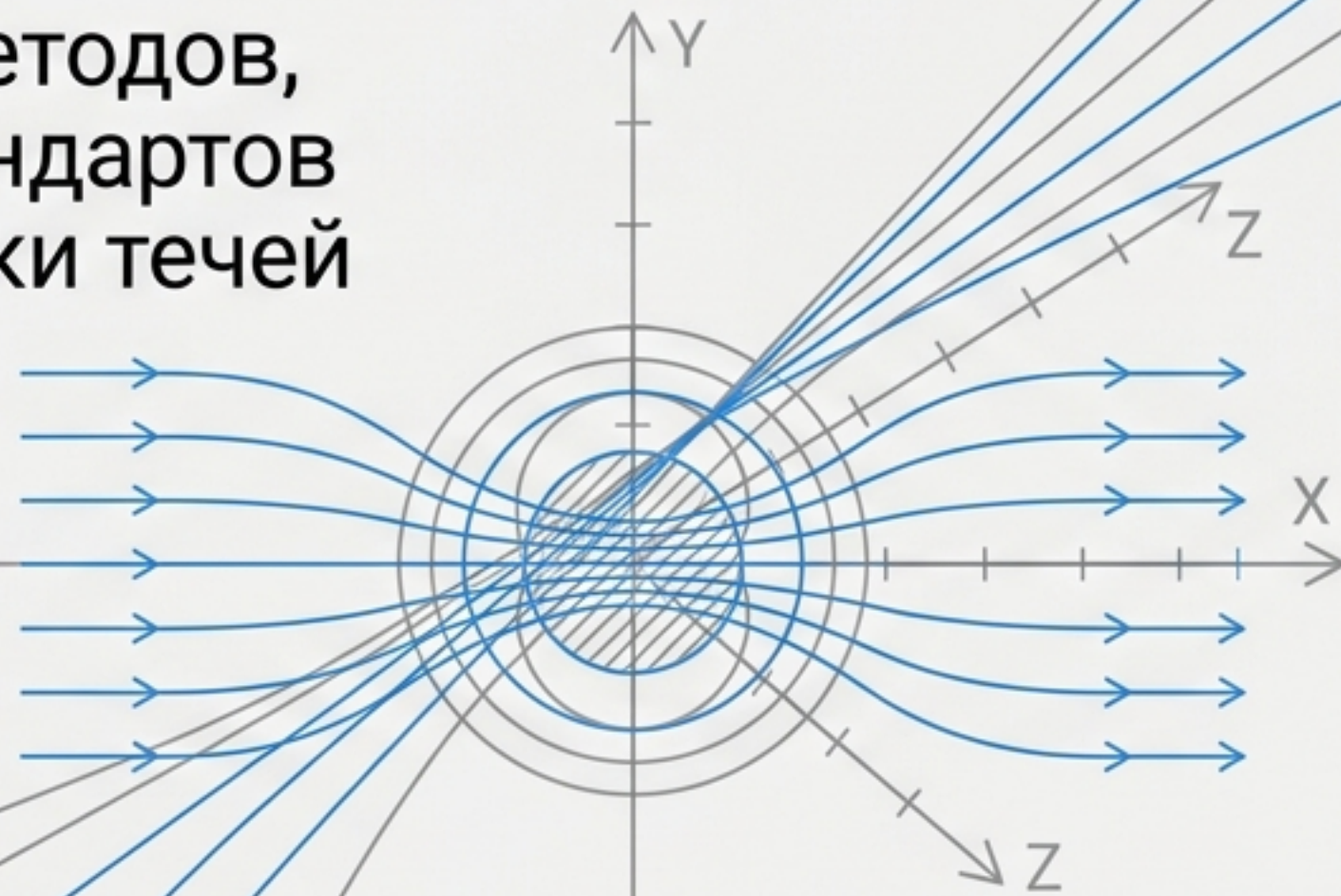


# Профессиональный контроль герметичности и вакуумная метрия

Анализ передовых методов, метрологических стандартов и процедур калибровки течей

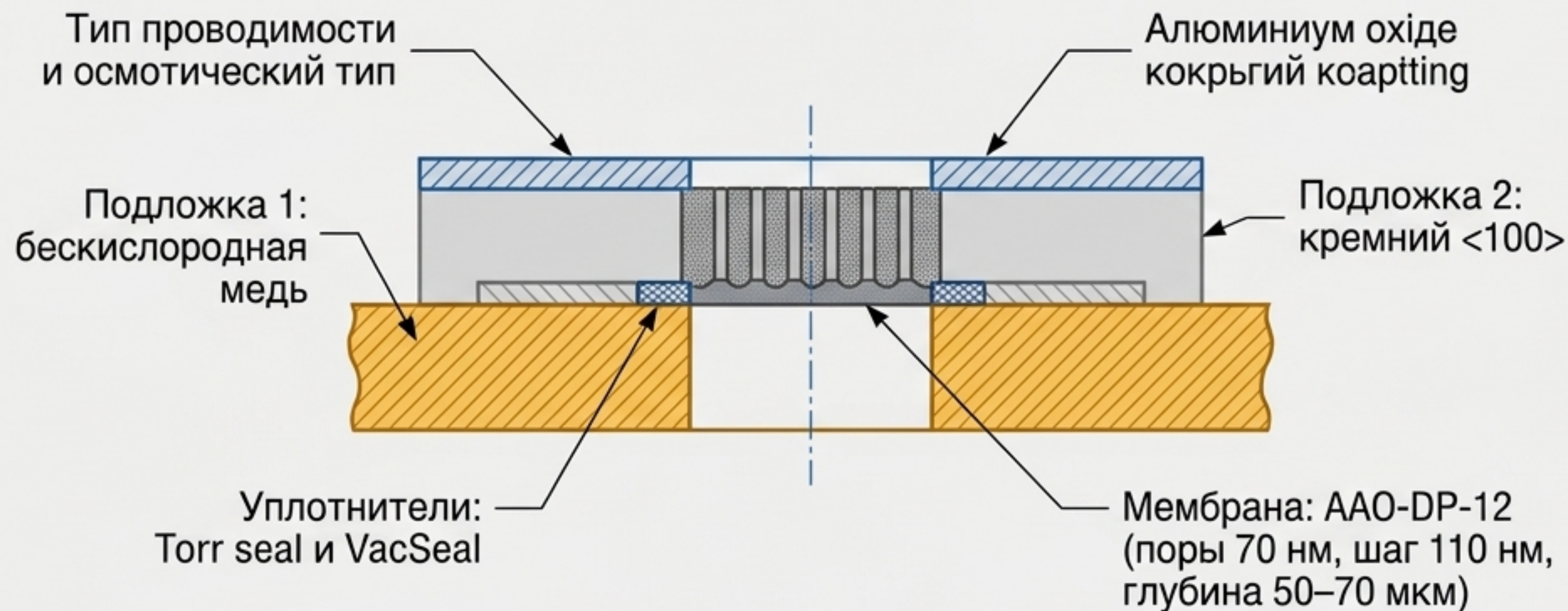


Для профессиональных инженеров-вакуумщиков, метрологов и специалистов по газовым потокам.

Подготовлено с учетом опыта лаборатории контроля герметичности ЛИКЛАБ.

# Подготовка эталонных течей молекулярного потока

Применение нанотехнологий для создания высокоточных течей молекулярного потока.



## ПАРАМЕТРЫ И ОГРАНИЧЕНИЯ

Магнетронное распыление Al-пленки (толщина 150–300 нм) оставляет открытой только эффективную квадратную зону 70–300 мкм.

Газ проходит строго через непокрытую нанопористую структуру.

**ИНЖЕНЕРНЫЙ ВЫВОД:** Контроль размера непокрытой области (Al-пленкой) позволяет инженеру предельно точно задавать пропускную способность эталонной течи.

# Расчет объема пленочной камеры и проводимость течи

Безошибочная методика расчета объема без эталонной детали и расчет геометрической проводимости.

Уравнение объема ( $V_F$ ):  $p_G(V_F + V_V) = p_F V_F + p_V V_V$

$p_G$  — давление после открытия калибровочного клапана

$p_F$  — давление до открытия (около 1 бар)

Уравнение проводимости ( $Q$ ):  $Q = n \times (P_1 - P_2) \times Y$

Раскрытие  $Y$ :  $Y = 12.1 \times \sqrt{\frac{29}{M}} \times \sqrt{\frac{T}{293}} \times \frac{D^3}{L}$

$n$  — число отверстий

$M$  — молекулярная масса

$T$  — рабочая температура

## ОГРАНИЧЕНИЯ

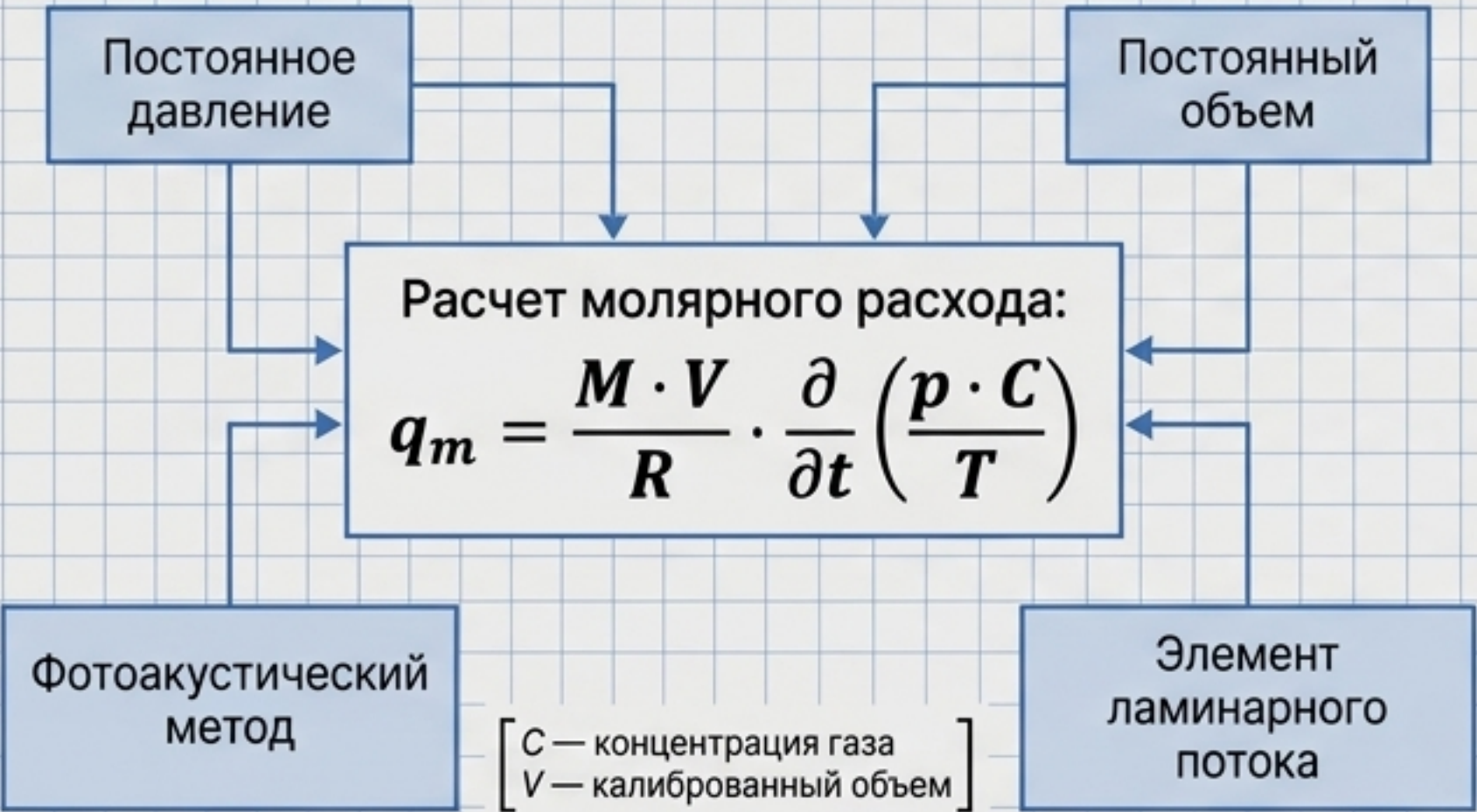
$V_V$  (калибровочный объем) должен составлять от 1/1000 до 1/100 от  $V_F$ .

Общее количество газа до и после открытия клапана должно оставаться строго неизменным.

**ИНЖЕНЕРНЫЙ ВЫВОД:** Измерение неизвестного объема основывается на фундаментальном и строгом сохранении массы газа в замкнутой вакуумной системе.

# Первичные системы калибровки и элементы ламинарного потока

Понимание базовых принципов работы первичных эталонов 4-х национальных метрологических институтов (NMI).



Матрица условий калибровки (Таблица 3)

| Режим     | Давление            | Газы           |
|-----------|---------------------|----------------|
| Вакуум    | от 50 Па до 150 кПа | He, N2, H2, Ar |
| Атмосфера | от 2 до 400 кПа     | He, N2, H2, Ar |

## ПРОЦЕДУРА ВАЛИДАЦИИ

Валидация масс-спектрометров требует подключения калиброванной течи параллельно с известной бездефектной деталью.

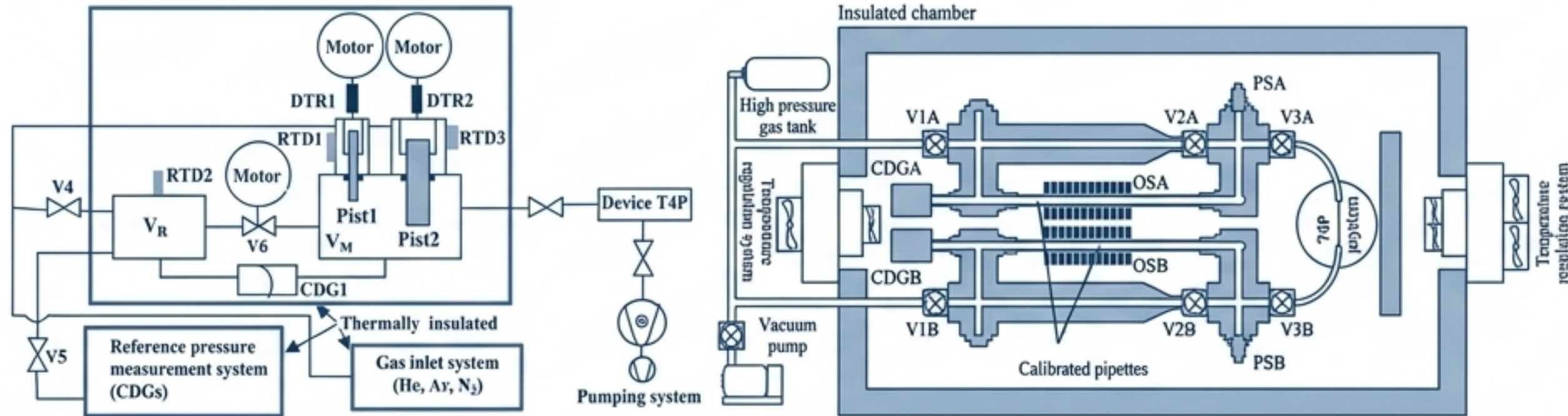
Утечка через саму деталь идентифицируется как «нулевая» и аппаратно компенсируется.

**ИНЖЕНЕРНЫЙ ВЫВОД:** При косвенном вычислении массового расхода вязкость газа в ламинарном элементе должна быть обязательно компенсирована математически.

В источнике не указано значение критического числа Рейнольдса для ламинарного элемента.

# Первичный расходомер INRIM и компенсация газоотделения

Математическая модель расчета расхода газа и компенсации микротечей самой испытательной установки.



Формула расхода: 
$$q = \frac{1}{h} \sum \left[ \frac{1}{R \cdot T_{M,i}} \cdot p_{atm} \cdot \frac{\pi \cdot D^2}{4} \cdot \frac{\Delta L_i}{\Delta t_i} \right]$$

$h$  — количество повышений давления,  
 $D$  — диаметр поршня,  
 $\Delta L_i$  — изменение смещения.

## УСЛОВИЯ КОРРЕКТНОСТИ

- Уравнение предполагает строгое постоянство эталонного давления и температуры.
- Коэффициенты  $m_i$  и  $n_i$  (наклон и пересечение) рассчитываются методом наименьших квадратов.

**ИНЖЕНЕРНЫЙ ВЫВОД:** Газоотделение (outgassing) и малые утечки самой установки при низком давлении вносят искажения. Они не могут игнорироваться и требуют обязательной математической корректировки данных расхода.

# Характеристики MSLD и бюджет неопределенности

Точная оценка суммарной погрешности на промышленной производственной линии.

В источнике не указано влияние влажности на погрешность.

| Матрица сравнения типов течей |                                                                            |                                                                                     |
|-------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
|                               | 1                                                                          | 2                                                                                   |
| 1                             | Течи проницаемости (Permeation)                                            | Капиллярные течи (Capillary)                                                        |
| 2                             | от $10^{-9}$ до $10^{-7}$ mbar L/s.<br>Крайне чувствительны к температуре. | Температурный коэффициент ниже $0.5 \times 10^{-2} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ . |

## Бюджет неопределенности MSLD

| Первичный (1-2.5%) | Рабочая течь (6%) | MSLD (2%)            | Повторяемость (2-5%) |            |
|--------------------|-------------------|----------------------|----------------------|------------|
| Первичный эталон   |                   | Разрешение MSLD (2%) |                      | Шум (0.2%) |

ПОРОГИ ОТБРАКОВКИ

Теплообменник: 1 г/год  
 $R134a = 3.8 \times 10^{-5}$  mbar L/s He.

Компрессор: 0.5 г/год  
 $= 1.5 \times 10^{-5}$  mbar L/s He.

## ИНЖЕНЕРНЫЙ ВЫВОД:

В худшем случае суммарная относительная неопределенность самой машины MSLD составляет  $8 \times 10^{-2}$ , а расширенная –  $16 \times 10^{-2}$ .

1

# Уравнения потока и суммарная ошибка калибровки

2

Выбор метода калибровки в зависимости от типа течи и расчет максимальной ошибки.

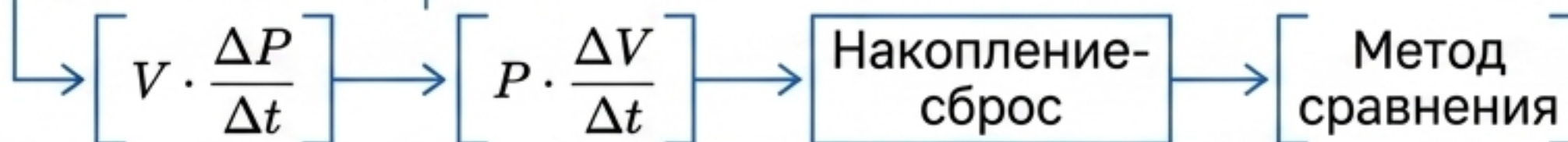
3

Уравнение проницаемости от температуры:

$$Q_m = A \cdot T \cdot e^{-E/RT}$$

$Q_m$  — молярная скорость,  
 $A$  — константа проницаемости,  
 $E$  — энергия активации диффузии

Методы калибровки:



Максимальная неопределенность:

$$\frac{\delta Q_m}{Q_m} = \frac{\delta P}{P} + \frac{\delta V}{V} + \frac{\delta t}{t} + \frac{\delta T}{T}$$

4

## ОГРАНИЧЕНИЯ МЕТОДОВ

Метод сравнения дает точность не лучше  $\pm 5-7\%$  в диапазоне сверхмалых потоков от  $10^{-9}$  до  $10^{-12}$  mol/s.

В источнике не указано конкретное значение энергии активации  $E$ .

6

## ИНЖЕНЕРНЫЙ ВЫВОД:

Для течей проницаемости наиболее значительным источником ошибки является температура. Изотермические условия при калибровке строго обязательны.

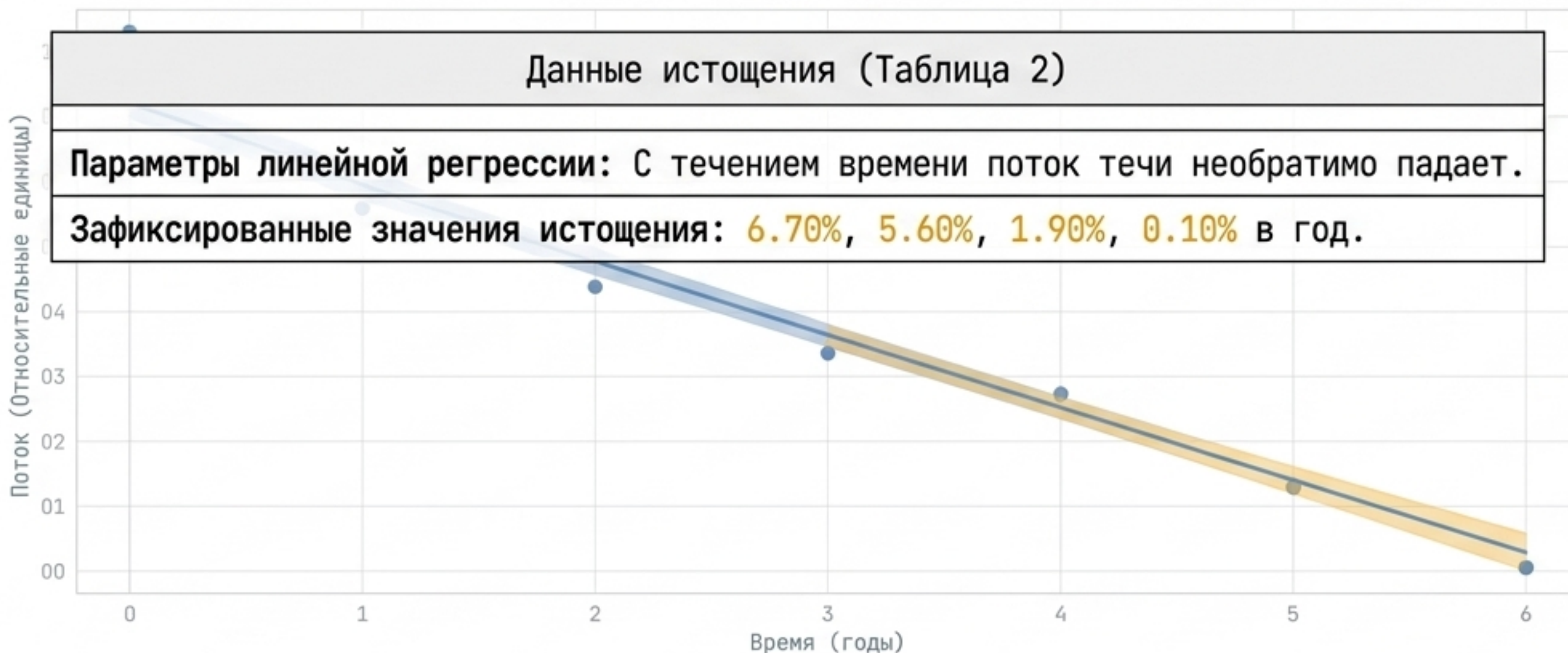
# Долгосрочная стабильность и истощение эталонов (Depletion)

Оценка дрейфа значений эталонных течей со временем при калибровке методом сравнения.

Данные истощения (Таблица 2)

Параметры линейной регрессии: С течением времени поток течи необратимо падает.

Зафиксированные значения истощения: 6.70%, 5.60%, 1.90%, 0.10% в год.



## РАСХОЖДЕНИЕ ДАННЫХ

Расчетные значения начального потока  $Q_0$  часто не совпадают с данными производителя даже с учетом неопределенности (из-за разницы в погрешностях между лабораториями).

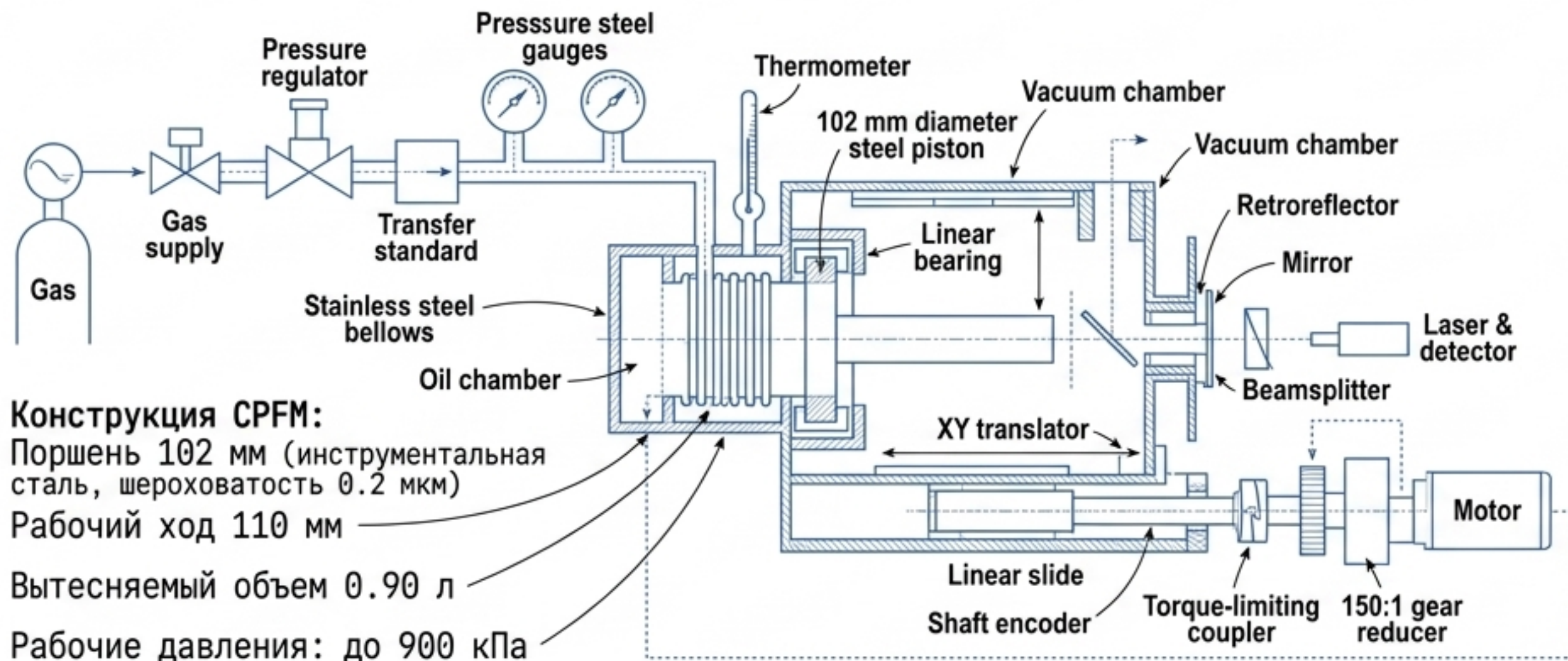
В источнике не указано физическая причина аномально быстрого истощения некоторых течей.

## ИНЖЕНЕРНЫЙ ВЫВОД:

Значение истощения вносит наибольший вклад в расширенную неопределенность. До получения достаточного количества повторных калибровок следует использовать значение истощения от производителя.

# Первичные эталоны НИЗКИХ ПОТОКОВ (NIST)

Достижение стандарта неопределенности  
0.019% для потоков от 0.1 до 1000  $\mu\text{mol/s}$ .



## КРИТИЧЕСКИЕ ОГРАНИЧЕНИЯ

Дегазация масла критически важна: пузырьки газа добавляют временную зависимость в поток.

Бюджет неопределенностей:

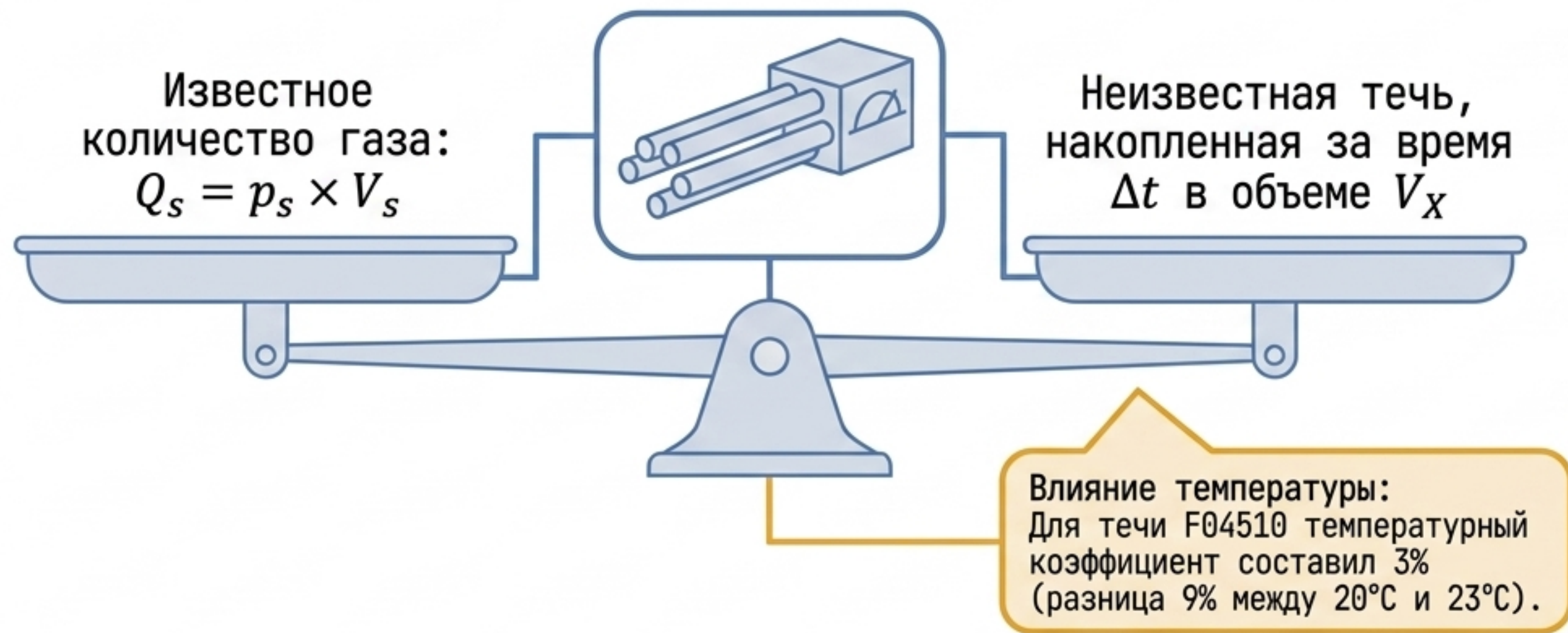
- Площадь поршня (0.003%)
- Смещение (<0.0003%)
- Время (0.003%)
- Температура (0.011%)
- Давление (0.015%)

## ИНЖЕНЕРНЫЙ ВЫВОД:

При малых расходах ( $< 1 \mu\text{mol/s}$ ) главной ошибкой становится тепловое расширение масла.  
При высоких потоках доминирует погрешность манометра.

## Метод накопления-сброса и минимизация мертвого объема

Квадрупольная масс-спектрометрия  
и калибровка в сверхвысоком  
вакууме (от  $10^{-10}$  до  $10^{-5}$  Pa м<sup>3</sup>/с).



### ФОНОВЫЕ РИСКИ

Время накопления газа варьируется от 3 минут до 1 часа, что многократно увеличивает риск влияния фонового давления.

### ИНЖЕНЕРНЫЙ ВЫВОД:

В поршневых расходомерах критически важно минимизировать «мертвый» объем ( $V_2$ ). Большой мертвый объем многократно усиливает влияние неустойчивости давления и температуры на результат.

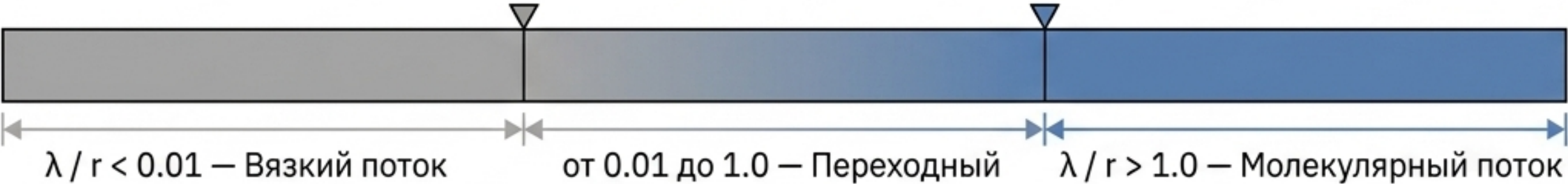
# Физика вакуумных потоков: Критерии режимов

Правильная интерпретация единиц измерения утечек и физических режимов течения газа.

Формула потока:  $Q = S \cdot P$

Средняя длина свободного пробега ( $\lambda$ ):  $\lambda = 116.4 \left(\frac{\eta}{P}\right) \left(\frac{T}{M}\right)^{1/2}$

Для воздуха при 22°C:  $\lambda \text{ (см)} = \frac{6.8 \times 10^{-3}}{P \text{ (Па)}}$



## КРИТЕРИИ РЕЖИМА

Строгие физические границы диктуют поведение газа.

Неправильное определение режима ведет к ошибкам на порядки.

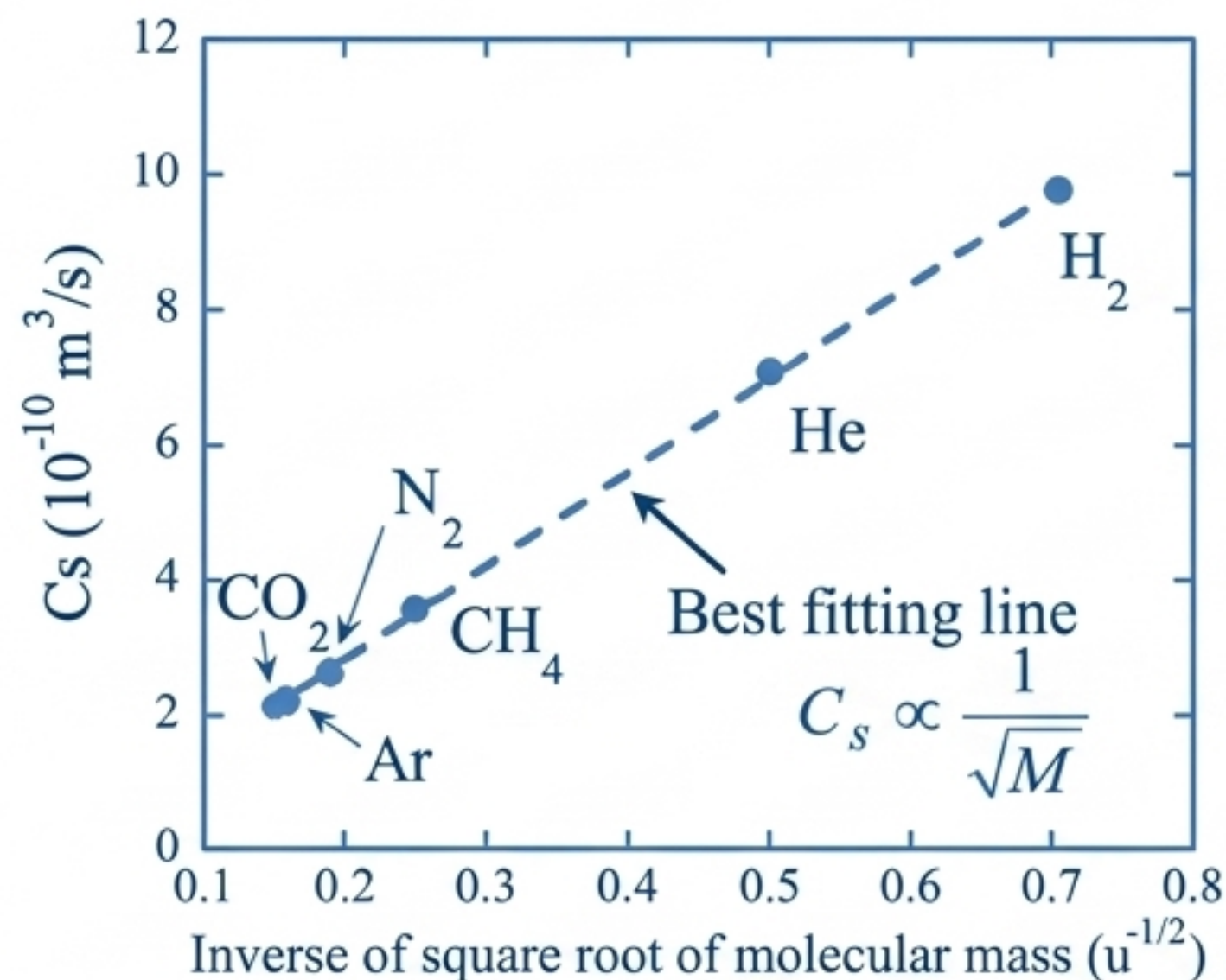
В источнике не указано поведение газов при турбулентном потоке.

## ИНЖЕНЕРНЫЙ ВЫВОД:

Указывать скорость потока (throughput) бессмысленно без эталонной температуры ( $n = PV / RT$ ). Конвертация в «эквивалентную утечку воздуха» некорректна из-за непредсказуемой смены режимов.

## Зависимость проводимости ААО от молекулярной массы

Прогнозирование скорости утечки для любого рабочего газа на основе стендовой калибровки гелием.



Уравнение пересчета:

$$C(M_n, T) = C(\text{He}, T_0) \times \left( \frac{M_{\text{He}}}{M_n} \right)^{1/2} \times \left( \frac{T}{T_0} \right)^{1/2}$$

$C$  — проводимость,  
 $M$  — молекулярная масса газа,  
 $T$  — температура.

### ГРАНИЦЫ ПРИМЕНИМОСТИ

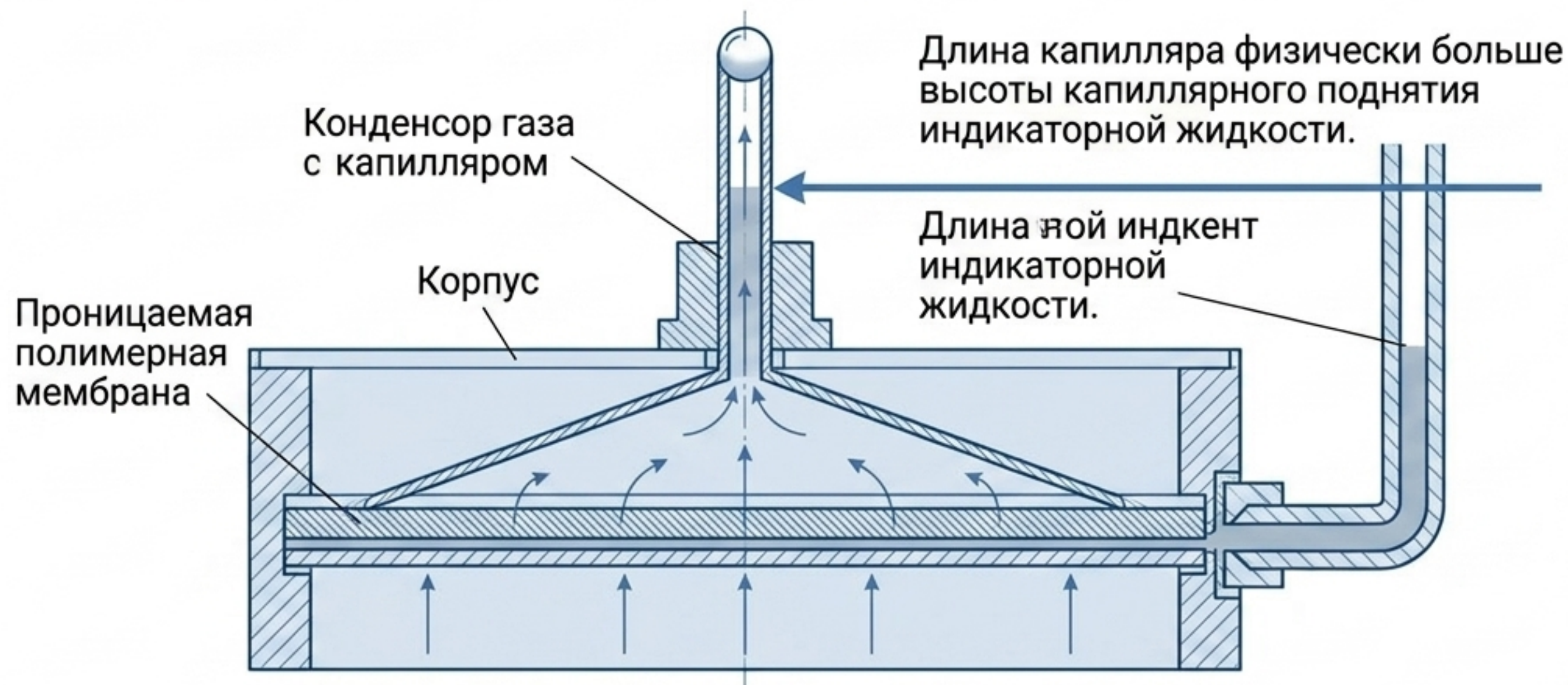
Данная формула математически применима строго для молекулярного режима течения при давлениях на входе от 10 до 100 кПа.

В источнике не указано влияние толщины мембраны на точность формулы пересчета.

**ИНЖЕНЕРНЫЙ ВЫВОД:** Скорость утечки в молекулярном режиме линейно зависит от входного давления и обратно пропорциональна квадратному корню из молекулярной массы газа.

# Диффузионная течь для пузырькового метода

Решение проблемы калибровки пузырьковым методом без повреждения мембраны жидкостью (классы IV и V).



## ИНЖЕНЕРНЫЕ ПАРАМЕТРЫ

- Контактная поверхность конденсора имеет шероховатость  $R_z \geq 50$  (или сетка).
- Капилляр покрыт гидрофобным материалом.
- В корпусе предусмотрено дренажное отверстие для выпуска воздуха.

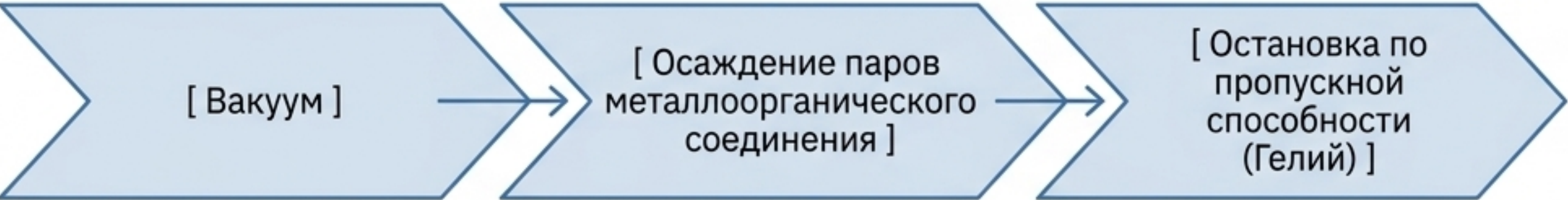
В источнике не указано точный диаметр капилляра для образования сферического мениска.

**ИНЖЕНЕРНЫЙ ВЫВОД:** Сбор газа в одну точку у входа в капилляр позволяет генерировать крупные стабильные потоки (пузыри), гарантированно исключая намокание чувствительной мембраны.

# Стабилизация проницаемости и инженерный синтез

Технология защиты наноотверстий от пыли и фундаментальные правила метрологии течей.

## Технология SU974176A2



## ЗАЩИТНЫЙ БАРЬЕР

Отверстие герметично закрывается с обеих сторон полиэтилентерефталатной (ПЭТ) пленкой толщиной 20 мкм.

- ⚠ 1

Температура — абсолютный критический фактор (погрешность до 7%/°C);
- ⚠ 2

При малых потоках газоотделение (outgassing) вносит критическую ошибку;
- ⚠ 3

Истощение эталона (depletion) — главный фактор долгосрочной неопределенности;
- ⚠ 4

Недопустимо указывать газовый поток без эталонной температуры.

## ИТОГОВЫЙ СИНТЕЗ:

Фундаментальные физические и метрологические ограничения требуют строгого математического учета каждого переменного фактора в вакуумной системе.

В источнике не указано металлоорганическое соединение, используемое для осаждения.