的流导理论值见表 4 ($T=300\text{ K}$)。

表 4 连接金属管道流导理论值

Tab. 4 The theoretical value of the connecting pipe's conductance

直径 d_i/mm	长度 L_i/mm	测试气体	流导 $C_i/(\text{L} \cdot \text{s}^{-1})$
8	80	H_2	2.99
		N_2	7.99×10^{-1}

根据式 (10) 可计算出小孔在不同测试气体分子流条件下的流导理论值。其中, 因为直径为 0.1 mm 的小孔长径比 $L_i/d_i=4$, 因此仍选用式 (9) 来计算流导值。

$$C = \frac{\bar{v}A}{4} \quad (10)$$

式中, C 为流导值, m^3/s ; $\bar{v}$ 为气体分子平均速率, m/s ; A 为小孔面积, m^2 。所选小孔流导理论值计算结果见表 5。

表 5 限流小孔流导理论值

Tab. 5 The theoretical value of the orifice's conductance

直径 d_2/mm	厚度 L_2/mm	测试气体	流导 $C_2/(\text{L} \cdot \text{s}^{-1})$
8	0.4	H_2	22.4
		N_2	5.99
0.4	0.4	H_2	5.60×10^{-2}
		N_2	1.50×10^{-2}
0.1	0.4	H_2	1.17×10^{-3}
		N_2	3.13×10^{-4}

两根金属管道和限流小孔串联组合成为限流元件, 流导理论值计算见表 6。

但由于手工测量和零件加工等误差, 实际值与理论计算值还是会有偏差。因此可以基于该测试装置, 使用静态降压法对每个限流元件的流导进行测量。

气体流量计算公式如下:

$$Q = V \frac{dp}{dt} \quad (11)$$

式中, Q 为气体流量, $\text{Pa} \cdot \text{L/s}$; V 为贮存室容积, L ; p 为进气端压力, Pa ; t 为测量时间, s 。

可以用下式代替:

$$Q = V \frac{p_{i+1} - p_i}{t_{i+1} - t_i} \quad (12)$$

式中: p_{i+1} 为 t_{i+1} 时刻测量贮存室的压力, Pa; p_i 为 t_i 时刻测量贮存室的压力, Pa;

根据流导的定义有

$$C = \frac{Q}{p_m - p_g} \quad (13)$$

式中, p_m 为贮存室的压力, Pa; p_g 为样品室的压力, Pa;

当小孔两侧的气体压力 p_m 、 p_g 满足 $p_m \gg p_g$ 时 (本文测试时满足 $p_m > 1000p_g$), p_m 、 p_g 之差可以用 p_m 近似替代。即:

$$C = \frac{Q}{p_m} = V \frac{p_{i+1} - p_i}{p_m(t_{i+1} - t_i)} \quad (14)$$

但考虑到贮存室压力是一段时间的压力变化, 所以取 p_m 等于测量初始时刻的压力 p_i 和测量结束时刻的压力 p_{i+1} 的平均值。即:

$$C = \frac{2V(p_{i+1} - p_i)}{(t_{i+1} - t_i)(p_{i+1} + p_i)} \quad (15)$$

表 6 限流元件流导理论值

Tab. 6 The theoretical value of the current-limiting element

安装小孔的直径 d_2/mm	测试气体	流导 $C_0/(\text{L} \cdot \text{s}^{-1})$
8	H ₂	1.40
	N ₂	3.74×10^{-1}
0.4	H ₂	5.39×10^{-2}
	N ₂	1.45×10^{-2}
0.1	H ₂	1.17×10^{-3}
	N ₂	3.13×10^{-4}

因此只需测量贮存室压力的变化, 就可得到每个测量时间间隔内的小孔流导值, 这样处理的优点是真空规使用的数量从两个减少到了一个, 消除了两个真空规精确度不一致的误差, 同时也减少了误差的来源。

限流元件流导的测试方法为: 关闭贮存室抽空阀门, 将贮存室充气至满足 $\lambda = D$ 时的压力 p_c 以上, 可用分子泵持续对样品室抽空 (压力较高时可只用机械泵抽空), 然后打开限流元件两端的截止阀, 贮存室气体通过限流元件在样品室的抽空作用下被抽走, 贮存室压力持续下降, 记录贮存室压力 and 对应时间。根据式 (15) 计算出每个贮存室压力对应的限流元件流导值。最后以贮存室压力为横坐标, 以限流元件流导值为纵坐标, 通过拟合测试数据得到一个线性形式的函数 $y = b + ax$, 其中因为 a 足够小,

所以压力变化对流导值的影响就很小, 而截距 b 就可认为是该限流元件在分子流条件下几乎不变的流导值。

本装置每种规格的小孔各两个, 编号为 01 和 02。如图 5 为小孔直径是 0.1 mm 的限流元件 (即编号为 C01-01) 流导值测试曲线, 贮存室压力取值范围为 (0.5~1000) Pa。由测试结果曲线可以看出, 该限流元件在 (0.5~100) Pa 条件下的流导值近似不变。

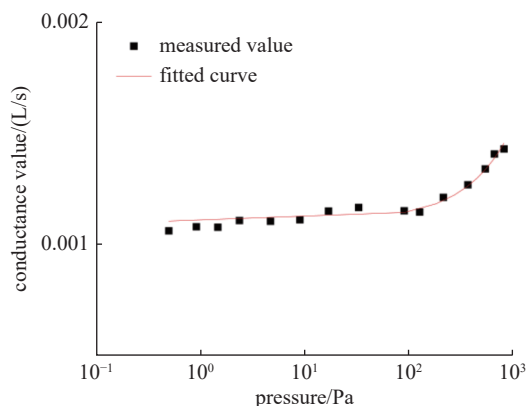


图 5 限流元件 C01-01 流导值测试曲线

Fig. 5 The conductance test curve of the current-limiting element C01-01

该曲线的拟合方程为式 (16)

$$y = 0.00108 + 4.769 \times 10^{-7}x \quad (16)$$

式中, y 为所测限流元件的流导值, x 为贮存室压力。

因此认为该限流元件在分子流条件下的流导值为 1.08×10^{-3} L/s。同样的方法可以得到所有限流元件流导值, 测量结果见表 7。

测量结果对比可得: 限流元件流导的测量值和

表 7 不同限流元件在不同工况下的流导测试值

Tab. 7 The conductance test value of the different current-limiting elements under different testing conditions

小孔直径 d_2/mm	限流元件编号	测试气体种类	流导测试值 $C_0/(\text{L} \cdot \text{s}^{-1})$
0.1	C01-01	N ₂	2.98×10^{-4}
		H ₂	1.08×10^{-3}
	C01-02	N ₂	3.12×10^{-4}
		H ₂	1.11×10^{-3}
0.4	C04-01	N ₂	1.28×10^{-2}
		H ₂	4.79×10^{-2}
	C04-02	N ₂	1.44×10^{-2}
		H ₂	5.38×10^{-2}
8	C80-01	N ₂	2.97×10^{-1}
		H ₂	1.11
	C80-02	N ₂	3.33×10^{-1}
		H ₂	1.25

理论值一致性较好, 有较小差距的原因可能是小孔加工尺寸有误差, 整个限流元件内部结构并非理想状态下, 气体流动也随之复杂, 因此计算理论值只是作为参考, 测试应用时还是应以实验测试值为主。

3.3 最小可测量吸气速率

在贮存室极限真空度和漏放气速率满足要求后, 关闭贮存室抽空阀门, 待贮存室压力稳定后, 每隔 1 min 记录一次贮存室压力, 连续记录 5 min。然后可按照式(17)计算出贮存室本底漏放气速率波动值:

$$Q_n = \frac{(p_{\max} - p_{\min}) \times V_m}{\Delta t} \quad (17)$$

式中, Q_n 为贮存室本底漏放气速率波动值, Pa·L/s; $p_{\max}$ 为连续 5 min 测量中贮存室压力最大值, Pa; $p_{\min}$ 为连续 5 min 测量中贮存室压力最小值, Pa; V_m 为贮存室体积, L; Δt 为测量间隔时间, s。

测试结果表明, 5 min 内贮存室 1 的压力波动范围是 $(2.01 \times 10^{-3} \sim 2.05 \times 10^{-3})$ Pa, 贮存室 2 的压力波动范围是 $(1.92 \times 10^{-3} \sim 1.96 \times 10^{-3})$ Pa, 按照式(17)计算结果为贮存室 1 本底漏放气速率波动值为 7.28×10^{-8} Pa·L/s, 贮存室 2 本底漏放气速率波动值为 7.29×10^{-8} Pa·L/s。

调节样品室抽空阀门开合度, 使样品室压力维持在 3.4×10^{-4} Pa $\pm$ 10%, 待压力稳定后, 每隔 1 min 记录一次样品室压力, 连续记录 5 min, 按照式(18)计算吸气速率测量精度:

$$S_{\min} = \frac{2Q_n \times 10^3}{\bar{p}_m} \quad (18)$$

式中, $S_{\min}$ 为吸气速率测量精度, mL/s; $\bar{p}_m$ 为 5 min 连续测量样品室压力的平均值, Pa; Q_n 为贮存室本底漏放气速率波动值, Pa·L/s。

测试结果表明, 5 min 内样品室 1 的平均压力为 3.33×10^{-4} Pa, 样品室 2 的平均压力为 3.52×10^{-4} Pa, 按照式(15)计算吸气速率测量精度结果为样品室 1 吸气速率测量精度为 0.44 mL/s, 样品室 2 吸气速率测量精度为 0.41 mL/s。

3.4 最小可测量吸气量

在贮存室和样品室极限真空度和漏放气速率满足要求后, 打开连通贮存室和样品室的膨胀阀门, 关闭贮存室和样品室的抽空阀, 记录静置 30 min 后贮存室和样品室的压力值 p_{m0} 、 p_{g0} 。在配气室内预先充入测试气体, 调节微调阀, 向贮存室和样品室充入测试气体, 控制腔室压力为 p_{m0} 、 p_{g0} 的 2 倍。

可以采用如下公式计算吸气量测量精度:

$$q_{\min} = (p_m - p_{m0}) \times V_m \times 10^3 + (p_g - p_{g0}) \times V_g \times 10^3 \quad (19)$$

式中, $q_{\min}$ 为吸气量测量精度, Pa·mL; p_{m0} 、 p_{g0} 为静态升压 30 min 后贮存室和样品室的压力值, Pa; p_m 、 p_g 为调节微调阀进气获得贮存室和样品室的压力值, Pa。

根据测试得到样品室吸气量测量精度结果见表 8。

表 8 吸气量测量精度

Tab. 8 The measurement accuracy of the sorption quantity

测量项目	贮存室 1 压力值 p_{m1} /Pa	样品室 1 压力值 p_{g1} /Pa	贮存室 2 压力值 p_{m2} /Pa	样品室 2 压力值 p_{g2} /Pa
静置 30 min 后的压力	9.01×10^{-4}	1.11×10^{-3}	8.61×10^{-4}	8.42×10^{-4}
进气后压力	1.84×10^{-3}	2.21×10^{-3}	1.75×10^{-3}	1.70×10^{-3}
样品室 1 吸气量测量精度 q_{m1} /(Pa·L)				0.97
样品室 2 吸气量测量精度 q_{m2} /(Pa·L)				0.84

注: 测试时, 进气后贮存室和样品室压力 5 min 内波动小于 2%。

4 测试系统测试不确定度评定

测试系统一般采用动态定压法定量测试 NEG 的吸气速率, 采用静态定容法定量测试 NEG 的吸气量, 其中静态定容法测试吸气量时需要测量腔室容积和压力, 而腔室容积已经提前测量完成且测量误差较小, 测量不确定度较小, 测试时腔室压力较高, 压力测量不确定度较动态定压法更小, 因此整个静态定容法的测量不确定度(达到 15% 以下($k=2$))是小于动态定压法的, 所以本文只分析动态定压法测量吸气速率测试的不确定度。

4.1 测量不确定度分析

依据前述分析, 采用动态定压法进行吸气性能测试时, 吸气速率可以采用式(1)计算获得, 依据不确定度传播规律, 由式(1)可以获得吸气速率测量不确定度:

$$u_c^2[S(t)] = c_1^2 u_r^2(C) + c_2^2 u_r^2(p_m) + c_3^2 u_r^2(p_g) \quad (20)$$

式中, $u_c[S(t)]$ 为吸气速率 $S(t)$ 的相对合成标准不确定度; $u_r(C)$ 为限流元件流导测量的相对标准不确定度, 采用 A 类不确定度获得; $u_r(p_m)$ 为贮存室压力测量的相对标准不确定度; $u_r(p_g)$ 为样品室压力测量的相对标准不确定度, 两者按照 B 类不确定度评定获得。 c_1 、 c_2 、 c_3 是灵敏系数, 计算公式如下:

$$\begin{aligned} c_1 &= \frac{\partial S(t)}{\partial C} = \frac{p_m - p_g}{p_g} \\ c_2 &= \frac{\partial S(t)}{\partial p_m} = \frac{C}{p_g} \\ c_3 &= \frac{\partial S(t)}{\partial p_g} = -\frac{C p_m}{p_g^2} \end{aligned} \quad (21)$$

4.2 测量不确定度分量分析

(1)限流元件流导测量引入的不确定度 $u_r(C)$

限流元件流导采用静态降压法测量获得,主要测量仪器为电容薄膜规,经分析相对标准测量确定度为 5%。

(2)贮存室压力测量引入的不确定度 $u_r(p_m)$

影响贮存室压力测量不确定度的因素有:测量真空计测量示值;测量过程进气波动;本底放气。

(3)样品室压力测量引入的不确定度 $u_r(p_g)$

影响样品室压力测量不确定度的因素有:测量真空计测量示值;测量过程进气波动;本底放气。

4.3 不确定度合成

综上所述,分别选取吸气速率约为 1×10^{-3} L/s、1 L/s 和 1000 L/s 的测试数据作为测试范围的下限、中间值和上限来计算测试结果的不确定度。由式(20)可以获得测试系统吸气速率测量结果的相对合成标准不确定度如表 9 所示。

表 9 吸气速率相对标准合成不确定度分析表

Tab. 9 The relative standard composite uncertainty of the sorption rate

类别	计算参数	测量值下限	测量中间值	测量值上限
影响量	$C/(\text{L/s})$	1.08×10^{-3}	1.08×10^{-3}	1.25
	p_m/Pa	6.40×10^{-4}	4.58×10^{-1}	2.86×10^{-1}
	p_g/Pa	3.37×10^{-4}	3.37×10^{-4}	3.31×10^{-4}
	$u_r(C)$	5.40×10^{-5}	5.4×10^{-5}	5.4×10^{-5}
标准不确定度	$u_r(p_m)$	3.01×10^{-5}	2.15×10^{-2}	3.70×10^{-3}
	$u_r(p_g)$	2.22×10^{-5}	2.22×10^{-5}	2.18×10^{-5}
	c_1	8.99×10^{-1}	1.36×10^3	8.63×10^2
灵敏系数	$c_2/[\text{L}/(\text{Pa} \cdot \text{s})]$	3.20	3.20	3.78×10^3
	$c_3/[\text{L}/(\text{Pa} \cdot \text{s})]$	-6.09	-4.36×10^3	-3.26×10^6
	吸气速率 $S(t)/(\text{L} \cdot \text{s})$	9.71×10^{-4}	1.47	1.08×10^3
吸气速率相对标准合成				
不确定度 $u_c[S(t)]/\%$		18	9.6	9.6
扩展不确定度 $U/\%(k=2)$		36	20	20

5 测试系统吸气性能测试结果

图 6~图 9 为应用该测试装置采用动态定压法对兰州空间技术物理研究所研制的一款含锆类 NEG 薄膜测试的曲线。

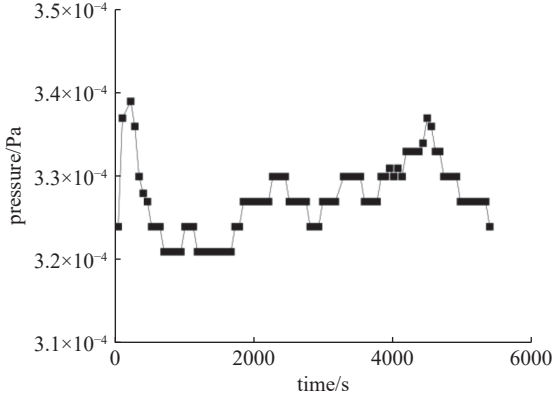


图6 样品室压力曲线

Fig. 6 The pressure of the sample chamber

图 6 为在测试过程中样品室的压力变化曲线,其中按照设计要求,通过控制进气微调阀开度将样品室压力控制稳定在 $(3.2 \times 10^{-4} \sim 3.4 \times 10^{-4})$ Pa。

图 7 为在测试过程中贮存室的压力变化曲线,随着 NEG 吸附能力不断下降,贮存室压力也在不断减小。

图 8 为 NEG 单位面积吸气速率曲线。其中,测试所使用的 NEG 薄膜面积为 11.78 cm^2 ,设计的初始吸气速率在 3×10^{-4} Pa 的条件下为 $120 \text{ mL}/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$,测试结果得到的初始吸气速率为 $124 \text{ mL}/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$,测试结果非常接近设计的性能,测试曲线也符合吸气剂吸附特性,吸气速率随时间下降得比较平滑,下降的速率也在逐渐减小,测试过程无异常。

图 9 为 NEG 单位面积累计吸气量曲线,可以看出该测试样品 1.5 h 吸气量为 $1.13 \times 10^3 \text{ Pa} \cdot \text{mL}/\text{cm}^2$,吸气量曲线变化符合吸气速率变化规律。

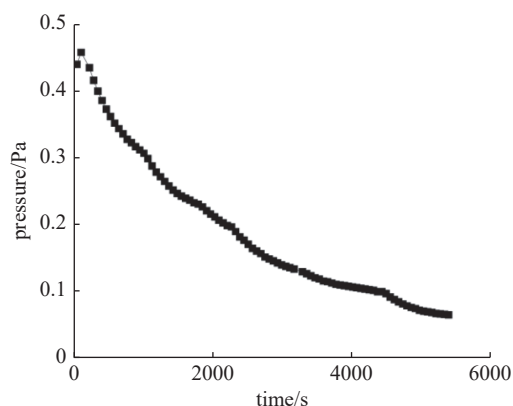


图7 贮存室压力曲线

Fig. 7 The pressure of the storage chamber

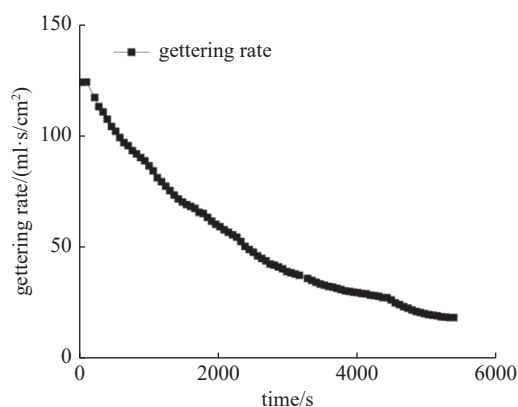


图8 单位面积吸气速率曲线

Fig. 8 The sorption rate per unit area

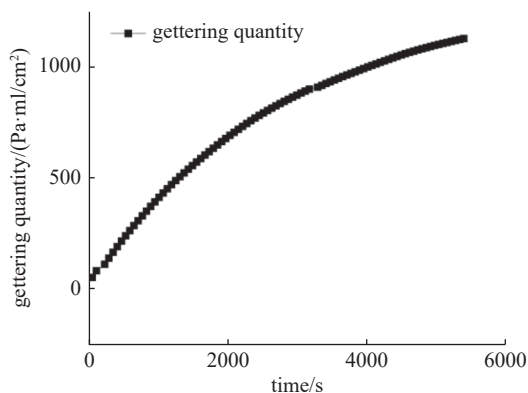


图9 单位面积累计吸气量

Fig. 9 The sorption quantity per unit area

6 结论

本文设计的 NEG 吸气性能测试装置可以选择动态定压法或静态膨胀定容法来测试 NEG 的吸气性能。该装置的特点是采用双测试工位和易更换限流元件设计来提高测试效率,将静态膨胀法和定容法相结合,充气变得简单和精确,真空测量采用分段设计使真空度测量更准确,充气回路和测试回

路无交叉,防止测试气体被污染。同时,测试腔室真空度好,对测试结果影响较小。测试结果表明,装置样品室极限真空度 $\leq 1 \times 10^{-7}$ Pa,漏放率 $\leq 3 \times 10^{-7}$ Pa·L/s;贮存室本底漏放率 $\leq 1 \times 10^{-6}$ Pa·L/s;吸气速率测量精度可达 1 mL/s;吸气量测量精度可达 1 Pa·mL。

参 考 文 献

- [1] Shan R, Qi T T, Li B Z, Guo J, Yuan J. Research status and application progress of non-evaporable film getter[J]. *Journal of Functional Materials*, 2018, 49(5): 5049–5055 (单睿, 齐通通, 黎秉哲, 等. 非蒸散型薄膜吸气剂的研究现状及应用进展 [J]. *功能材料*, 2018, 49(5): 5049–5055(in Chinese))
- [2] Benvenuti C, Chiggiato P, Cicoria F, et al. Nonevaporable getter films for ultrahigh vacuum applications[J]. *Journal of Vacuum Science Technology*, 1998, 16(1): 148–154
- [3] Guo W B, Xue H Y, Chai Y C. Application of getters in traveling wave tubes[J]. *Vacuum Electronics*, 2011(4): 7–9 (郭卫斌, 薛函迎, 柴云川. 吸气剂在行波管中的应用 [J]. *真空电子技术*, 2011(4): 7–9(in Chinese))
- [4] Su T, Ai Y C, Huang S M, et al. Research situation of non-evaporable getter films for MEMS[J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*, 2021, 41(7): 674–682 (苏童, 艾永昌, 黄水明, 等. MEMS 芯片器件用非蒸散型吸气剂的研究状况 [J]. *真空科学与技术学报*, 2021, 41(7): 674–682(in Chinese))
- [5] Li X G, Luo Z F. Research on property measurement system of non-evaporable getter[J]. *Vacuum*, 2017, 54(2): 60–63 (李晓刚, 罗志芳. 非蒸散型吸气剂吸气性能测试方法的研究 [J]. *真空*, 2017, 54(2): 60–63(in Chinese))
- [6] GB/T 25497-2010 吸气剂气体吸放气性能测试方法 [S]
- [7] 安徽有研吸气材料有限公司. 一种吸气剂材料性能测试装置: CN202220921628.5[P]. 2022–12–09
- [8] 合肥工业大学. 一种基于差压法的吸气剂吸气性能测试集成装置: CN202110566941.1[P]. 2021–08–24
- [9] Feng T Y, Chen L, Zhu J B, et al. Research status and development of ZrVFe getter[J]. *Vacuum and Cryogenics*, 2017, 23(1): 7–12 (冯天佑, 陈联, 朱建炳, 等. 锆钒铁吸气剂的研究现状及进展 [J]. *真空与低温*, 2017, 23(1): 7–12(in Chinese))
- [10] Yuan P, Wei X Y, Qin G R, et al. Sorption characteristics of Zr-based getters[J]. *Chinese Journal of Rare Metals*, 2008, 32(5): 641–644 (苑鹏, 尉秀英, 秦光荣, 等. 锆基吸气剂吸气性能的研究 [J]. *稀有金属*, 2008, 32(5): 641–644(in Chinese))
- [11] Zhang Y, Wei X Y, Qin G R, et al. Properties of Ti-based non-evaporable getters[J]. *Chinese Journal of Rare Metals*, 2006, 30(1): 52–55 (张艳, 尉秀英, 秦光荣, 等. 钛基非蒸散型吸气剂的性能研究 [J]. *稀有金属*, 2006, 30(1): 52–55(in Chinese))
- [12] 王欲知, 陈旭. 真空技术 [M]. 北京航空航天大学出版社, 2007