

# 一种高真空零部件放气率测试装置的研制

胡晓月<sup>1</sup> 陈俊儒<sup>2,3</sup> 胡庆生<sup>1\*</sup> 杨传森<sup>2,3\*</sup> 姜娟<sup>1</sup> 徐海洋<sup>1</sup> 许昌军<sup>1</sup> 宋春尧<sup>2,3</sup> 刘迪<sup>2,3</sup>

(1. 中国科学院合肥物质科学研究院等离子体物理研究所 合肥 230031; 2. 北京东方计量测试研究所 北京 100029;  
3. 北京市真空计量检测工程技术研究中心 北京 100029)

## Development of an Outgassing Rate Measuring Device for Specialized High Vacuum Components

HU Xiaoyue<sup>1</sup>, CHEN Junru<sup>2,3</sup>, HU Qingsheng<sup>1\*</sup>, YANG Chuansen<sup>2,3\*</sup>, JIANG Juan<sup>1</sup>,  
XU Haiyang<sup>1</sup>, XU Changjun<sup>1</sup>, SONG Chunyao<sup>2,3</sup>, LIU Di<sup>2,3</sup>

(1. Institute of Plasma Physics, Chinese Academy of Sciences, Hefei 230031, China;

2. Beijing Orient Institute of Measurement and Test, Beijing 100029, China;

3. Beijing Engineering Technology Research Center of Vacuum Measurement and Test, Beijing 100029, China)

**Abstract** The vacuum outgassing of materials is a critical concern of fusion devices. In order to study the outgassing characteristics of large-scale components in the actual operational environment of the fusion device, an outgassing rate measuring device was designed and developed based on the symmetrical structure constant conductance method, which can simulate the baking conditions of the fusion device and the measuring range covers ( $10^{-5} \sim 10^{-9}$ ) Pa·m<sup>3</sup>·s<sup>-1</sup>. Moreover, thermal analysis simulations were conducted to verify the heating and cooling system of the sample chamber, ensuring that the components can replicate the temperature increase experienced during baking in a tokamak vacuum chamber for their outgassing testing. The size of the sample chamber is  $\phi 500$  mm  $\times$  600 mm, and the main structure material is SUS316L, with the inner surface treated by ultra-high vacuum technology. The sample chamber achieves heating within the range of 25°C to 300°C using a combined heating mode, incorporating a heating platform and the outer wall of the vacuum chamber. A water-cooling module is designed on the exterior of the sample chamber insulation to ensure cooling efficiency and personnel contact safety. The thermal simulation analysis of the baking and cooling module of the sample chamber indicates that the heat insulation layer effectively preserves and insulates heat, with a temperature difference of nearly 150°C between the inner and outer layers. The water-cooling system provides a significant cooling effect, ensuring that the temperature of the outermost area touched by personnel remains below 55°C. The preliminary test indicates that the device can achieve stable and controllable baking performance, and the analysis of device background outgassing reveals its effective and clean operation, meeting the outgassing test requirements for specialized fusion device components.

**Keywords** Outgassing rate, Sample chamber, Structural design, Simulation analysis, Device development

**摘要** 材料的真空放气特性是聚变装置需重点研究和关注的内容。为了研究大尺寸组件在聚变装置真实运行环境下的放气特性,基于对称结构流导法针对性设计研制了一套放气率测试装置,该装置能模拟聚变装置烘烤温度条件(室温~300°C)且测量范围覆盖( $10^{-5} \sim 10^{-9}$ ) Pa·m<sup>3</sup>·s<sup>-1</sup>量级。此外,重点针对样品室的加热、冷却系统进行热仿真验证以确保零部件在放气率测试时能模拟其在托卡马克真空室内烘烤过程中的温升工况。装置样品室尺寸为 $\phi 500$  mm $\times$ 600 mm,主体材料使用SUS316L不锈钢且内表面采用超高真空工艺处理。样品室设计有加热平台和真空室外壁联合加热模块,以实现对被测样

收稿日期: 2024-01-30

基金项目: ITER 12号赤道窗口集成(PI)系统设计与集成项目(Y25QT15561);北京市科技新星项目(2022115)

\* 联系人: E-mail: qshu@ipp.ac.cn; ychs101@163.com

品 25℃~300℃ 的加热;样品室隔热层外侧设有水冷系统以保障降温效率和人员接触安全性。对样品室的烘烤、冷却设计进行热仿真分析发现:隔热层起到了有效的保温隔热作用,内外层温差近 150℃;水冷系统起到显著的降温效果,使人员接触的最外层区域温度不超过 55℃;在联合加热模式下的升温效率和加热能力优于仅使用样品台热传导升温。初步测试表明,装置可实现稳定的可控烘烤性能,本底放气成分分析表明该装置本底清洁运转良好,可以满足聚变装置零部件的放气率测试要求。

**关键词** 放气率 样品室 结构设计 仿真分析 装置研制

中图分类号:TB77

文献标识码:A

doi: 10.13922/j.cnki.cjst.202401025

磁约束核聚变被认为是目前可以解决人类能源问题的重要途径之一<sup>[1]</sup>。在磁约束托卡马克聚变装置中,良好的真空环境是等离子体放电及稳态高性能等离子体运行的重要前提<sup>[2]</sup>,而装置真空室内零部件的材料放气是影响其真空度的主要因素之一,因此需要对进入托卡马克装置真空室内部的组件的进行放气率测试和气体组分分析<sup>[3]</sup>。

通常采用材料放气率评价材料的真空放气性能,材料放气率是指某种材料在单位时间内、单位几何面积上释放出气体量的多少,单位为  $\text{Pa}\cdot\text{m}^3/(\text{s}\cdot\text{m}^2)$ 。对于形状规则和表面粗糙度一定的材料而言,其表面积是可测量的,因此对材料放气率的测量转化为对放气量的测量,即测量单位时间内材料释放出气体量的多少,单位为  $\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ ;但是对于结构复杂、成分不一的材料或者部组件,宜通过材料放气量表示。常用的测量方法包括静态升压法、固定流导法、流导调制法、转换气路法和分子束法等<sup>[4-7]</sup>。一般的测试装置其真空室尺寸较小,只能对产品部分取样进行测量,本文针对某些需安装在托卡马克真空室内的大尺寸专用零部件放气率的测试需求,采用对称结构流导法的测量方法,设计了相应的真空放气率测试装置;为确保零部件在放气率测试时能模拟其在托卡马克真空室内部烘烤过程中的温升工况,重点采用有限元分析法对样品室的加热冷却系统设计进行热仿真分析,验证了其设计的合理性,为大尺寸的零部件放气率测试提供了相应的硬件和平台。

## 1 装置性能要求

为了满足大尺寸高真空专用零部件在高温条件下的放气率测试需求,同时兼顾被测样品总放气率和放气成分的分析功能,本装置的主要性能和技术指标要求如表 1。

## 2 测量原理

对称结构流导法作为固定流导法的延伸,原理是通过测量两路放气量的微小差异得到被测材料

表 1 装置性能和技术指标要求

Tab. 1 Requirements for device performance and technical indicators

项目	性能和技术指标要求
测试方法	转换气路法(对称结构流导法)
待测样品尺寸	$\leq 350\text{ mm}\times 350\text{ mm}\times 300\text{ mm}$
残余气体分析范围	质量数范围(1~200) amu
测试范围	$(1\times 10^{-5}\sim 1\times 10^{-9})\text{ Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$
样品室极限真空度	$\leq 5\times 10^{-7}\text{ Pa}$
超高真空室极限真空度	$\leq 5\times 10^{-8}\text{ Pa}$
样品室加热温度	室温~300℃

的放气率,适用于测量放气率较小的材料。对称结构流导法在设计上对称放置了 2 个相同的测量室,其中一个用于测量样品的放气率,另一个用于测量系统的本底放气率,测量完成后扣除系统的本底放气率即得到材料的放气率。对称结构流导法不仅避免了采用不同真空规测量带来的线性误差和本底测量误差,也避免了真空规的吸放气对测量结果的影响,提高了测量精度,进一步延伸了固定流导法的测量下限。

流导元件可认为是一截短管,分子流出现于管道内压力很低,气体分子的平均自由程大于管道直径的情形下,此时,分子间的碰撞可以忽略,分子沿管道作热运动,通过管道的气体流量与管道两端的压力差成正比<sup>[8]</sup>。图 1 为固定流导法测量原理图,由于分子流条件下小孔对某种气体的流导为定值,通过测量小孔两端的气体压力即可计算出通过流导元件的气体流量:

$$Q_s = C_1 \cdot (p_1 - p_2) \quad (1)$$

式中

$Q_s$ —通过流导元件的气体流量,  $\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ ;

$C_1$ —流导元件对某种气体的分子流导,  $\text{m}^3/\text{s}$ ;

$p_1$ 、 $p_2$ —流导元件的入口和出口压力, Pa。

如果流导元件入口的气体压力远大于出口压力,即:  $p_1 \gg p_2$ , 则式(1)可简化为:

$$Q_s = C_1 \cdot p_1 \quad (2)$$

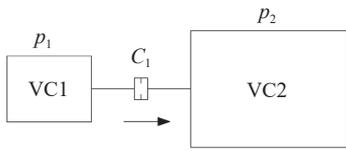


图1 固定流导法测量原理

Fig. 1 Measuring principle of constant conductance method

根据式(2)可以计算出通过流导元件的气体流量,即被测材料的放气量。但是真空室自身存在材料放气,对测量结果带来一定影响,因此设计 2 个材质、结构、尺寸相同的真空室和流导元件,可用于同步扣除测试过程中的本底放气,实现材料放气量的精确测量。此外,由于专用真空部件结构复杂、体积较大,需采用单独的样品室放置被测样品。

装置的测量原理如图 2 所示,其中 VC1 为样品室,VC2、VC3 为对称结构室,VC4 为下游超高真空室,C1、C2 为流导元件,G1、G3 为复合真空计,G2 为电离真空计,QMS 为四极质谱计,V1 为样品室舱门,V2~V8 为阀门,V2、V3 分别连接至装置的抽气系统。

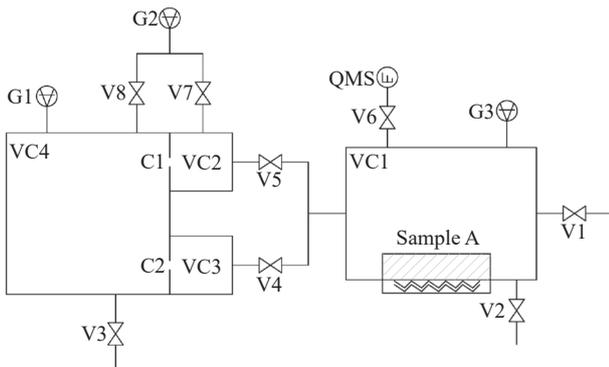


图2 对称结构流导法材料放气率测量装置原理图

Fig. 2 Schematic diagram of outgassing rate measuring device using symmetrical structure conductance method

具体测试步骤如下:

(1) 将待测样品放入样品室 VC1 中,让待测样品和样品室一起放出的气体仅通过阀门 V5 进入真空室 VC2,通过小孔 C1 连续抽气,形成稳定的分子流,由于分子流条件下小孔对某种气体的流导为定值,通过控制阀门 V7, V8, 采用 G2 分别测量小孔 C1 两端的气体压力  $p_1$ 、 $p_2$ , 则待测样品、样品室和对称室相加的总放气量  $Q_1$  通过式(3)计算:

$$Q_1 = C \cdot (p_1 - p_2) \quad (3)$$

式中:  $Q_1$  单位为  $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ ;  $C$  为流导元件 C1 的流导值,

单位  $\text{m}^3/\text{s}$ 。

(2) 关闭阀门 V5, 打开 V4, 让待测样品和样品室一起放出的气体通过小孔 C2, 再次控制阀门 V7, V8, 采用 G2 分别测量小孔 C1 两端的气体压力  $p_3$ 、 $p_4$ , 则对称室 VC2 的放气  $Q_2$  通过式(4)计算:

$$Q_2 = C \cdot (p_3 - p_4) \quad (4)$$

(3) 取出待测样品, 在同样的流程下重复(1)(2)步骤, 获得样品室本底的放气  $Q_3$ :

$$Q_3 = C \cdot [(p'_1 - p'_2) - (p'_3 - p'_4)] \quad (5)$$

则待测样品的放气量  $Q$  通过总放气扣除样品室及对称室的本底可计算得到, 如式(6):

$$Q = Q_1 - Q_2 - Q_3 \quad (6)$$

在气路进行转换时, 由于对称室完全一致的设计, 当 V4、V5 交替开关的短时间内, 可认为下游超高真空室的压力保持一致:

$$p_2 = p_4 \quad (7)$$

$$p'_2 = p'_4 \quad (8)$$

综合以上可得:

$$Q = C \cdot [(p_1 - p_3) - (p'_1 - p'_3)] \quad (9)$$

对于形状规则且表面积可计算的样品, 其材料放气率的计算公式如下:

$$q = \frac{Q}{A} \quad (10)$$

式中:

$q$ —材料的放气率,  $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/(\text{s} \cdot \text{m}^2)$ ;

$A$ —被测材料的表面积,  $\text{m}^2$ 。

### 3 系统设计

根据对称结构流导法的测量原理, 设计的材料放气率测试装置主要由三部分组成, 分别为装置主体、控制系统和辅助系统。装置主体包括样品室、测量和控制系统、抽气系统、加热及冷却系统等。辅助系统包括高压气瓶、冷水机组等。装置三维模型如图 3 所示。

#### 3.1 结构设计

图 4 为样品室的结构设计模型。样品室采用 SUS316 L 不锈钢制成, 直段尺寸  $\text{DN } 500 \text{ mm} \times 620 \text{ mm} \times \delta 6 \text{ mm}$ , 法兰厚度尺寸为  $\phi 500 \text{ mm}$ (内径)  $\times \phi 700 \text{ mm}$ (外径)  $\times \delta 40 \text{ mm}$ 。由于需要测量不同部件的放气率, 在样品室下方安装有  $\phi 350 \text{ mm}$  的平台用于放置被测样品, 同时平台具备加热功能。样品室

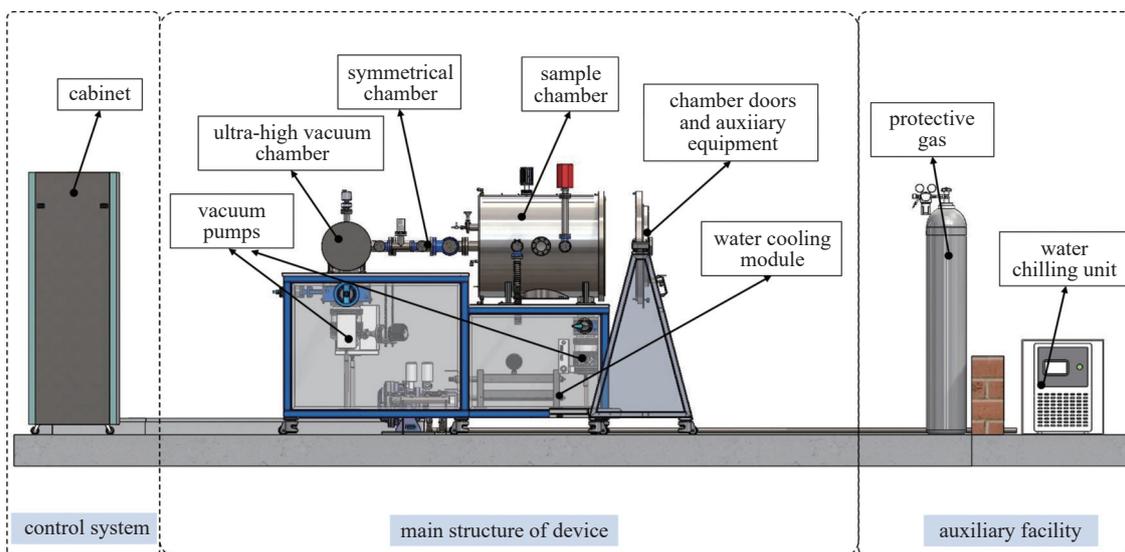


图3 装置三维设计图

Fig. 3 3D design model of the device

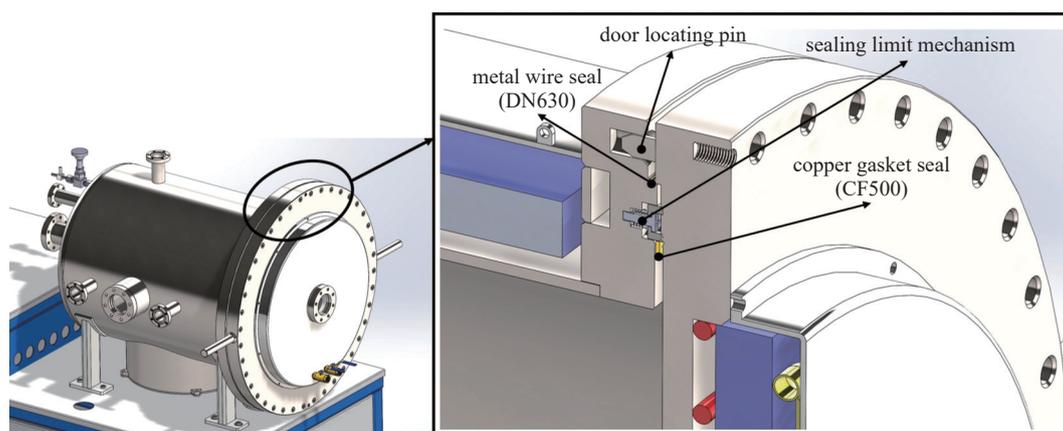


图4 样品室三维模型图

Fig. 4 3D model of sample chamber

两侧留有 CF63 接口用于安装观察窗, CF35 接口用于安装质谱计和真空计; 样品室底面 CF63 接口作为抽气口与 VC2、VC3 连接, 4 VCR 接口用于连接安全阀和充气管路。主抽泵组在样品室下方通过插板阀 V2 连接。

由于胶圈自身放气率较大, 不能作为材料放气率测试的密封结构, 因此须采用全金属密封结构降低品室的本底放气。但当前无氧铜垫圈标准件的最大尺寸为 CF400, 如匹配 DN500 mm 样品室, 无氧铜垫圈需进行特殊加工和质量控制。为保证样品室舱门密封的效果和重复使用性能, 在刀口法兰的外侧设计了金属丝密封方式, O 型金属圈采用无氧铜丝制成。为了快速有效的安装的铜垫圈, 保证测试过程中的密封效果, 在法兰处设计了定位套夹

紧结构, 定位套和铜垫圈外缘契合, 通过压紧螺钉使固定片楔入限位槽, 在铜垫圈安装平面的四个方向完成定位, 避免在安装过程中铜垫圈发生掉落。

样品室的舱门通过平移小车进行移动, 采用半圆固定支架放置舱门。舱门可旋转调整位置, 在固定支架和固定座之间采用螺纹连接, 故舱门还可以在垂直方向上进行微调。在平移小车上设计定位销结构, 便于舱门和筒体法兰快速对齐。

### 3.2 测量和控制系统设计

测量系统主要包括真空计、四极质谱计和流导元件。真空计 G1、G3 为复合真空计, 分别监测下游超高真空室 VC4、样品室 VC1 的真空度。真空计 G2 为电离真空计 (IE414), 测量范围 ( $1 \times 10^{-1} \sim 2 \times 10^{-9}$ ) Pa, 用于对称结构室 VC2 和流导元件 C1 两

侧的真空度测量。四极质谱仪 QMS(PrismaPro QMG250 M2)用于被测样品的放气成分分析,测试范围为(1~200)amu,质谱计和样品室之间采用全金属阀门 V6 隔断,从而保护质谱计。流导元件 C1、C2 安装在 CF63 的法兰中,分别位于 VC2、VC3 和下游超高真空室 VC4 之间。为了进一步延伸测量下限,流导元件的设计流导值在  $10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$  量级,实际流导值通过计量几何尺寸计算得到。

由于测量系统采用电离真空计 G2 作为压力测量传感器,根据式(9),G2 的压力测量范围和流导元件的流导值决定了装置的材料放气量测试范围。G2 的测量上限为  $1 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ ,当阀门 V5 打开时, $p_1$  可取压力测量上限;当阀门 V5 关闭时压力差 ( $p_3 - p_1$ ) 处于  $10^{-2} \text{ Pa}$  量级,C 取  $10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$ ,暂不考虑样品室本底放气  $Q_3$  的影响,代入式(9)得到装置放气量的测试上限为  $10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 。

当样品室 VC1 处于空载条件时,其极限真空度能够达到  $5 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ ,考虑到对称结构室 VC2、连接管道和阀门等本底放气影响,此时电离真空计 G2 测量得到的压力差 ( $p_3 - p_1$ ) 在  $10^{-6} \text{ Pa}$  量级,C 取  $10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$ ,代入式(9)得到装置放气量的测试下限为  $10^{-9} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 。综上,通过理论分析和计算,本装置的放气量测试范围覆盖( $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-9}$ ) $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ ,满足设计指标要求。

控制系统主要包括装置的真空泵、真空阀、真空规和真空计的控制,以及加热模块和烘烤模块的控制等,采用控制机柜集成各类控制模块,同时配备触摸屏和上位机软件实现数据的采集、处理、分析和输出等功能。

### 3.3 抽气系统设计

抽气系统采用涡旋干泵作为前级泵,分子泵作为主抽气泵,保证系统的洁净。前级泵和分子泵之间安装电磁隔断阀。下游超高真空室 VC4 采用两台分子泵串联的方式进行抽气,提高了质量数较小气体的抽气能力,同时配备溅射离子泵维持 VC4 的极限真空度。样品室 VC1 采用磁悬浮分子泵作为主抽泵,同时配备非蒸散型吸气剂复合离子泵提高对活性气体( $\text{H}_2$ )抽气能力,为样品测试过程提供洁净的高真空环境。

### 3.4 加热及冷却系统设计

不同的加工和清洗工艺<sup>[9]</sup>、测试温度<sup>[10]</sup>对材料放气率的测量结果存在影响,而高温烘烤在一定程度上能够降低被测样品的放气率<sup>[11-14]</sup>。在托卡马克装置烘烤工况下,真空内部部件会缓慢升温至规定的温度进行除气,因此本装置需设计合理的加热、冷却模块合理还原组件在装置烘烤阶段的工况。

材料放气率的测试需尽量避免装置本底放气的影响,因此采用外部加热的方式,但样品室 VC1 体积较大,仅通过热辐射的方式加热被测样品效率不高,因此设计组合式加热系统对 VC1 进行加热。如图 5 所示,该加热系统主要包括四个部分,分别为样品室环面加热模块、样品室背面加热模块、舱门加热模块和样品台加热模块。样品室环面加热模块设计 U 型和 W 型加热盘管,背面和舱门加热模块设计环形加热管路,加热管通过合理布局设计避免在观察窗、真空计、阀门和抽气接口法兰附近位置产生热量集中。样品台加热模块下方设计加热板紧贴样品台,加热板的下方安装隔热屏,降低热

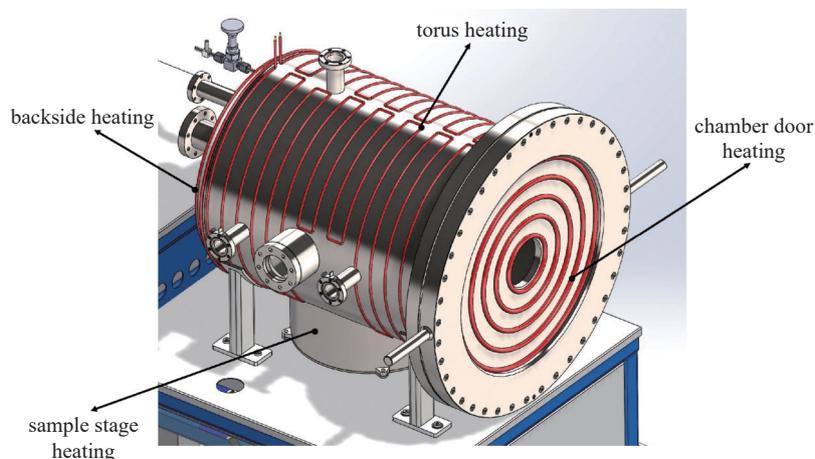


图5 样品室加热模块设计

Fig. 5 Design of sample chamber heating module

量损失。样品室(含舱门)的三个加热模块主要以热辐射方式加热,样品台加热模块主要以热传导方式加热,四个加热模块的控制系統可分别加热,也可协同升温,提高被测样品的温度均匀性。

样品室通过组合式加热系统实现 25℃~300℃ 的加热功能,此外,对称结构室 VC2、VC3,下游超高真空室 VC4 及连接管道具备室温~200℃ 的烘烤功能。

被测样品在高温条件下的测试需保证人员安全和实验室内的环境,因此需设计冷却系统。冷却系统主要包含三层结构,由内向外分别为保温隔热层、冷却水管和不锈钢镜面板。保温隔热层为 30 mm 厚的硅酸铝材料,包覆在加热管道外侧,实现耐高温和隔热效果。冷却水管缠绕在保温隔热层外侧,以循环水的方式不断带走耗散出的热量,样品室侧面含两路冷却水管道,背面和舱门各含一路管道分别进行降温。冷却水管道外侧安装有不锈钢镜面板,面板可拆卸,便于加热和冷却管道的维修更换,同时在装置加热烘烤时面板最高温度不超过 55℃,保证操作人员的安全(图 6)。

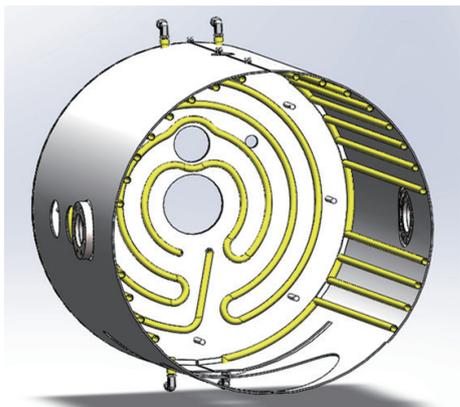


图6 样品室外层水冷管路设计

Fig. 6 Design of cooling water pipeline of sample chamber

### 3.5 装置测量不确定度分析

由于装置在测量材料放气的过程中,采用同一个真空计 G2 测量流导元件入口和出口的压力值,同时考虑测试过程中环境温度的影响,则式(9)可简化为:

$$Q = C \cdot \Delta p \cdot \frac{T_r}{T} \quad (11)$$

式中:

$\Delta p$ —流导元件 C1 入口的压力变化, Pa;

$T_r$ —参考温度,一般取 296 K;

$T$ —测试过程中的环境温度, K。

根据以上公式结合不确定度传播规律,得到对称结构流导法测量材料放气量的不确定度计算公式如下:

$$U_{c,r}^2(Q) = U_c^2 + U_{\Delta p}^2 + U_T^2 \quad (12)$$

根据式(12),不确定度分量主要由分子流导值、压力变化、本底压力与环境温度变化等因素组成。分子流导值引入的不确定度分量,根据流导元件的计量证书可取 1.0%;压力变化通过电离真空计测量的两项压力值作差得到( $\Delta p = p_1 - p_3$ ),根据电离真空计的校准证书给出的不确定度为 2.0%( $k=2$ ),测量单点压力(如  $p_1$ )的不确定度为 1%,则作差后压力变化  $\Delta p$  引入的不确定度分量为 1.5%;真空室 VC2、VC3、VC4 的极限真空度为  $5 \times 10^{-8}$  Pa,压力波动的影响在 8% 以内,引入的不确定度分量根据 B 类评定,取 4.7%;在测试过程中环境温度变化在  $\pm 3$ ℃ 以内,引入的不确定度分量根据 B 类评定,取 0.59%。

此外,还需考虑采样时间等因素引入的不确定度分量。对于实际参与放气量计算的的压力值  $p_1$ 、 $p_3$ ,在转换气路开启或关闭阀门时,全金属阀门 V4、V5、V7、V8 会因密封结构的摩擦产生一定的放气,导致 G2 的压力示值短暂升高,通常需要等待一段时间后读取稳定的压力示值,从而产生了采样时间引入的不确定度分量。如规定采样时间为 5 min,则单点压力(如  $p_1$ )的采样时间控制在(5 min  $\pm$  3 s)范围内,引入的不确定度分量根据 B 类评定,则两次压力采样时间的不确定度为 0.82%。对于样品室 VC1 本底放气引入的不确定度分量,由于其测试过程与样品测试过程相同,故取 5.2%。装置测量的不确定度来源和分量来源详见表 2。

表 2 装置测量不确定度分析

Tab. 2 Analysis of uncertainty of the device

序号	不确定度来源	不确定度分量
1	分子流导值	1.0%
2	压力变化	1.5%
3	压力波动	4.7%
4	环境温度变化	0.59%
5	采样时间	0.82%
6	样品室本底放气	5.2%

综上,本装置测量的合成标准不确定度为 7.3%,扩展不确定度为 15%( $k=2$ )。

### 4 温度仿真计算

为验证联合加热模块及冷却系统设计的合理性, 确保待测部件模拟其在托克马克装置烘烤阶段的温度工况, 采用数值模拟软件建立样品室的三维有限元模型, 并进行温度仿真计算。

#### 4.1 保温隔热层温度仿真

样品室内外表面温度设置为 300℃ 恒温, 其他

部组件及周围空气环境初始温度为 20℃; 冷却水入口温度设为 18℃, 出入口压差设置为  $5 \times 10^3$  Pa; 间隙为空气, 空气对流系数一般选择  $4 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K}) \sim 12 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$ , 模型中对流条件选择中值  $8 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$ ; 根据相关文献, 硅酸铝保温材料导热系数如表 3 所示, 经计算硅酸铝(毡、毯)隔热材料在 300℃ 时导热系数约为  $0.09 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ , 本模型中取  $0.1 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 。

表 3 硅酸铝材料的导热系数<sup>[15]</sup>  
Tab. 3 Thermal conductivity of aluminum silicate<sup>[15]</sup>

名称	使用密度/ $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	使用温度/ ℃	导热系数 $\lambda_0$ $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$	导热系数方程
硅酸铝棉及其制品	96~128 (毡、毯)	1000	$\leq 0.044$	$\lambda_t = \lambda_0 + 0.0002 (T_m - 70)$ , ( $T_m \leq 400^\circ\text{C}$ )

注: 表格中  $\lambda_0$  为绝热材料平均温度为 70℃ 的导热系数

利用软件及辅助工具对三维模型进行了网格划分, 该模型由 1807338 个单元和 489849 个节点组成。设置烘烤时间为 1000 min, 经计算装置主体结构表面温度的变化如图 7 所示。

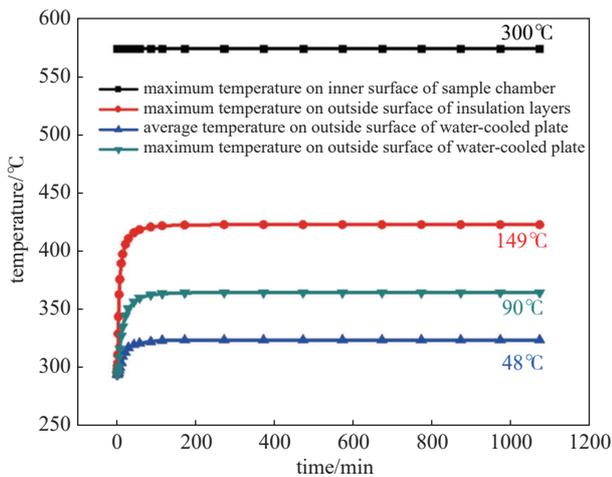


图7 在 300℃ 烘烤 1000 min 后样品室各特征位置的温度变化图

Fig. 7 Graph of surface temperature change of main structure of the device after baking at 300℃ for 1000 minutes

由图 7 可知, 样品室内表面温度一直维持在 300℃, 其他结构表面温度在加热 180 min 之后基本进入稳定状态: 隔热层外表面最高温度约为 149℃, 水冷板外表面最高温度约 90℃, 水冷板外表面平均温度 48℃。水冷板最高温度出现在样品室下方加热台与水冷板接触边界上, 高温区域 ( $>50^\circ\text{C}$ ) 出现在各种法兰接管与水冷板接触部位, 其他表面温度均低于 50℃。

#### 4.2 不同加热模块温度仿真

为了研究不同加热模块对样品的加热效果, 采用仿真软件对 100 块样品在加热过程中的温度特性进行分析。利用固体传热和表面热辐射两种物理场耦合分析了两种场景下的温度特性: (1) 仅使用样品台加热; (2) 使用样品台及样品室侧壁、舱门、后端封头进行联合加热。

装置初始温度设为 20℃, 加热速率为  $10^\circ\text{C}/\text{h}$ , 样品和不锈钢表面发射率为 0.2。对三维模型进行了网格划分, 该模型由 295 万个单元组成(图 8)。

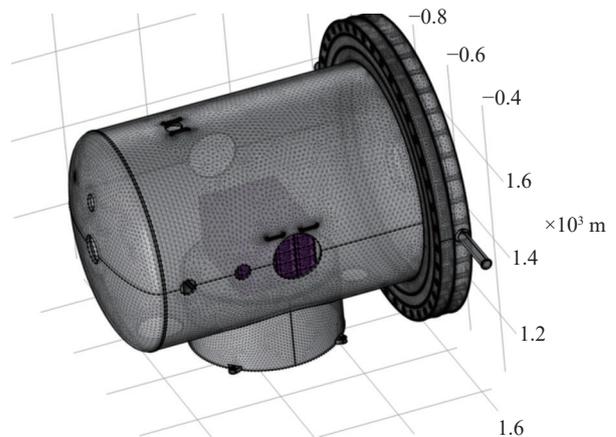


图8 样品室模型网格划分示意图

Fig. 8 Schematic diagram of grid division for the sample chamber of the device

设置加热时间为 50 h, 仅使用样品台加热, 样品表面温度分布如图 9 所示。使用样品台及样品室侧壁、舱门、后端封头进行联合加热, 样品表面温度

分布如图10所示。

加热过程中样品最高/最低温度变化曲线如图11所示。仅使用样品台加热时,样品最高温度与加热台上表面温度基本一致,样品最高温度与最低温度的最大差值约为13℃,出现在加热30h时,30h之

后最大温差约为12.5℃。联合加热时,样品最高温度与加热台上表面温度基本一致,样品最高温度与最低温度的最大差值约为6℃,出现在加热30h时,30h之后最大温差维持在6℃。由此看出,联合加热对样品的温度均匀性有较大提升。

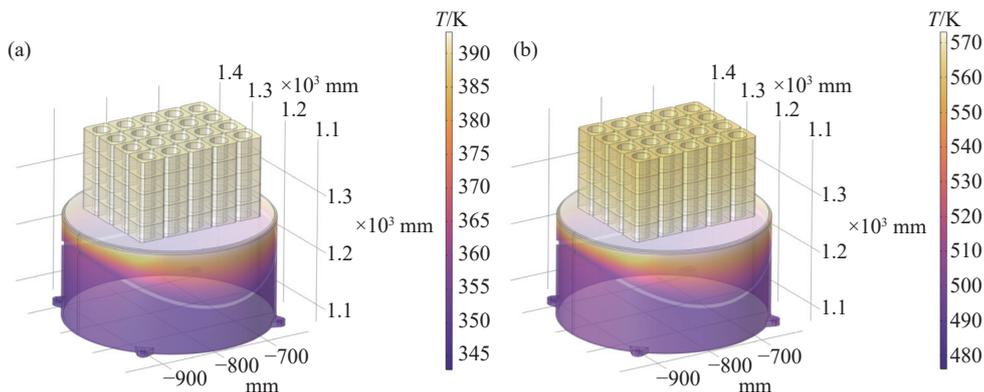


图9 仅使用样品台加热后样品温度分。(a) 加热 10 h, (b) 加热 50 h

Fig. 9 Temperature distribution of the sample only using sample stage. (a) heating for 10 h, (b) heating for 50 h

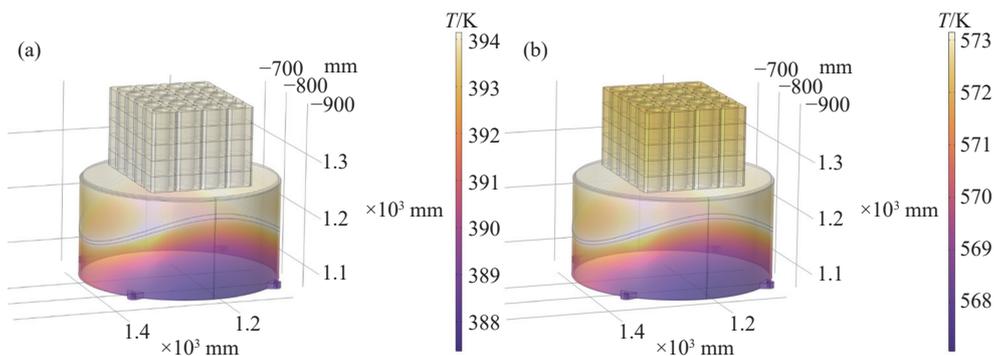


图10 联合加热后样品温度分布。(a) 加热 10 h, (b) 加热 50 h

Fig. 10 Temperature distribution of the sample using combined heating. (a) heating for 10 h, (b) heating for 50 h

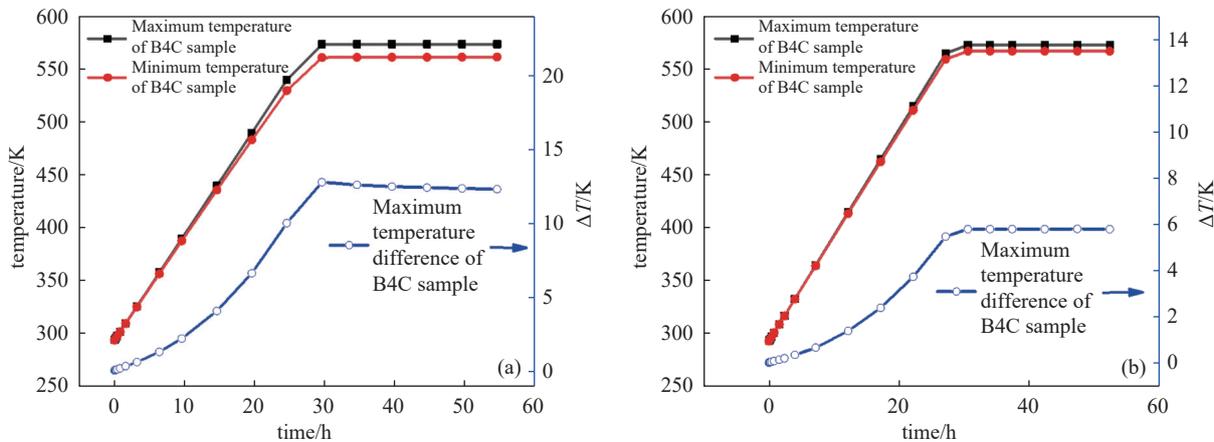


图11 加热过程中样品最高/最低温度变化曲线。(a) 仅使用样品台加热, (b) 联合加热

Fig. 11 Curve of maximum/minimum temperature variation of the sample during heating process. (a) Sample stage heating only, (b) combined Heating

## 5 系统调试

高真空零部件放气率测试装置如图 12 所示。实验室为超洁净室(万级),实验人员戴口罩、手套和无尘服进行操作。

### 5.1 调试流程

系统组装完成对其极限真空度、本底放气情况和加热性能进行初步测试联调。样品室空载时在其内部布置一路穿舱温度测量单元监测腔体内部的温度,随后封闭舱门。

通过阀门 V2 连接的分子泵抽气机组对样品室持续抽气,同时通过阀门 V3 连接的另一路泵组对超高真空室进行同步抽气。采用电离真空计 G2 测

量下游超高真空室内的压力,采用复合真空计 G3 测量样品室内的压力。当样品室内的压力小于  $1 \times 10^{-5}$  Pa 时,打开阀门 V4、V5,关闭 V2,使用 QMS 对系统整体的气体组分进行扫描,并第一次记录。启动样品室和超高真空室的加热系统同步加热,设备以约  $10^\circ\text{C}/\text{h}$  的升温速率加热至  $240^\circ\text{C}$ ,保温 48 h 后缓慢冷却至室温后继续抽气一段时间。随后记录此时 G2 和 G3 读数  $p$ 、 $p'$ ,使用 QMS 对系统整体的气体组分进行第二次扫描和记录。最后按照本文第 2 章步骤(3)使用电离真空计 G2 采集数据对样品室的本底放气量进行测试,并依据式(5)进行计算。



图12 真空放气率测试装置

Fig. 12 Vacuum outgassing rate measuring device

### 5.2 调试结果

#### (1) 极限真空度及本底放气分析

超高真空室极限真空度  $p$  小于  $5 \times 10^{-8}$  Pa, 样品室极限真空度  $p'$  小于  $5 \times 10^{-7}$  Pa, 表明系统的本底放气在经过超高真空除氢处理之后已降至极低水平。

第一次 QMS 扫描结果(图 13)显示,舱门封闭之后抽气一段时间后水的占比极大,这是由于腔体本身较大,虽开舱门之前已使用氮气冲刷但难以避免空气中的水在壁面吸附,同时还有少量的氢、氮、氧以及二氧化碳。第二次 QMS 扫描结果(图 14)显示  $240^\circ\text{C}$  的长时间高温烘烤对吸附的水汽起到了明显的去除作用,不锈钢本底中氢气的占比最大,氢气和水的比例约为 3:1,本底所释放的其他杂质气体(如一氧化碳及二氧化碳)含量很小。此时对样品

室本底放气进行测试,本底放气量达到  $10^{-10}$  Pa·m<sup>3</sup>/s 量级,这表明测试腔体的本底非常洁净且放气水平很低,具备测试条件。

#### (2) 加热冷却系统

调试过程中样品室的温度实时采集如图 15。在样品室加热的过程中,加热平台和外围加热系统的加热温度保持了良好的一致性,最外层镜面板的体感温度也不超过  $55^\circ\text{C}$ ,这表明热电偶的温度反馈和系统控制平稳运行;由于真空环境下的加热升温过程更慢,样品室内部的实际温度相较于加热系统本身的温升存在一定的滞后性;在系统设定  $240^\circ\text{C}$  的稳定保温过程中,样品室内部实际温度经热电偶测量约为  $200^\circ\text{C}$ ;降温时由于保温隔热层作用使样品室内部温度降温更慢,表明样品室的加热系统具

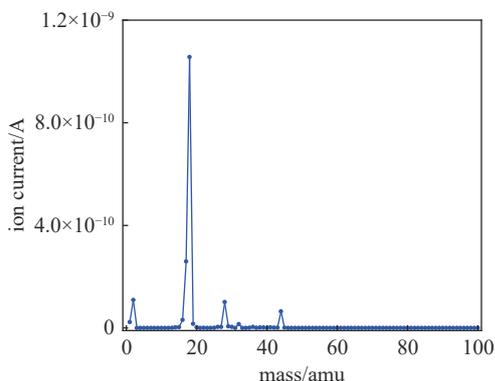


图13 装置调试 QMS 扫描(第一次)

Fig. 13 RGA (First)

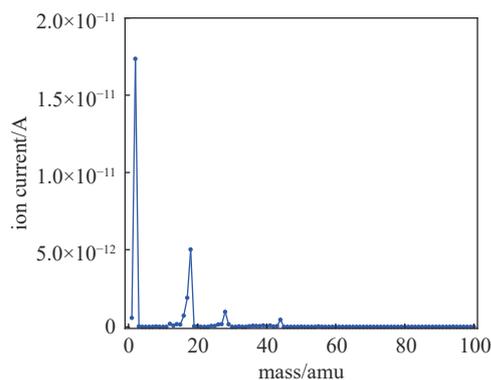


图14 装置调试 QMS 扫描(第二次)

Fig. 14 RGA (Second)

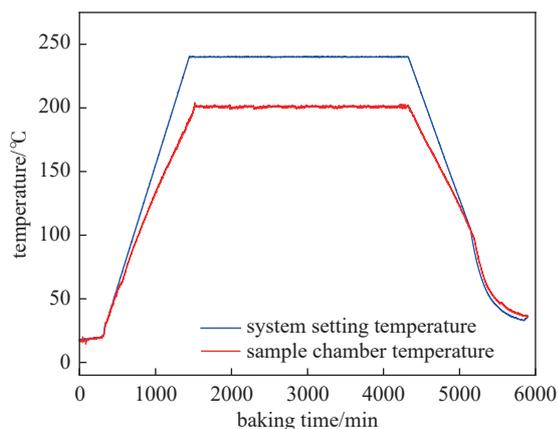


图15 装置调试时温度采集数据

Fig. 15 Temperature collection data in device testing

备良好的协调加热能力,保温层具备良好的隔热保温性能,这也与设计分析结果相符合。设备最高加热能力实际可达 300℃,对不同样品的加热性能有待在实验中进行进一步验证。

## 6 小结

针对聚变装置大尺寸组件的放气特性研究,本

文基于对称结构流导法研制了一种可实现 25℃~300℃ 烘烤能力、测试范围覆盖 ( $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-9}$ )  $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 、同时具有 (1~200)amu 的质谱分析功能的材料真空放气率测试装置。重点对样品室的加热、冷却系统进行热仿真分析,验证了装置加热、冷却系统设计的合理性,表明装置可模拟聚变装置烘烤工况且可有效解决测试过程中样品的加热温度一致性问题。对装置进行初步调试表明,系统具备良好的协调加热能力、本底清洁且经 240℃ 烘烤降至常温后放气率处于  $10^{-10} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$  量级,这为聚变装置大尺寸专用零部件在不同温度下的放气率测试提供了关键手段。

## 参考文献

- [1] Zhao J Y. The international thermonuclear experimental reactor program[J]. *Physics*, 2004(04): 257-260 (赵君煜. 国际热核聚变实验堆 (ITER) 计划 [J]. *物理*, 2004(04): 257-260(in Chinese))
- [2] Varandas C. Vacuum technology on fusion devices[J]. *Vacuum*, 1994, 45(10-11): 1063-1066
- [3] Zhai Y, Guirao J, Udintsev V, et al. Development of load specifications for the design of ITER diagnostic system and port integration[J]. *Fusion Engineering & Design*, 2017, 123(11): 743-748
- [4] Zhang D X, Zeng X P, Feng Y, et al. Review of measuring methods of outgassing rate[J]. *Vacuum*, 2010, 47(06): 1-5 (张涤新, 曾祥坡, 冯焱, 等. 材料放气率测量方法评述 [J]. *真空*, 2010, 47(06): 1-5(in Chinese))
- [5] Gangradey R, Mukherjee S, Panchal P, et al. OGMS: A facility to measure out-gassing rate of materials[M]. *Procedia Materials Science*, 2014, 6, 272-277
- [6] Yu R, Wei M M, Yan R, et al. Design of a testing device for outgassing rate of soild materials based on symmetrical structure[J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*, 2023, 43(07): 577-582 (余荣, 魏萌萌, 闫睿, 等. 一种基于对称结构的固体材料放气率测试装置设计 [J]. *真空科学与技术学报*, 2023, 43(07): 577-582(in Chinese))
- [7] Saito K, Sato Y, Inayoshi S, et al. Measurement system for low outgassing materials by switching between two pumping paths[J]. *Vacuum*, 1996, 47(6-8): 749-752
- [8] Da D A. Design of vacuum engineering[M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2004 (达道安. 真空设计手册 [M]. 北京: 国防工业出版社, 2004(in Chinese))
- [9] Gu X M, Cheng S H, Li C F. The outgassing rate testing of various practical vacuum engineering materials[J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*,

- 1985(02): 32-38+66 (辜学茂, 程珊华, 李成富. 各种实用真空工程材料的出气率测试 [J]. 真空科学与技术, 1985(02): 32-38+66(in Chinese))
- [10] Dong M, Feng Y, Cheng Y J, et al. Measurement study for vacuum materials outgassing[J]. Vacuum and Cryogenics, 2014, 20(01): 46-51 (董猛, 冯焱, 成永军, 等. 材料在真空环境下放气的测试技术研究 [J]. 真空与低温, 2014, 20(01): 46-51(in Chinese))
- [11] Holtrop K L, Hansink M J. High temperature outgassing tests on materials used in the DIII-D tokamak[J]. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 24 (4), 1572-1577
- [12] Chen C Q, Dou R C, Hu J S, et al. Out-gassing characteristics of graphite used in experimental advanced superconducting Tokamak[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2009, 29(02): 198-203 (陈长琦, 窦仁超, 胡建生, 等. 全超导托卡马克第一壁石墨材料的放气特性研究 [J]. 真空科学与技术学报, 2009, 29(02): 198-203(in Chinese))
- [13] Chen M, Liu J N, Xue S, et al. Out-gassing characteristics of graphite sheet in Shanghai synchrotron radiation facility[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2013, 33(07): 661-664 (陈明, 刘俊男, 薛松. 上海光源光束线石墨薄片材料的真空性能实验研究 [J]. 真空科学与技术学报, 2013, 33(07): 661-664(in Chinese))
- [14] Chen M, Xue S, Zhou Z Y, et al. Outgassing performance reasearch on CuCrZr[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2021, 41(08): 766-769 (陈明, 薛松, 周泽宇, 等. 铬锆铜材料的热出气性能研究 [J]. 真空科学与技术学报, 2021, 41(08): 766-769(in Chinese))
- [15] GB/T 16400-2015. Aluminium silicate wool and it's products for thermal insulation[S]. Beijing: Standards Press of China, 2016 (GB/T 16400-2015 绝热用硅酸铝棉及其制品 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2016(in Chinese))

## 文章简介

在磁约束聚变装置中,良好的真空环境是等离子体放电及稳态高性能等离子体运行的重要前提,而聚变装置真空室内部零部件的放气是影响其真空度的主要因素之一。为了研究大尺寸零部件在聚变装置真实工况下的放气特性,本文基于对称结构流导法设计研制了一套放气率测试装置,可模拟聚变装置烘烤温度条件(室温~300℃)且测量范围覆盖( $10^{-5}$ ~ $10^{-9}$ ) Pa·m<sup>3</sup>·s<sup>-1</sup>量级,样品室尺寸为 $\phi 500$  mm×600 mm,主体材料使用SUS316L不锈钢且内表面采用超高真空工艺处理。此外,重点对样品室的加热、冷却系统进行热仿真分析,验证了测试装置加热、冷却系统设计的合理性,表明其可模拟聚变装置烘烤工况且有效解决测试过程中样品的加热温度一致性问题。调试结果表明,测试装置具备良好的协调加热能力、本底洁净且经240℃烘烤降至常温后本底放气量处于 $10^{-10}$  Pa·m<sup>3</sup>·s<sup>-1</sup>量级,这为聚变装置大尺寸专用零部件在不同温度下的放气率测试提供了硬件平台。

## 通讯作者介绍

胡庆生,男,正高级工程师,主要从事等离子体物理实验装置的真空抽气系统、等离子体物理诊断及系统集成系统的研究、设计及研制工作。在EAST托卡马克装置真空抽气系统研制、EAST汤姆逊激光散射诊断系统研制、ITER诊断窗口集成系统设计与研究方面均有成果。曾获得省部级科技一等奖1项,主持聚变相关标准5项已发布。

杨传森,男,北京东方计量测试研究所,博士,主要从事真空计量测试技术研究和先进测量系统研发工作,主持来自国家自然科学基金、北京市科委等渠道技术研究项目十多项,在先进传感器件研发、材料出气污染测试和评价技术和极端环境测试装置研制等领域取得系列成果,发表学术论文二十余篇,授权发明专利近10项,获省部级科技奖项2项,2022年入选“北京市科技新星计划”。