

Современный прецизионный манометр низких абсолютных давлений с расширенным диапазоном измерений

В.Н. Горобей, Е.К. Израилов
Санкт-Петербург, ФГУП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, Московский пр., 19
E-mail: V.N. Gorobey@vniim.ru

В докладе обсуждается возможность расширения диапазона измерений современного прецизионного мембранно-емкостного манометра с электростатической компенсацией (МЕПК) низких абсолютных давлений на установке, основанной на применении метода редукции давления.

Modern precision manometer of low absolute pressures with extended measuring range. V.N. Gorobey, E.K. Izrailov. This report presents discussion of possibility to expand measuring range of precision membrane-capacitive electro-statically compensated manometer using installation based on the pressure reduction method.

С начала 2000-х годов начались разработки нового эталона единицы абсолютного давления на базе модернизации Государственного специального эталона для области низких абсолютных давлений ГЭТ 49-80, который был введен в эксплуатацию в 1981г. Эталон был создан на основе мембранно-емкостного манометра с электростатической компенсацией (МЕПК).

Следует отметить, что все существующие мембранно-емкостные вакуумметры отечественной и зарубежной промышленности требуют при измерениях калибровку. При этом остаточное давление в их камерах обеспечивается автономными системами откачки или геттерными узлами, которые со временем насыщаются и требуют обезгаживания под откачкой (или полной замены), что представляет значительные технические трудности. Конструкция нового эталона должна исключить указанные недостатки.

Манометр имеет широкий диапазон измерений от 10^{-3} до 40 Па. Нижний предел измерений (10^{-3} Па) ограничен явлением сорбции и десорбции, а также предельной чувствительностью мембраны и измерительного электронного устройства.

Измерениям более низких давлений также препятствует недостаточная чувствительность используемых систем регистрации деформации мембраны, а также отсутствие подробных теоретических и практических исследований возможностей мембранно-емкостного метода измерений абсолютных давлений.

Как показала практика, проблему расширения рабочей области измерений вакуумметров в сторону высокого вакуума удастся решить лишь с помощью емкостных способов измерения микродеформаций мембраны. Поэтому большой интерес в последнее время проявляется к возможностям мембранно-емкостных вакуумметров, а проведение исследований по расширению области измеряемых эталоном ГЭТ 49-80 абсолютных давлений [1] является перспективным и актуальным с точки зрения получения наивысшей точности и широкого диапазона измерений.

Эталонный мембранно-емкостный преобразователь.

Сущность работы МЕПК (рис. 1) состоит в том, что давление, вызывающее прогиб мембраны в измерительной камере К компенсируется электрическим воздействием, приводящим мембрану в исходное положение.

Уравнение измерения МЕПК, как известно [1], имеет вид:

$$P_1 = K_1 \cdot U^2 + P_2, \quad (1)$$

где
$$K = \frac{\epsilon_0}{2d_0^2} * \frac{S_2}{S_M}, \quad (2)$$

U – компенсирующее напряжение, возвращающее мембрану в исходное положение,
 d_0 – расстояние между мембраной и компенсирующим электродом \mathcal{E}_1 при отсутствии разности давлений между камерами преобразователя,
 S_2 и S_M – площади электрода и мембраны соответственно,
 ϵ_0 – электрическая постоянная вакуума,
 P_2 – остаточное давление в сравнительной камере МЕРК, поддерживаемое пренебрежимо малым (на 3 порядка меньше измеряемого).

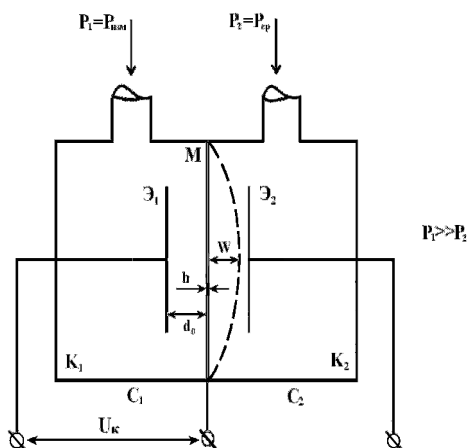


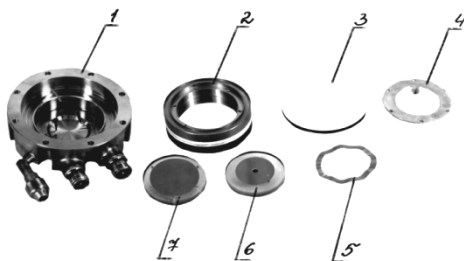
Рис. 1. Принципиальная схема мембранно-емкостного преобразователя компенсационного типа (МЕРК).

В преобразователе компенсационных измерений рабочая часть мембраны имеет диаметр 41 мм и толщину $h=25$ мкм, а электрод измерительной камеры имеет плоскую рабочую поверхность и расположен на расстоянии $d_0=100$ мкм от мембраны.

Емкости между мембраной M и электродами \mathcal{E}_1 и \mathcal{E}_2 в преобразователе примерно равны между собой и имеют величину 110-130 пФ.

Рабочая поверхность электрода \mathcal{E}_2 преобразователя имеют вогнутую сферическую форму с радиусом сферы ~ 2 м. Такая форма поверхности защищает мембрану от повреждений в случае возникновения в измерительной камере давления, значительно превышающего диапазон измерений, а также расширяет область линейной зависимости изменения емкости от давления.

На рис. 2 показан преобразователь компенсационных измерений в разобранном виде и семь основных его элементов.



*Рис. 2. Мембранно-емкостный преобразователь. Внешний вид в разобранном виде:
 1 – половина корпуса; 2 – мембранный узел; 3 – прокладка; 4 – прижимная шайба;
 5 – пружина; 6 – сферический электрод сравнительной камеры; 7 – плоский электрод измерительной камеры.*

Внешний вид в сборе компенсационного МЭП показан на рис. 3.

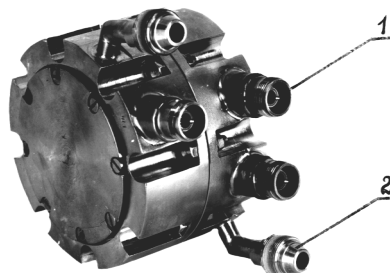


Рис. 3. Мембранно-емкостный преобразователь в сборе: 1 – электрический ввод; 2 – вакуумный ввод.

Постоянную K можно рассчитать или непосредственно по геометрическим размерам преобразователя до сборки (многократными измерениями d_0 , $R_{эл}$ и R_m в 4-х сечениях) или по многократному измеренному значению емкости C_1 (между мембраной и измерительным электродом) с последующим ее расчетом по формуле:

$$K = \frac{1}{2\varepsilon_0\pi^2} \left(\frac{C_1}{R_m \cdot R_{эл}} \right)^2, \quad (3)$$

где $R_{эл}$ и R_m – радиусы электрода \mathcal{E}_1 и мембраны M соответственно.

К модернизации МЭПК относится решение проблемы снижения предельного остаточного давления, создаваемого сверхвысоковакуумным насосом. Проблема решается путем перехода к откачным системам, использующим высоковакуумные турбомолекулярные или криогенные насосы с предельным остаточным давлением $< 5 \cdot 10^{-7}$ Па.

Уменьшения десорбции газа со стенок измерительной камеры и снижения натекания в вакуумные камеры извне можно добиться использованием специальной технологии их покрытия слоем крупнозернистого алюминия высокой чистоты ($\sim 99,999\%$). При этом процесс обработки камер планируется осуществлять путём:

- полировки внутренней поверхности камер;
- тщательного их обезжиривания;
- последующего обезгаживания камер в вакууме (прогрев при $300 \dots 350^\circ\text{C}$);
- напыление в атмосфере гелия при вращении образца из чистого алюминия.

Работа модернизированного манометра МЭПК в значительной мере зависит от герметичности камер, что является необходимым условием работоспособности и достижения требуемых его параметров.

Проверка герметичности различных узлов данной конструкции МЭПК связана со сложной конфигурацией вакуумных его соединений. Обычные методики позволяют обнаружить негерметичность манометра в целом, но трудно применимы для определения конкретных, локальных мест вакуумных течей. Поэтому были разработаны практические рекомендации по обеспечению и контролю герметичности.

Метод редукции для расширения диапазона измерений МЭПК

С целью расширения диапазона измерений МЭПК в область высокого и сверхвысокого вакуума можно использовать метод редукции давления [2], основанный на предположении о стационарном течении газа в вакуумной системе. Анализ динамического метода воспроизведения единицы давления показывает, что установившееся течение газа в камере наступает через промежуток времени, равный

$$\Delta t = \frac{V}{S} \cdot \ln \frac{\left(\frac{p_0}{p_1} - 1 \right)}{[\delta_1]}, \quad (4)$$

где V – объем камеры;

S – скорость откачки газа из камеры;

p_0 – начальное давление в камере;

$p_1 = \frac{Q}{S}$ – установившееся давление в камере;

Q – поток газа, поступающий в камеру;

$\delta_1 = e^{-\frac{S}{V} \Delta t} \cdot \left(\frac{p_0}{p_1} - 1 \right)$ – поправка на неустановившийся режим течения газа.

Из (4) следует, что давление в камере достигает равновесного значения тем быстрее, чем меньше объем камеры V и чем больше скорость откачки газа S .

Как правило, при конструировании вакуумной системы с целью уменьшения времени установления стационарного течения газа обычно стремятся в первую очередь, уменьшить объем камеры, поскольку выбор средств откачки ограничен.

На рис. 4 приведена принципиальная схема динамической градуировочной установки, основанная на МЕПК и методе редукции давления.

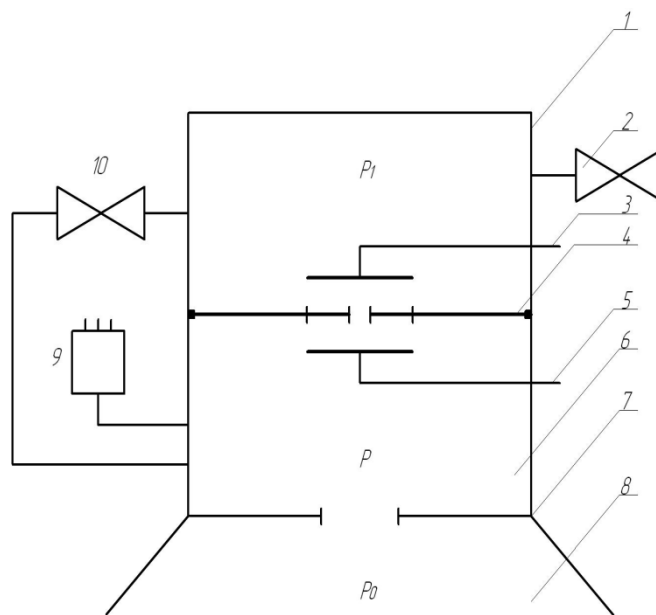


Рис. 4. Принципиальная схема установки, где 1 – камера исходного давления; 2 – натекатель; 3,5 – изолированные электроды, 4 – малая диафрагма; 6 – градуировочная камера; 7 – диафрагма; 8 – высоковакуумный насос; 9 – градуируемые манометрические преобразователи, 10 – вакуумный клапан.

Принцип работы установки заключен в том, что в камере 1 поддерживают постоянное давление при помощи крана - натекателя 2 и высоковакуумного насоса 8, откачивающего газ из камеры 1 через диафрагму 7, камеру 6 и диафрагму 4. При этом градуируемые манометрические преобразователи 9 вакуумноплотно присоединяются к градуировочной камере 6.

Давления p в камере 6 и p_1 в камере 1 связаны зависимостью, которую можно представить в виде

$$\frac{\Delta p}{p} = \frac{p_1 - p}{p} = \frac{U}{U_1} \quad (5)$$

при условии, что

$$U \ll S_0 \text{ и } q \ll Q,$$

где U_1 и U – проводимости диафрагм 4 и 7 соответственно;

S_0 – быстрота откачки насоса 8;

q – газоотделение в камере 6 со стенок;

Q – поток газа через натекаТЕЛЬ 2.

Отличительная особенность этой установки состоит в том, что в измерительном конденсаторе (в центре рисунка) диафрагма 4 представляет собой тонкую мембрану с очень малым отверстием в центре.

По обе стороны от диафрагмы 4 расположены два изолированных электрода 3 и 5, которые образуют с ней конденсаторы с емкостями C_1 и C_2 соответственно. Конденсатор с емкостью C_2 включают в одно из плеч моста (на рисунке не показан), балансировку которого производят перед измерениями при равенстве давлений в камерах 1 и 6 при открытом клапане 10. Конденсатор с емкостью C_1 соединяют с регулируемым источником электрического напряжения. При градуировке манометрических преобразователей 9 закрывают клапан 10 и с помощью натекателя 2 устанавливают такое течение газа, при котором достигается необходимая разность давлений $\Delta p = p_1 - p$, под действием которой диафрагма 4 прогибается и нарушает равновесие емкостного моста.

Диафрагму 4 возвращают в исходное положение с помощью сил электростатического взаимодействия, обусловленных разностью потенциалов U между электродом 3 и диафрагмой 4, которое контролируют по балансу емкостного моста. При этом разность давлений Δp можно рассчитывать из выражения (1):

$$\Delta p = p_1 - p = K_k \cdot U_k^2, \quad (6)$$

где K_k – постоянная, зависящая от параметров измерительного конденсатора, образованного электродом 3 и диафрагмой 4,

U_k – напряжение компенсации.

Соответственно, искомое давление p , как следует из (2), составит

$$p = \frac{U_1}{U} \cdot K_k \cdot U_k^2. \quad (7)$$

Из уравнения (7) следует, что относительная дисперсия значения p может быть оценена как

$$\frac{D(p)}{p^2} = \frac{D(K_k)}{K_k^2} + \frac{D(\Delta U_k)}{U_k^2} + \frac{D(U)}{U^2} + \frac{D(U_1)}{U_1^2}, \quad (8)$$

где $D(K_k)$ – дисперсия определения параметров измерительного конденсатора,

$D(\Delta U_k)$ – дисперсия, обусловленная случайными погрешностями измерения напряжения компенсации.

Для конденсатора с диаметром электрода 4 см и диаметром мембраны 4,5 см при расстоянии между ними 0,01 см величина $\frac{D(K_k)}{K_k^2}$ не превышает $0,25 \cdot 10^{-4}$. Для измерения

напряжения компенсации может быть применен цифровой вольтметр, для которого значение $\frac{D(\Delta U_k)}{U_k^2}$ не превышает $0,01 \cdot 10^{-4}$.

Для отверстия в диафрагме 7 диаметром $d=10,1\text{мм}$ и глубиной $\ell = 0,1\text{мм}$ ($U=9,3 \cdot 10^{-3} \text{ м}^3/\text{с}$) дисперсия $\frac{D(U)}{U^2} = 2,5 \cdot 10^{-5}$. Средняя квадратичная погрешность вычисления

большой проводимости U по результатам измерений размеров отверстия, была $\sigma_0(U) = 0,5\%$.

Ранние исследования, проведенные во ВНИИМ, показали, что проводимость малых отверстий U_1 (диаметром $\sim 20 \text{ мкм}$) нельзя было точно вычислить теоретически обычными методами, так как в процессе их изготовления не удается обеспечить правильную круглую форму и постоянную глубину отверстий.

Однако последующие наши исследования показали [3], что эта задача непосредственно связана с разработкой новой технологии и внедрением ее в практику производства субмикронных каналов или диафрагм, получаемых методом микромеханики с использованием прецизионного анизотропного травления в монокристалле кремния Si(100), позволяющем находить их проводимости расчетным путем.

Относительная средняя квадратичная погрешность значения малой проводимости U_1 оказалась равной $\sigma_0(U_1) \approx 1\%$. Для проводимости отверстий порядка $U_1 = 2,16 \cdot 10^{-7} \text{ м}^3/\text{с}$ дисперсия

$$\frac{D(U_1)}{U_1^2} \text{ не превышает } 2,5 \cdot 10^{-4}, \frac{D(p)}{p^2} \approx 2,5 \cdot 10^{-4}.$$

Таким образом, установка, основанная на применении метода редукиции давления для расширения диапазона измерений МЕРК в область высокого вакуума, позволяет воспроизводить единицу давления со средней квадратической погрешностью не превышающей $\sigma_{0,p} \approx (1,6 - 2)\%$ в области низких давлений до $10^{-6} - 10^{-7} \text{ Па}$.

Литература

1. Горобей В.Н., Израилов Е.К., Полякова А.А. Эталонный мембранно-емкостный манометр низких абсолютных давлений с электростатической автокомпенсацией - Доклад на XVI научно-технической конференции "Вакуумная наука и техника", 2009, С.34-39.
2. Ерюхин А.В., Кузьмин В.В. Образцовая установка для воспроизведения единицы давления в диапазоне $10^{-3} - 10^{-6} \text{ Н/м}^2$. - «Измерительная техника», 1969, №4, С.22-26.
3. Горобей В.Н., Израилов Е.К. Эталонная вакуумметрическая установка нового поколения в диапазоне $10^4 \dots 10^{-8} \text{ Па}$ - «Приборы», 2007, №8(86), С.56-58.