

# Vákuumfizika a híradástechnikában

ETO 533.5:621.385.032.9

Híradástechnikai eszközök kutatásában és gyártásában különleges helyet foglal el a vákuumfizika. Számos jelenség tanulmányozása gáztérben lehetetlen, különösen a reaktív gázok zavaró jelenléte mellett.

Ilyen vákuumfizikai kísérletek: az elektronok és ionok szabadmozgása a vákuumtérben, az elektron és ionemisszió. Ide sorolhatók a különféle elektroncsövek, az elektronmikroszkópia és az elektroninterferencia. Mindezekhez hozzávehetjük a különféle anyagok nagyvákuumban történő párologtatását, porlasztását és megolvasztását.

Az elmúlt évtizedben a konvencionális nagyvákuumtechnika ismeretanyaga bővült az ultravákuum, ill. a tiszta szénhidrogénektől mentes vákuumtechnikával. Az ultravákuumtechnika ma már kilépett a laboratóriumi méretekből és ipari eljárásá fejlődött.

Különös súlyt kap a szénhidrogénektől mentes, tiszta vákuumtechnika a félvezetők, vékonyréteg és integrált áramkörök gyártástechnológiájában. A maradékgázok nyomokban is hatással vannak az elektroncsövek élettartamára, megbízhatóságára és ionzajára.

Ultravákuumban nyomon követhetők tiszta, gázmentes felületeken, a gőzölt atomi vékonyrétegek tulajdonságai, mint a kristálymagok képződése, a diszlokációk keletkezése és a félvezető kristályok vákuumepitaxiális növekedése.

Extrém nagy vákuum létesítésével, a világűr vákuumviszonyai szimulálhatók, s ezzel lehetővé válik a világűr vákuumtereiben működő híradástechnikai mesterséges holdak földi tanulmányozása.

A felsorolt jelenségek és gyártástechnológiák utalnak a híradástechnika és a vákuumfizika interdisciplinális kapcsolatára, megmutatva, hogy a tiszta tudományok miként hatnak a technikai fejlődés folyamataira.

A fizika történetében kevés olyan fejezet akad, mint a kinetikus gázelmélet, amely a gázok egyszerű atomos értelmezését nyújtja. Krönig és Clausius, Maxwell és Boltzmann építették ki a kinetikus gázelméletet. Kapcsolatot tudtak teremteni a megfigyelés és elmélet között, azaz a gázok mérhető makro- és a gázmolekulák nem mérhető mikro-tulajdonságai között.

Végül is ezekből a kísérleti és elméleti alapokból fejlődött ki a modern vákuumtechnika.

Joggal modható, hogy a modern fizika és a híradástechnika nagy felfedezéseire nem került volna sor magasfokú vákuumtechnikai ismeretek nélkül.

A kinetikus gázelmélet kimondja, hogy hőegyensúlyban levő gázok molekulái a térben egyenletes sűrűséggel oszlanak el és hőmozgásuk folytán állandó mozgásban vannak. Mozgásuk semmilyen irányba kitértetve nincsen, tehát egyforma valószínűséggel ütköznek a gázcseccskék egymással és az edény falával.

Az összes ütközések összetevőjeként az erők statisztikus átlagából levezethető a gázmolekulák átlagos kinetikus energiája:

$$E_k = \frac{3}{2} k \cdot T,$$

ahol  $k = 1,38 \cdot 10^{-20}$  erg/°K a Boltzmann-állandó.

A molekulák ezen mozgási energiája az állandó ütközések következtében, mint állapotjellemző,  $P$  nyomásként jelentkezik az edény falán. Ennek a  $P$  nyomásnak a mértékegysége a Torr.

$$1 \text{ torr} = 133,3 \text{ N/m}^2 = 1,316 \cdot 10^{-3} \text{ atm.}$$

Ez kifejezhető a fal egységfelületét ért  $\nu$  lökések számával is:

$$\nu = 3,51 \cdot 10^{22} \frac{P}{\sqrt{MT}} \text{ cm}^{-2} \text{ sec}^{-1}.$$

Szobahőmérsékletű levegőre  $M = 29$ ,  $T = 293$  °K tehát falhoz való ütközések száma:

$$\nu = P \cdot 3,81 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-2} \text{ sec}^{-1}.$$

Ezt a  $P$  gáznyomást bármely zárt rendszerben a gázmolekulák számának csökkentésével mérsékelhetjük és akkor ritkított gáztér áll elő, amely eljárást szivattyúzásnak nevezünk.

Ezzel elérkeztünk a vákuumtechnika alapvető problémájához, a szivattyúzáshoz, amely ismereteiben, eszközeiben és módszereiben folytonosan fejlődő tudomány.

Gázok eltávolítása valamely zárt rendszerből technikailag csak lépcsőzetes nyomásdifferenciák sorbakapcsolásával érhető el. A szivattyúzás folyamata pedig minden esetben csak a gáztérben szabadon mozgó gázmolekulákra vonatkoznak. Azonban a gázoknak a gáztérből történő eltávolításával még nem ér véget a szivattyúzás.

Mert a gázok a szilárdtestek felületén sűrűsödést okoznak, úgy az edény falán, mint a szerkezeti részek felületén. Ezt a felületi gázkoncentráció-növekedést gázadszorpciónak nevezzük. A valóságban azonban a gázmolekulák be is hatolnak az anyag kristályrácsába, ahol szilárd oldatfázist képeznek és akkor abszorpcióról beszélünk.

Az adszorbeált és abszorbeált gázok a hőmérséklettől függően deszorpció útján felszabadulnak, s állandóan kicserélődnek a gáztérben.

A gázoknak a szilárd testek felületéről és belsejéből való felszabadításának feltételeit Langmuir idevonatkozó eredményeiből kiindulva számos szerző írta le, úgy elméletileg, mint gyakorlatilag több szempontból vizsgálva tárgyalták.

A szivattyúzás legfőbb problémája tehát, minden esetben valamely zárt vákuumrendszerben a kívánt alacsony nyomásérték elérése, majd annak adott hőmérsékleten történő állandó, egyenletes fenntartása.

Az előbbi feltétel csak bonyolult gázkinetikai, fizika-kémiai hatások figyelembevételével érhető el.

A különböző szorpciós folyamatok között nem vonható éles határ. Az adszorbensfelület és a gázmolekulák közötti erőhatások még jórészt tisztázatlanok.

A fizikai adszorpció által a felületeken megkötött gázok mindenkor magas hőmérséklet hatására deszorbeálódnak.

Mivel a gázmolekulák be is hatolnak a szilárd anyagok kristályrácsába onnan egy magasabb hőmérséklet hatására lassan kidiffundálnak a felület irányába. Legyőzve a szilárdfázis és a gázfázis közötti erőhatásokat az elnyelt gáz deszorpció útján kiszabadul a vákuumtérbe, ahonnan már szivattyúzással eltávolítható.

A kemisorpciónál már más a helyzet, ott kémiai változás történik. A gázmolekulák és a szilárd anyag között megváltoznak a kötési viszonyok.

A kemisorpciónál háromféle kötést is megkülönböztetünk. Az első az az ionos kötés, ez akkor lép fel, ha az adszorbens kilépési munkája nagyobb, mint az adszorbeált gáz ionizációs energiája. Például az alkáli és földalkáli fémek atomjai más fémek felületén.

A második a kovalens kötés, ennél a gázok, ill. gőzök adszorpciója olyan fémek atomjai között jön létre, amelyek elektronjai egyaránt tartoznak az összekapcsolódó atomokhoz. Az atomos kötésnél valamelyik atom betöltetlen elektronsávvval rendelkezik (pl. ilyenek az átmeneti fémek).

Végül a harmadik a koordinációs kötés. Ez akkor következik be, ha az adszorbeálódó gázmolekula a donor és elektron leadására kényszerül, a legtöbb fém ide tartozik. Az idevágó elektronelméletet ma még főleg félvezetőkre dolgozták ki. Tehát a kemisorpciónál a gázok deszorpciójához szükséges hőmérséklet nagysága a kémiai reakciókra jellemző és a bomlási hőmérséklettel egyenlő.

Gyakorlatilag vákuumban a szilárd testek felületeiről a gázok és gőzök felszabadíthatók, az adszorpció és kemisorpció energiával egyenértékű és nagyságú hővel.

Gázoknak és gőzöknek a szilárd testek felületéről való felszabadításának energiája többféle módon állítható elő. Például ionbombázással a jól ismert gázkiszülési technikával, vagy nagyenergiájú elektronbombázással, melyet Clausing ismertetett, vagy fotonbombázással, melyet Lange írt le részletesen, továbbá az ismert nagyfrekvenciás izzítással.

A felsorolt módszereket előnybe helyezzük azokban az esetekben, mikor termikus kifűtéssel nem tudjuk a kívánt hőmérsékletet elérni. Vagy ha szelektív gáz-talanítást akarunk elvégezni egy kis területen, a vákuumtér valamely szerkezeti alkatrészén. Általánosan a termikus kifűtés, ill. hétköznapi szóval a kályházás az elterjedt eljárás.

Gyakorlatban a kifűtés határhőmérséklete üveg-edényeknél 350–400 °C. Kvarcedényeknél 400–500 °C. Fémedények és fémtömítések alkalmazásánál max. 550 °C-ig terjed. Belső fémalkatrészek kiizzítása 800–1200 °C-on történik. Magasolvadású fémek gáz-talanítása esetenként az 1600 °C-t is eléri. Tehát a szivattyúzás egy sor hőkezelésből álló művelet,

amelyet addig kell folytatni, míg az adott hőmérsékleten a maradékgázok adszorpciója és deszorpciója a szivattyú szívási sebességével egyensúlyba nem kerül. Egyensúlyi nyomás akkor áll fenn, ha:

$$d_p/d_t=0.$$

A gázok felszabadításának fizikai folyamatai egzakt paraméterek hiányában csak közelítő számításokkal, kvalitatív összefüggések útján mutathatók be.

A tényleges adszorpció és deszorpció erőhatásokra vonatkozó ismereteink kiegészítésre szorulnak. Ideális esetet feltételezve megkaphatók a Langmuir-féle kétdimenziós van der Waals egyenleteken alapuló adszorpció és deszorpció izotermák, amelyek végülis egy monomolekuláris, kétdimenziós, egy atomsor befedettségi, adszorpció rétegnek az állandó hőmérsékleten való nyomás és térfogat összefüggését ábrázolják.

Ezért számos szerző próbálkozott az izoterma-egyenleteket tovább fejleszteni háromdimenziós, több molekulásorra.

Ha a felületegységre vonatkoztatott adszorbeált gázmennyiséget  $a$ -nak vesszük, akkor az  $X$  fajlagos felületi adszorpciót megkapjuk, ha az adszorbens tömege  $m$  és az adszorbeált molekulák száma  $n_a$ .

$$X = \frac{n_a}{m}.$$

Az adszorbens felületén levő gázkoncentráció  $n_c$ ,  $A$  az adszorbens teljes felülete:

$$n_c = \frac{n_a}{A}.$$

Egyensúly esetén a fajlagos adszorpció, ill. a felületi koncentráció értéke adott adszorbens és adszorptívum esetében a hőmérséklet és nyomás egyenértékű függvénye:

$$n_c = \text{áll.} \cdot f(p \cdot T).$$

Ahhoz, hogy egy vákuumrendszerben jó vákuumértéket tudjunk elérni szivattyúzással; pl.  $10^{-7}$ – $10^{-11}$  torr nagyságrendben, minden esetben egy a szoba-hőmérsékletnél magasabb hőmérsékleten adszorpció és deszorpció egyensúlyt kell elérni.

Mint látható ezek ellentétes folyamatok, ezért a magasabb hőmérsékleten felszabaduló gázokat szivattyúzással addig kell eltávolítani a vákuumtérből, míg ott adott hőmérsékleten egy idő után a szívási sebességtől függően vákuumegyensúly alakul ki.

Egyensúlyt csak akkor érünk el, ha csekély kemisorpcióval kell számolnunk. Ha a szivattyúzás közben a vákuumrendszer lassú hőmérsékletemelkedésével a gázfelszabadulás ugrásszerűen megnövekszik, akkor minden esetben kemisorpcióra lehet következtetni, amely a vákuumrendszer felületeinek szennyezettségére utal. Ilyen esetekben célszerű az egész vákuumrendszer tisztítását megismételni.

A legtöbb kemisorpció folyamat deszorpció sebessége, olyan magas hőmérsékleten lesz azonos a fizikai deszorpció sebességével, mikor már megindul a kemisorbeált molekulák termikus bomlása. Sok esetben a szükséges magas hőmérséklet gyakorlatilag elérhetetlen.

A vákuumrendszerek lehetnek kétfélek, úgymint dinamikus (azaz állandóan szivattyúzott) rendszerek;

és statikus, leforrasztott vákuumrendszerek. Mindkét esetben egy idő után állandó hőmérsékleten egyensúlyi állapot következik be.

Dinamikus vákuumrendszerekben akkor adódik végvákuum, ha a leadott gázmennyiség és a szivattyú által elszívott gázmennyiség egy adott hőmérsékleten éppen egyenlő a szivattyú szívássebességével, és egyensúly áll be.

Hasonlóan a statikus, leforrasztott vákuumrendszereknél, akkor áll fenn egyensúly, ha egy adott hőmérsékleti határon belül a maradékgázok adszorpciósebessége a deszorpció sebességével kerül egyensúlyba. Ha viszont a deszorbeált gázmennyiség kisebb a szívássebéségnél, akkor az elérhető legkisebb gázsűrűség a vákuumtérben, ill. a legnagyobb végvákuum nem más, mint az edény anyagának a permeációja, azaz a hélium diffúziója az edény falán keresztül.

A gázok közül a legnagyobb permeációval a hidrogén rendelkezik, mert a legkisebb atomtérfogata van. Azonban szabad atmoszferikus hidrogén csak nyomokban található, hélium viszont az atmoszférában a tengerszinten  $4 \cdot 10^{-4}$  torr nyomással fordul elő.

A permeáció hatásán a maradékgázok tömeganalízise kimutat még nyomokban Ne-t, Ar-t,  $H_2$ -t és  $H_2O$ -t, amelyek nem a permeációból származnak. A permeáció hatásának elérése rendkívül körültekintő vákuumhigiéniai feltételeket és ugyancsak nagy szívássebesség megvalósítását követeli meg.

Vákuumrendszerek jóságát meghatározza az a vákuumérték, amelynél a szivattyú által elszívott  $Q$  gázmennyiség még éppen nyomáscsökkenést tud létrehozni.

Jelöljük  $S_p$ -vel a rendszer szívássebességét  $P_0$  nyomáson, és  $P$ -vel az éppen uralkodó nyomást,  $Q_1$ -el a rendszer hibájából származó szivárgást,  $Q_d$ -vel a falakról deszorpció útján felszabaduló gázmennyiséget, végül  $Q_f$ -fel az edény falán átdiffundált hélium mennyiségét, akkor:

$$Q = S_p \cdot P - (Q_1 + Q_d + Q_f).$$

A fenti egyenletről látható, hogy a szivattyú annál a  $P_0$  nyomásnál éri el a végvákuumot, amelynél:

$$Q = 0, \text{ akkor } S_p \cdot P = (Q_1 + Q_d + Q_f).$$

A feltétel lyukmentes és szennyezésmentes vákuumrendszerekre vonatkoznak.

Tehát szivattyúrendszerekben akkor adódik végvákuum, ha az adott rendszerben felszabaduló gázmennyiség és a szivattyú által elszívott gázmennyiség között egyensúly áll be. A fentiek értelmében bármely vákuumrendszer jósága jellemezhető az összfelületről felszabaduló  $Q_p$  gázmennyiséggel:

$$Q_p = P_0 \cdot S_p \text{ l sec}^{-1}.$$

Például hibátlan vákuumrendszerénél ez a szám az összfelületre számítva: a mért végvákuum  $P_0 = 10^{-8}$  torr és a szívássebesség  $S_p = 100 \text{ l} \cdot \text{sec}^{-1}$ , akkor a felszabaduló gázmennyiség:

$$Q_p = 10^{-6} \text{ torr l sec}^{-1}.$$

Egy dinamikus fém-vákuumrendszerénél  $500^\circ\text{C}$ -nál, 10 órai folyamatos kifűtés után, az összfelületre számított gázfelszabadulás  $10^{-10}$  torr l  $\text{sec}^{-1}$ . Hosszantartó kifűtés után a rendszer nagyságától függően 50–100 óra után a vákuum  $10^{-12}$  torr l  $\text{sec}^{-1}$  érték

körül adódik. Ennél rosszabb értékeknél az edény anyagában levő mikroszkopikus lyukak és repedések, valamint erős szennyezések szabják meg a vágvákuum határát. A fentiek figyelembevételével a következők az irányadók. Vákuumanyagok megválasztásánál az anyagi tulajdonságoktól függően minden fémnek a hőmérséklettől függő gőztenziója van. A legtöbb fémnek a saját tenziója elhanyagolhatóan csekély.

A fizikai kutatások során számos elemmel, ötvözzel, vegyülettel van dolgunk, amelyek szobahőmérsékleten jelentős gőztenzióval rendelkeznek, sőt egyesek nagy mértékben párolognak vagy szublimálnak. Ezekkel az anyagokkal vákuumkísérletek csak alacsony hőmérsékleti határon belül végezhetők.

Egy vákuumrendszer megtervezésénél elsődleges annak pontos meghatározása, hogy a feladat elvégzéséhez a kívánt feltételek milyen végvákuumnál valósíthatók meg.

Például elektronok és ionok szabad mozgása a maradékgáztérben már biztosítható  $10^{-5}$  és  $10^{-6}$  torr vákuumban, mert a fenti vákuumban az elektronok és ionok szabad úthossza több méter, s így az edényen belüli egymás közötti ütközések száma elhanyagolható. Bár ezen gázsűrűségnél még igen sok molekula van a vákuumban —  $n = 3 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-3}$  — mégis számos fizikai kísérletnél fokozatosan érvényesül egyes maradékgázok hatása, mint pl. az elektronok kilépési munkájának vagy a felületi kontakt-potenciálnak a mérése. A felszabaduló gázok a felületre adszorbeálódhatnak, ott több molekulasort is képeznek, és meghamisíthatják az egzakt méréseket.

Így pl. oxidkatódok és thoriumos katódok termikus emisszióját már nyomokban lerontják az alkáli vagy halogén szennyezések. Jenkins és Trodden határozták meg különböző gázok kritikus nyomását az elektronemisszióra:

$O_2$ -re  $10^{-8}$ ,  $H_2O$ -ra  $10^{-7}$ ,  $CO_2$ -re  $10^{-6}$  torr-nál már észrevehetően romlik az emisszió.

A  $CO$ ,  $N_2$  és  $H_2$  hasonló vákuumértékek mellett kevésbé mérgezőek. A nemesgázok az emissziót nem rontják.

A fotoemissziós katódok érzékenységét viszont a vízgőz és a szénhidrogén, valamint a nehézfém-szennyezések már nyomokban lerontják, különösen tapasztalható ez a féligáteresztő fotokatódoknál.

A felsoroltakon kívül számos más fizikai kísérletnél szükség adódik atomos, tiszta felületekre, melyek  $10^{-10}$  és  $10^{-11}$  torr nagyságrendű vákuumban tartók fenn. Az ilyen felületekre jellemző az újbóli befedési időtartam. Ezalatt azt a  $t_b$  időt értjük, amely eltelik, amíg egy vákuumban letisztított, ill. kiizzított gázmentes felületen, amelyet gázmolekulák érnek, ismét egy monomolekuláris réteg képződik.

Tételezzük fel, hogy minden molekula, amely tiszta felületet ér, azon megtapad, s a visszaverődő molekulák száma elhanyagolható. Ezen feltételek mellett az újra befedési időnek a kiszámítására az alábbi tapasztalatból vett szabály érvényes:

$$t_b = \frac{2,4}{P} \cdot 10^{-6} \text{ sec.}$$

A kísérletek elvégzéséhez olyan nagyságrendű ultra-vákuum szükséges, amelynél az újrabe fedési idő néhány perctől néhány óráig terjed. Argonra vonatko-

1. táblázat

P torr	10 <sup>-7</sup>	10 <sup>-9</sup>	10 <sup>-11</sup>
t <sub>b</sub> sec	25	2500	250 000

zólóg az 1. táblázat tartalmazza a befedési idők nyomásfüggését.

A fentiek értelmében már egy monoatomos réteg is elegendő, hogy megakadályozza különféle anyagok tiszta felületének tanulmányozását. Ultranagy vákuum nélkül nem válnak láthatóvá a térelektron és térionmikroszkópia nyújtotta lehetőségek.

Atomosan tiszta felületeken az alábbi kísérletek végezhetőek:

2. táblázat

Fizikai	Kémiai	Szilárdtestfizikai
Adszorpció	Tömeganalízis	Kristályfizikai
Kondenzáció	Tömegelválasztás	Epitaxia
Kilépési munka	Gázanalízis	Vékonyréteg
Kontakt-felületi-potenciál	Gőznyomás	Korrózió
Reflexió	Katalízis	Opto-elektronika
Sugárzások		
Töltéshordozók rekombinációja		

Vákuumrendszerek gáztalanításának technikai kivitelét számos dolgozatban írták le, azonban ismételten emlékeztetbe kell idézni a vákuumhigiénia fontosságát, különösen, ha adszorpciós és deszorpciós egyensúlyt vagy tiszta, szénhidrogénektől mentes vákuumot akarunk elérni. Midőn különféle anyagok felületéről kell eltávolítani az adszorbeált gázokat és gőzöket.

Vákuumedények gáztalanítására jellemző a felszabaduló gázmennyiségnek az egységfelületres számított 1 cm<sup>-2</sup> sec<sup>-1</sup> értéke, melynek menetéből megbecsülhető a gáztalanítás előhaladása. Vákuumedényeket

általában üvegből, kvarcból és rozsdamentes acélból készítenek. Az üveg és kvarcedények a megmunkálásuk folyamán magas hőmérsékleten megolvadnak, ezzel a karcok és finom felületi repedések az úgynevezett lángpolírozás hatására eltűnnek.

Fémeknél ez csak igen gondos csiszolás és polírozás után érhető el, mert a karcokba szennyezések kerülnek, ami már nem ad egy jó gáztalanítási felület/idő arányt. Öntött, porózus vagy oxidált fémfelületek tízszer vagy százszor nagyobb gáztalanítási felület/idő arányt adnak, mint ekvivalens, tiszta, polírozott, rozsdamentes acélfelületek. Minden szivattyúzást előzze meg az edénynek és szerkezeti részek és felületek gondos tisztítása.

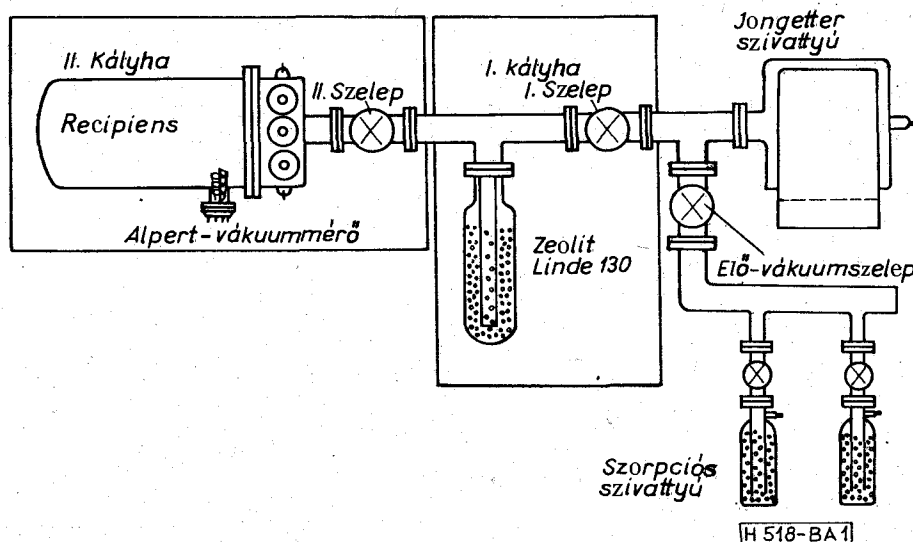
A tisztítás alapvető része a zsírtalanítás. A vákuumtérrel érintkező részek és felületek gondos zsírtalanítása szükséges. Ajánlatos a zsíradékszerű anyagoknak az oldószer állandó desztillációjával történő lehordása.

A zsírtalanítás fontosságára jellemző, hogy annak mértékét abból is megítélhetjük, ha kézzel megfogjuk a tiszta vákuumedény belső vagy szerkezeti részeit, egy ilyen vákuumrendszer szivattyúzása azonnal megváltozik és a gáztalanítás ideje a szennyezettség mértéke szerint meghosszabodik. A zsírtalanítást mindenkor követi a kémiai vagy elektrokémiai tisztítás, melynek receptúrája a különféle anyagoktól függően változik.

Többszöri levegőzésnek kitett vákuumrendszerek szivattyúzási idejét azzal is lerövidíthetjük, ha előzőleg argonnal vagy nitrogénnel feltöltjük, csak azután nyitjuk ki a szelepeket, miután a felületeken vízgőzmentes, tiszta gázok adszorbeálódtak.

Egy tiszta, szennyezésmentes, dinamikus vákuumrendszerben, melynek úrtartalma nem több 50 l-nél, kifűtetlen állapotban 5 órai szivattyúzás után S<sub>p</sub> = 100 l sec<sup>-1</sup> szívási sebesség mellett elérhető végvákuum néhányszor 10<sup>-7</sup> torr, ez megféle 10<sup>-9</sup> torr 1 sec<sup>-1</sup> gázleadásnak az összfelületre számítva.

Ha ezután 400 °C-on kifűtjük 10 órán keresztül, akkor a lehűlés után a végvákuum megjavul 10<sup>-9</sup> torr-ra és a deszorpciós egyensúly 10<sup>-11</sup> torr l sec<sup>-1</sup>



1. ábra. Fém ultravákuum-rendszer

értéknél kerül egyensúlyba. Ezen értékek elérhetőek minden szívárgásmentes, tiszta vákuumedényénél, amelyet állandó szivattyúzás alatt tartunk.

A következőkben megmutatjuk, hogy az 1. ábra szerinti fém-vákuumrendszert miként gáztalanítjuk kifűtéssel a hélium permeáció határáig, és közben milyen jelenségek segítik vagy gátolják a gáztalanítás előhaladását.

A szivattyúzást egy ciklusos kifűtési módszerrel végezzük, amely azon az elven alapszik, hogy többszöri felfűtés és lehűlés nagymértékben elősegíti a gázok deszorpcióját.

1. Előszívás kályha nélkül, olajcsapdás rotációs vagy szorpciós szivattyúval 5 óra
2. Szívás diffúziós vagy iongetter szivattyúval 10 óra
3. II-es fémszelep lezárva, Zeolit csapda kifűtve, 350 °C-on, az I-es kályhával 10 óra
4. Zeolit csapda lehűtve cseppfolyós N<sub>2</sub>-vel
5. II-es fémszelep nyitva, kályházás nélkül 5 óra
6. II-es kályha fűtve 450-C-ig 10 óra
7. Alpert-ionizációs manométer és tömegspektrométer gáztalanítása elektronbombázással 5 óra
8. Össznyomásmérés, a végvákuumot csak néhány órával az egyensúly beállításával kapjuk meg 5 óra
9. A ciklust szükség szerint 3-tól megismételjük
10. Parciális nyomás mérés tömegspektrométerrel

Kezdetben a kifűtés során a szivattyúzás eléri a gázfelszabadulás éles határát és jelentős gázmenyiség felszabadulása észlelhető. Egy idő után a nyomás egy csúcserőtelhez közeledik, amely megfelel a maximális gázleadásnak. Ennek oka rendszerint egy kezdeti szennyezettség, ezt követően a hőmérsékletet csak oly mértékben emeljük, hogy a vákuum romlása a 10<sup>-5</sup> torr határt túl ne lépje.

Egy idő után a nyomás lassú esése tapasztalható, ezt követően a hőmérséklet lassú emelésével nyomáscúcsokat kapunk, amelyek a különböző molekula-fajták deszorpciós energia nivóinak felelnek meg.

A hőmérséklet újabb emelésével új egyensúlyi nivóhoz érkezőnk, azonban a gázleadás egy idő után ismét lassú esést mutat és ha elértük a hőmérséklet felső határát a gáztalanítás egyensúly esetén befejezettek tekinthető. Egy idő után adszorpciós és deszorpciós egyensúly következik be, melynek hőmérsékleti határa az edény anyagától függően 400–550 °C között változhat. Többnapos, ismételt ciklusok után 10<sup>-11</sup> torr végvákuum érhető el és a felszabaduló gázmennyiség nem több, mint az egységfelületre számítva 2·10<sup>-13</sup> torr 1 cm<sup>-2</sup> sec<sup>-1</sup>.

A tapasztalat azt mutatta, hogy az ábrabeli 15 l űrtartalmú, rozsdamentes vákuumrendszer ciklusos kimelegítéssel gáztalanítva kb. 200 óra után a hőmérséklet maximumig történő emelésekor az egyensúlyi nivók reprodukálhatóan következtek.

A kifűtési idő megduplázásával egy hibamentes tiszta vákuumrendszerrel elérhető a hélium permeáció határa, mely megfelel a 10<sup>-13</sup> torr végvákuumnak,

mikor a hélium beáramlása az edény falán keresztül 10<sup>-16</sup> torr 1 cm<sup>-2</sup> sec<sup>-1</sup> nagyságrendben van.

A gyakran felmerülő hibák közül a ciklusos szivattyúzás idejének elhúzódására két magyarázat lehetséges. Az első, hogy az edény kereskedelmi tisztaságú, rozsdamentes acéllemezből készült, amely — mint ismeretes — nagy mennyiségű oldott hidrogént tartalmaz. Ez csak rendkívül hosszú idő után szabadul fel a kívánt mértékig.

A második lehetőség, hogy az edény fala a hőmérséklettel exponenciálisan változó arányban ereszt át gázokat. A gáz túlnyomólag hidrogén, és valószínű eredete az edény külső falának oxidálódása.

A feltételezés szerint a kifűtés folyamán a magasabb hőmérsékleten — a levegő vízgőztartalma bomlik el az oxidáció alatt — és a szabaddá vált hidrogén diffundál keresztül az edény falán. Ez az effektus leginkább fűtött fémrendszereken tapasztalható, amely a fémrendszerek magasabb hőmérsékleten történő kifűtését korlátozza.

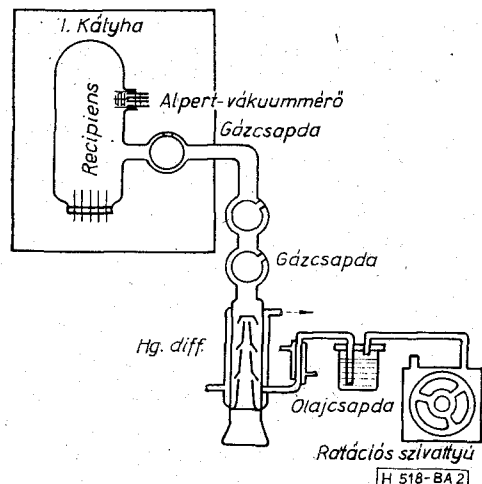
A végvákuum eredményét minden esetben a kifűtés után néhány órával, a deszorpciós és adszorpciós egyensúly beállításával kapjuk meg.

A 3. táblázatba foglaljuk a hőmérséklet és kifűtés idejének változásait, különbözően előkezelt vákuumedényeken és anyagokon.

Kísérleteink során a 2. ábra szerinti felépítésű Rasoterm vákuumrendszert vizsgáltunk, amelynek

3. táblázat

Vákuumedény anyaga	Vákuumedény előkezelése	Kifűtési idő óra 400 °C-on	Gázfelszabadulás torr 1 cm <sup>-2</sup> sec <sup>-1</sup>
Rozsdamentes acél KOR—5	Argon — ív hegesztett polírozott és zsirtalanított	4	10 <sup>-11</sup>
		16	5·10 <sup>-12</sup>
		400	5·10 <sup>-14</sup>
	Vákuumban brazolva 1000 °C-on	5	5·10 <sup>-12</sup>
		40	5·10 <sup>-14</sup>
Rasoterm üveg	Kémiaállag tisztítva	36	5·10 <sup>-14</sup>



2. ábra. Üveg ultravákuum-rendszer

üveganyagát teljes egészében lángpolírozással átolvasztottuk.

Ezt az üveg szivattyúrendszert Hg diffúziós szivattyúval szívtuk, a szivattyú három egymás után kapcsolt folyékony N<sub>2</sub>-vel hűtött csapdával választottuk el a vákuumedénytől. Kb. 40 óra szivattyúzás után az elért végvákuum  $5 \times 10^{-11}$  torr volt. A lehűlés után ismételt ciklusos kifűtést alkalmazva 400 °C-on ez az érték már nem változott és a felszabaduló gázmennyiség nem volt több, mint  $5 \cdot 10^{-14}$  torr l cm<sup>-2</sup> sec<sup>-1</sup> nagyságrendű. Egyes közlemények szerint a fenti érték az üvegnek az atmoszferikus hélium átteresztésével egyenlő.

Ha egy vákuumrendszer és belső alkatrészeinek a megmunkálásánál és tisztításánál alkalmazzuk az összes vákuumtechnikai fogásokat, még mindig marad a felületeken az atmoszférából adszorbeált vékony vízártya, amelynek molekuláris vastagsága van, és amely erős kötőerők által kötődik a felülethez. Ezért vákuumedényeket kifűtés nélkül leszívni  $10^{-5}$ – $10^{-6}$  torr alá nem lehet.

Tapasztalat szerint egy vákuumrendszert első leszíváskor leadott és eltávozó gázmennyiség legfőbb alkotórésze az atmoszférából elnyelt vízgőz.

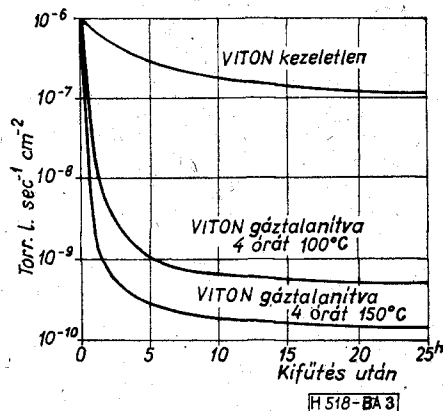
Minden szivattyúrendszer működése végeredményben egy vákuumedényben realizálódik. Ha az elérhető végvákuumot, ill. a maradék gázokat analizáljuk, azt látjuk, hogy a szivattyú maga is gázforrásként viselkedik és karakterisztikus tulajdonságokat mutat, ezt szivattyú effektusnak nevezzük. Diffúziós szivattyúk működésük közben egy gyenge ellenirányú gázáram diffúziója tapasztalható. A szivattyú aktív hajtóanyagának a vákuumtérbe történő visszaszivárgásáról van szó. Ennek megakadályozására a higany- vagy olajgőzöket egy közbeiktatott csapdába kondenzáltatjuk, amelyet folyékony N<sub>2</sub>-vel hűtünk. Mivel a higanygőz vízgőzt is visz magával, a csapdákat előzőleg 350 °C-on 2–3 órán keresztül jól kimelegítjük. A higanygőz a rendszerben levő anyagokkal amalgámot is képez, mint pl. az omegatron vagy kvadrupol tömeganalizátor aranyozott elektródáival. Ilyenkor az ehhez kapcsolódó molekulák is megjelennek a spektrumban reverzibilisen.

Olajdiffúziós szivattyúk alkalmazásakor a felületeken molekuláris olajréteg képződik, amely a kifűtések folyamán jól kimutathatóan lassan illó vegyületekké bomlik el, annak ellenére, hogy a modern szivattyúolajok extrém alacsony tenzióval bírnak. Az organikus olajgőzöknek a kifűtés folyamán a felületeken krakolódása megy végbe, amint azt L. Holland részletesen ismertette. A vákuumrendszert védhetjük a szivattyú és recipies közé kapcsolt folyékony N<sub>2</sub>-vel hűtött csapdával.

A vákuumtömítő gyűrűk technikájáról is szólnunk kell. Bontható vákuumrendszerek alapproblémája a kötések szivárgása és az árambevezetők húzóssága.

Dinamikus nagyvákuum rendszereknél általánosan gumi „O” gyűrűk használatosak. Azonban az organikus tömítőgyűrűk felületéről elgőzölögő anyagok diffúzió útján állandóan utánpótlódnak az anyag belsejéből. Olyan vákuumrendszereknél alkalmazhatók, amelyek peremkifűtése nem haladja meg a 200 °C-t.

Ezeknél a vákuumrendszereknél, ahol a tömítő-



3. ábra. Viton gumi tömítő gyűrű gázleadása

gyűrűk csak kis felületen érintkeznek a vákuumtérrel,  $10^{-9}$  torr végvákuum érhető el. A fenti eredményeket a 3. ábra görbéin láthatjuk, mikor Viton „O” gyűrűk gázleadását vizsgálták. Teljesen vákuumba helyezve, 4 óráig kifűtve 150-C-on, a gázleadásuk lecsökkent néhányszor  $10^{-10}$  torr l cm<sup>-2</sup> sec<sup>-1</sup> értékre. Ezek a mérések indokoltá teszik, miért nem alkalmazhatók az organikus „O” gyűrűk szénhidrogénektől mentes vagy ultravákuum rendszereknél.

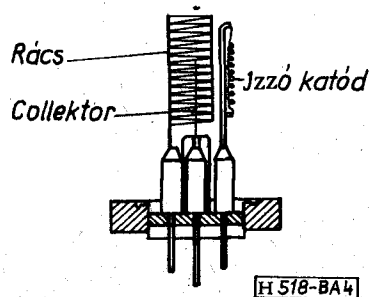
Peremek közötti tömítésekre rozsdamentes acél vákuumrendszereknél jól alkalmazhatók fém „O” gyűrűk, mint pl. az arany, vörösréz, alumínium és az indium. A legelterjedtebb peremkötés a „Conflet” típusú kötés, mely az éles vágóélekkel bíró peremek közé helyezett OFHC gyűrűvel – 190 °C-tól +500 °C-ig  $10^{-13}$  torr végvákuumot biztosít megbízhatóan, a rozsdamentes acél vákuumedények permeációjának a határáig.

Mindenféle szivattyúzás legfontosabb feltétele a pontos és reprodukálható vákuummérés. Számos vákuummérési módszer ismeretes, a legelterjedtebbek a Pirani és az ionizációs manométerek.

Ultravákuum mérésére a Bayard–Alpert típusú ionizációs vákuummérők a használatosak, amelyek mentesek a belső röntgen-sugárzás okozta ionizációtól.

Az Alpert-féle vákuummérő egy izzó volframatódból és rácsszerű anódból, továbbá egy kifelületű kollektorból áll, amely utóbbi fogja fel az ionizált gáz ionjait. Az ionizációs áram kb.  $10^{-10}$  torr-ig lineáris a maradék gázok sűrűségével (4. ábra).

A vákuummérőt magát is a rendszer céljainak megfelelően kell gáztalanítani, ez elérhető a helyileg alkalmazott elektronbombázással. A keletkezett tiszta felületek azonban gyorsan ismét telítődnek, amit csak újabb kifűtéssel tisztíthatunk meg.



4. ábra. Alpert-féle ionizációs vákuummérő

Az első észrevétel, hogy maga a mérőfej is ionizációs szivattyúként működik. Ezért a helyes vákuumértéket csak akkor kaphatjuk meg, ha a vákuummérőt a mérendő vákuumterbe és nem csatlakozó vezetékágra helyezzük.

Az ionizációs vákuummérő gáztalanítása a rendszer kifűtési idejét is meghosszabbítja, ezzel a vákuumegyensúly beállása időben megnyúlik.

Vákuumrendszerek végvákuumának elérését, sok esetben annak meggyorsítását kemiszorpciós szivattyúzással érjük el. Ez esetben olyan anyagokat alkalmazunk, amelyekkel a maradék gázok magas hőmérsékleten stabil, számottevő tenzióval nem rendelkező vegyületeket képeznek. Ilyenek pl. a fémtítán, zirkon, vagy volfram. Ha ezeket elpárologtatjuk a vákuumterben, az eljárást getter szivattyúzásnak nevezzük. Elterjedt getter anyagok még a fémbarium, vagy a bárium—alumínium ötvözetek és a fémmagnezium. A fenti elven működnek a szublimációs, a porlasztós és a párologtatós iongetter szivattyúk.

## Összefoglalás

A vákuumtechnika legfőbb problémája a szivattyúzás. Vákuumrendszerek felületeinek gáztalanítására hatásos módszer a termikus kifűtés. A gáztalanítási idő csökkenthető a leírt, ciklusos kifűtési módszerrel. Szívárgásmentes, gondos, tiszta kezeléssel elérhető kb. 5–10 órás kifűtéssel a  $10^{-9}$  torr végvákuum.

Megmutattuk, hogy vákuumrendszerek végvákuumát az edény anyagának permeációja korlátozza, amely az elszívott és a falon keresztül beszívárgó hélium egyensúlyát jelenti. Ennek a maradék gáz sűrűségének értéke, rozsdamentes acél vagy Pyrex üvegnél  $10^{-12}$ – $10^{-13}$  torr nagyságrendben van. Erre az alacsony nyomásértékre gyakorlatilag csak ritkán adódik szükség.

Vákuumedények gáztalanítása függ a vákuumtechnikai anyagok helyes megválasztásától. Különös elővigyázat szükséges a legjobb eredmények eléréséhez, az anyagok előkezelése, tisztítása és zsirtalanítása.

Szénhidrogénektől mentes magasvákuum vagy ultravákuum elérhető megfelelő aktívanyagmentes szivattyútípusok és szívássebességek helyes megválasztásával, a tervezésnél.

Lényeges a peremek közötti tömítőanyagok megválasztása, azok alkalmas technológiával történő kezelése.

A mérőfej csak megfelelő elhelyezése a vákuumterben és gáztalanítása után fogja az elért vákuum valóságnak megfelelő értékét mutatni.

## I R O D A L O M

- [1] Alpert D. and Buritz R. S.: Ultra-High Vacuum Limiting Factors on The Attainment of Very low Pressures. *Journal Appl. Phys.* 25. 202, (1954)
- [2] Dushman S.: *Rev. Mod. Phys.* 2, 398. (1930)
- [3] Venema A. u. Brandinga M.: *Philips Tech. Rdsch.* 20, 153. (1959)
- [4] Holland L. Laurensen L. and Priestland C.: *Rev. Sci. Inst.* 34. No 4. ápril. (1963)
- [5] Lange W. J.: *Jnl. Vac. Sci. Tech.* 2, No. 2. marc.—ápril. (1965)
- [6] Clausing R. E.: 11 th. *Vac. Symp.* (1964)
- [7] Jenkins R. O.—Trodden W. G.: *Journal of Electronics and Control* Vol. VII 5. 393—495 (1959)
- [8] Trendelenburg E. A.: *Ultravacuum Technik*
- [9] Bernardini—Matter L.: Vacuum Problems of elektrons and Positron Storage Rings. *The Journal of Vacuum Science & Technology* Vol. 2. No. 3. 130—141 maj.—juni. (1965)
- [10] Redhead P. A.: Chemisorption on Metals Under Ultrahigh Vacuum Condition. *Proceedings of The Symposium on Elektron and Vacuum Physics Hungary* (1962)
- [11] Budincsevits Á.: *Ultravákuum-rendszerek. Finommechanika* IV. évf. 1. (1965)