

Отбор проб высокого давления с помощью RGA-100

Типы анализа, выполняемые RGA (анализаторами остаточных газов), полезны во многих приложениях, помимо вакуумных систем. Но RGA, по своей сути, является вакуумным прибором, который работает лучше всего при 10^{-6} мбар. Выше 10^{-5} отклик становится нелинейным, а выше 10^{-4} нить накала отключается управляющей электроникой. Для отбора проб газов при более высоких давлениях необходима система снижения давления. Эти системы в основном представляют собой ограничитель и пакет вакуумных насосов. Общими ограничениями являются отверстия и капилляры, которые могут обеспечить снижение давления более чем на шесть порядков. Пакет вакуумных насосов состоит из турбомолекулярного насоса и форвакуумного насоса. В дополнение к достижению желаемого снижения давления, конструкция системы должна обеспечивать быструю реакцию и высокое отношение сигнал/фон.

При давлениях, характерных для вакуумных процессов, подходит простая система снижения давления на основе диафрагмы. При атмосферном и более высоком давлении используется двухступенчатая система редукции на основе капилляра и диафрагмы. Эти две системы будут использованы для иллюстрации конструкции систем снижения давления для RGA.

Отбор проб в вакууме (от 10 до 10^{-5} мбар)

На рисунке 1 показана схема базовой системы снижения давления. Система имеет два пути к RGA: путь с высокой проходимостью (через клапан Hi-C) предусмотрен таким образом, чтобы RGA мог контролировать максимальный вакуум систем до начала процесса. Путь Hi-C также используется при испытании на герметичность вакуумной системы в режиме тестирования на герметичность в программном обеспечении RGA. Апертурный тракт (или тракт с диафрагмой) обеспечивает снижение давления, необходимое для работы при давлении до 10 мбар.

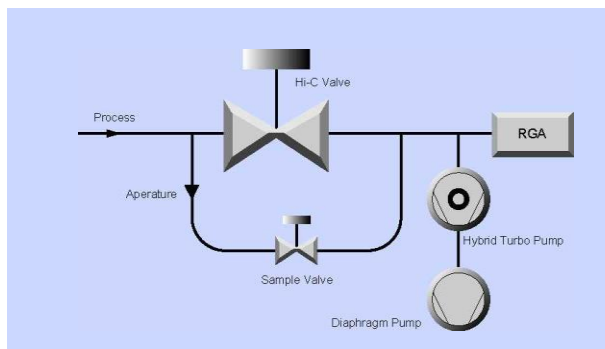


Рисунок 1: Система снижения давления в среднем вакууме

Апертуры могут быть легко спроектированы для рабочих давлений в диапазоне от 10^{-3} мбар до 10 мбар. Если процесс всегда работает в небольшом диапазоне значений, апертура может быть оптимизирована для подачи газа в RGA при давлении от 10^{-6} до 10^{-5} мбар. При работе RGA при оптимальном давлении время сбора данных сводится к минимуму, и доступен полный динамический диапазон парциального давления. Во многих случаях процесс работает при одном давлении, и диафрагма может быть оптимизирована. Если давление в процессе изменяется в диапазоне от двух

порядков или более, размер отверстия должен быть изменен, чтобы соответствовать диапазону давления. Например, рассмотрим давление процесса, которое варьируется от 10^{-1} до 10 мбар. Апертура должна быть рассчитана на падение давления с 10 мбар до 10^{-5} мбар. Когда давление процесса составляет 10^{-1} мбар, давление в RGA будет составлять 10^{-7} мбар. Уровень шума RGA не зависит от давления процесса: для детектора чашки Фарадея он составляет около 10^{-10} мбар. Таким образом, динамический диапазон измерения варьируется от пяти порядков при высоком технологическом давлении до всего лишь трех порядков при низком давлении. Для тех областей применения, где не требуется полный динамический диапазон, может быть приемлемым использование RGA при низком давлении. Если требуется полный динамический диапазон для различных технологических давлений, то требуется переменное снижение давления. Доступны подходящие клапаны с переменным сечением, но они значительно дороже, чем фиксированная апертура.

Другой метод увеличения динамического диапазона и скорости сбора данных заключается в использовании RGA с электронным умножителем. Электронный умножитель обеспечивает коэффициент усиления от 10^2 до 10^6 и понижает уровень шума до 10^{-14} мбар. Этот низкий уровень шума позволяет RGA обеспечивать большой динамический диапазон даже при низких рабочих давлениях.

Высокое рабочее давление (или пропускная способность апертуры) на RGA также улучшает отношение сигнал/фон. В этом контексте «сигнал» - это газ, который пропускается через апертуру, а «фон» - удаление газа из системы, а также направление газа обратно через турбонасос. Предельный вакуум

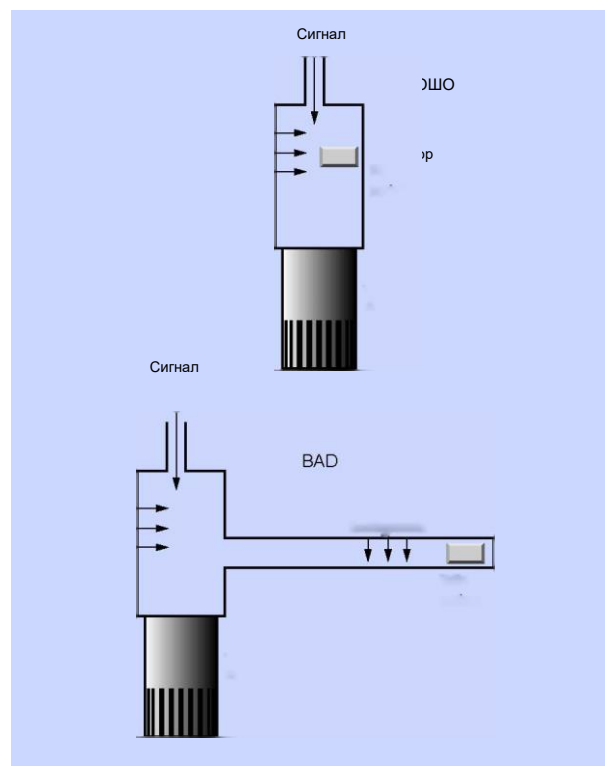


Рисунок 2: Схемы постапертурных вакуумных систем

от многих пакетов турбонасосов составляет около 10^{-9} мбар. Фон дегазации будет в основном водородом, водой и азотом. Фоном обратного потока будет воздух. Если измерения производятся вблизи этих фоновых пиков, рабочее давление должно быть максимально высоким. Фон можно свести к минимуму, спроектировав трубки таким образом, чтобы эффективная скорость накачки на ионизаторе RGA была как можно выше. На рисунке 2 показаны два макета, которые имеют одинаковый уровень «сигнала». Компоновка с RGA на конце небольшой трубки имеет небольшую эффективную скорость накачки и будет показывать больший уровень фона.

Система, показанная на рис. 1, может быть собрана в виде простого пакета. Выбор небольшого (70 литров/с или менее) гибридного турбонасоса и мембранного насоса устраняет любые проблемы с маслом. Использование этой пары насоса также исключает форвакуумную ловушку и запорные клапаны. Работа системы должна быть простой: открыть клапан Hi-C при низком давлении или открыть пробоотборный клапан при высоком давлении.

Отбор проб высокого давления (>100 мбар)

При высоком давлении апертура в сборе недостаточна для снижения давления при сохранении времени отклика. Рассмотрим диафрагму, которая снижает давление с 10 мбар до 10^{-6} мбар при использовании с турбонасосом 70 л/с. Объемный расход на стороне высокого давления апертуры будет составлять 7 мкл/с. Любой мертвый объем на стороне высокого давления апертуры (рис. 3) может вызвать большую постоянную времени отклика ($t_c = \text{объем}/\text{расход}$). Если бы апертура имела небольшой мертвый объем 1/2 дюйма трубки с наружным диаметром 0,250 " (стенка 0,028"), постоянная времени составляла бы 35 секунд. Это не приемлемое время ответа.

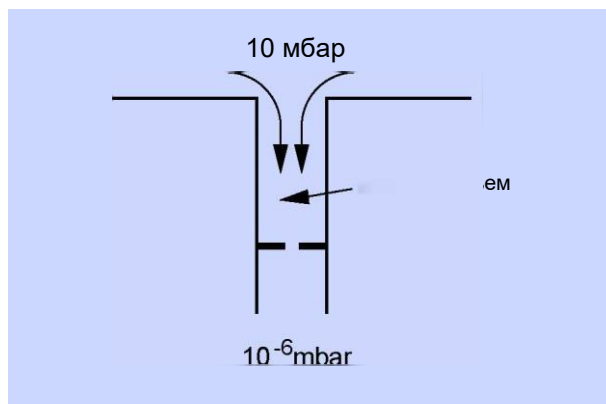


Рисунок 3. Небольшой объем замедляет время отклика

Для достижения быстрого времени отклика используется капиллярный впускной канал с байпасом, как показано на рис. 4. Система снижает давление в два этапа. Большая часть отбираемого газа отбирается через капилляр и напрямую к диафрагменному насосу, минуя RGA. Давление на выходе из капилляра составляет около 1 мбар. Небольшое количество отбираемого газа отводится в RGA через отверстие. Эта конфигурация улучшает время отклика двумя способами. Во-первых, давление на верхней стороне отверстия удерживается примерно до 1 мбар. Но даже это давление в приведенном

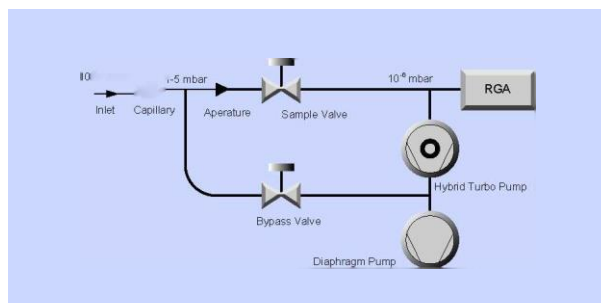


Рисунок 4: Отбор проб под высоким давлением

выше примере с мертвым объемом 1/2 дюйма давало бы постоянную времени 3,5 секунды. Второй метод уменьшения постоянной времени состоит в том, чтобы гарантировать, что любой мертвый объем хорошо перемешан. После капилляра газ движется со значительной скоростью (несколько метров в секунду). Правильная схема впускного трубопровода будет использовать кинетическую энергию потока отобранного газа для смешивания мертвого объема (в некотором смысле, подерживая объем живым). На рис. 5 показана реакция на выбросы газа на входе в атмосферный пробоотборник, разработанный с учетом вышеуказанных соображений. Субсекундная реакция и очистка почти такие же быстрые, как скорость передачи данных RGA.

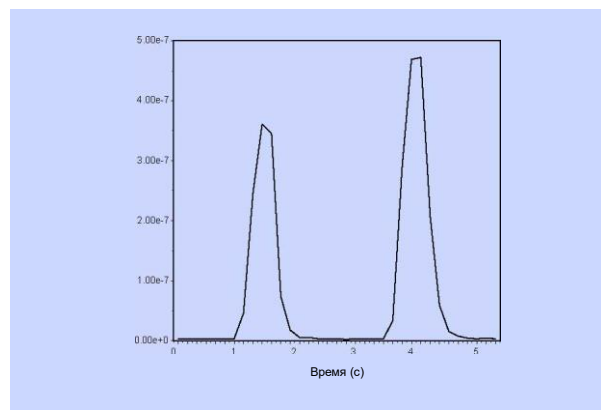


Рисунок 5: Реакция байпасной насосной системы на выбросы

Доступны стеклянные капилляры с достаточно маленькими отверстиями для снижения давления с 1000 мбар до 10^{-6} мбар без байпасной перекачки. Несмотря на то, что можно создать атмосферную систему отбора проб на основе стеклянного капилляра 1/4 метра и 50 мм, существуют веские причины для использования конфигурации байпасного насоса. Байпасная откачка улучшает работу системы за счет увеличения расхода газа через капилляр примерно на 3–4 порядка. Более высокие скорости потока и меньший перепад давления позволяют использовать более широкий выбор капилляров. Капилляры из нержавеющей стали и PEEK (полиэфирэфиркетон) являются более доступными и гибкими, чем стеклянные капилляры. Большой расход означает, что объемная скорость потока на входе капилляра является более разумной. Для системы со скоростью откачки 70 л/с, работающей при 10^{-6} мбар, объемный расход на входе составит 70 нл/с. Любой мертвый объем на входе капилляра приведет к необоснованному времени отклика. С такими маленькими скоростями потока, впускные устройства, такие как фильтры, клапаны или соединительное оборудование не могут быть использованы.

В целом, капиллярная система с байпасной прокачкой является более гибкой и требует лишь небольшого добавления оборудования (один клапан и несколько трубок).

Конфигурация, показанная на рисунке 4, стала возможной благодаря недавним достижениям в области гибридных турбомолекулярных/дренажных и мембранных насосов. Традиционные конструкции опирались бы на два роторно-лопастных насоса и стандартный турбомолекулярный насос. Высокие степени сжатия гибридных турбонасосов позволяют объединить два потока (байпасный и пробоотборный). Низкий предельный вакуум современных мембранных насосов делает их пригодными для использования в качестве форвакуумного насоса. Комбинация этих современных технологий означает, что атмосферная система отбора проб может быть сконструирована в очень маленькие пакеты (менее 8 дюймов в 19-дюймовом шасси), которые являются портативными и простыми в эксплуатации.

Заключение

Хотя RGA, по сути, является вакуумным прибором, легко спроектировать впускные системы, позволяющие отбирать пробы газов при любом давлении. Более описательным названием для таких систем было бы «онлайновый квадрупольный масс-спектрометр». Масс-спектрометрия - это хорошо зарекомендовавший себя аналитический метод, но традиционно он дорогой и требует большого оборудования. Снижение стоимости квадрупольных детекторов и вакуумных насосов, наряду с разработкой простых в использовании программных интерфейсов, делает анализ процессов с помощью масс-спектрометрии привлекательным методом.