

# ОЦЕНКА ГЕРМЕТИЧНОСТИ И ВНУТРЕННЕГО ГАЗОТДЕЛЕНИЯ ГАЗОРАЗРЯДНЫХ ПРИБОРОВ

Е.Сухов, В.Бруггер, А.Маш, Н.Истомина, д.ф.-м.н.,  
ФГУП "Полюс" им.М.Ф.Стедьмаха"

Многоступенчатый технологический процесс изготовления вакуумных газоразрядных приборов требует постоянного контроля их герметичности. Поверхностные химически активные слои внутренних элементов приборов адсорбируют газы, которые позже начинают выделяться. Порой бывает сложно отделить процесс натекания атмосферных газов в газоразрядный прибор, что свидетельствует о нарушении их герметичности, от процессов внутреннего газоотделения. В статье описана методика спектрального анализа, позволяющая разделить эти два процесса.

Широкая линейка разнообразных промышленных систем использует в своем составе газоразрядные приборы (ГП). Стабильность их рабочих характеристик, надежность и долговечность во многом зависят от постоянства состава рабочей газовой смеси и ее давления, поддерживаемых в процессе эксплуатации и хранения. Они в свою очередь связаны с газонаполнением, герметичностью оболочки. Но главным в процессе их хранения является поддержание парциальных давлений составляющих примесей рабочего газа в диапазоне, заданном конструктором. Поскольку давление примесей рабочей смеси влияет на электрические характеристики ГП. Надо отличать процессы внутреннего газоотделения элементов приборов, существующие в период хранения ГП, и процессы натекания атмосферных газов, появляющиеся при недостаточной герметичности приборов.

Поэтому к изделиям, подлежащим большому сроку службы и хранения, предъявляются особые требования в отношении поддержания параметров натекания и газоотделения в заданных интервалах. Контроль этих

параметров – сложная задача. Один из способов ее решения это эмиссионный спектральный анализ (СА) [1]. Он основан на исследовании спектра спонтанного излучения газового разряда прибора. СА позволяет проводить качественный и количественный анализ состава рабочей газовой смеси.

Сначала длины волн спектральных линий излучения исследуемого образца – излучающего газоразрядного промежутка – отождествляют по справочным табличным данным с определенными химическими элементами. После установления химического состава газовой смеси переходят к определению концентраций элементов смеси, содержащихся в излучающем веществе. Измерения проводят путем сравнения интенсивностей спектральных линий данного элемента в исследуемом образце с интенсивностями тех же линий в стандартных образцах с известной концентрацией этого же элемента.

Рассмотрим применение метода СА для решения задачи определения герметичности (потока натекания) и внутреннего газоотделения газоразрядного прибора на примере моноблочного

He-Ne-лазера с холодным катодом, выполненным из алюминия: объем He-Ne смеси 50 см<sup>3</sup>; соотношение парциальных давлений компонентов  $p_{He}:p_{Ne}$  колеблется в интервале от 5:1 до 15:1, общее давление  $p_{He-Ne} = 200\text{--}700$  Па. Для СА использовали спектральную установку фирмы Andor. В состав измерительной установки (рис.1) входят:

- спектрограф Shamrock 750 с дифракционной решеткой 1200 шт/мм;
- камера Newton CCD;
- ПК с ПО Solis Andor.

Выбор данной измерительной установки не случаен. Он обусловлен задачами, поставленными при отработке технологических режимов работы ГП на основе He-Ne-лазера. Данная установка была выбрана из класса аналогичных приборов по ряду преимуществ: во-первых, его CCD-сенсор обладает высокой чувствительностью;

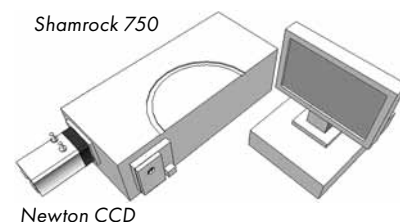


Рис. 1. Спектрограф Shamrock 750

во-вторых, прибор обеспечивает высокое разрешение – 0,05 нм при использовании дифракционной решетки 1200 шт/мм; в-третьих, он имеет достаточно высокий динамический диапазон и обладает высоким быстродействием, т.е. способен фиксировать широкий спектральный диапазон за минимальное время.

Первый шаг в решении поставленной задачи – это выбор химических элементов, по которым мы намерены проводить СА. В нашем случае ими являются азот, водород, оксид углерода, кислород, углекислый газ – примеси, наиболее часто встречающиеся в приборах данного типа. Оценку натекания атмосферных газов проводят по фиксированным изменениям концентрации примеси азота за некоторый интервал времени. Оценку газоотделения – по остальным газам.

При выборе аналитических пар и участков спектра, в котором будут регистрироваться спектральные линии требуемых химических элементов, необходимо учитывать несколько факторов. Первое – это область спектра, в которой проводят исследование спонтанного излучения газового разряда. Область выбирают в зависимости от характеристики пропускания материала. Из всех спектральных линий измеряемых элементов необходимо выбрать те, которые расположены как можно ближе к опорной линии, чтобы минимизировать влияние нелинейности поглощения материала моноблока. Моноблок данного He-Ne-лазера выполнен из ситалла. Для проведения измерений в моноблоке резонатора выбрано место с наименьшей

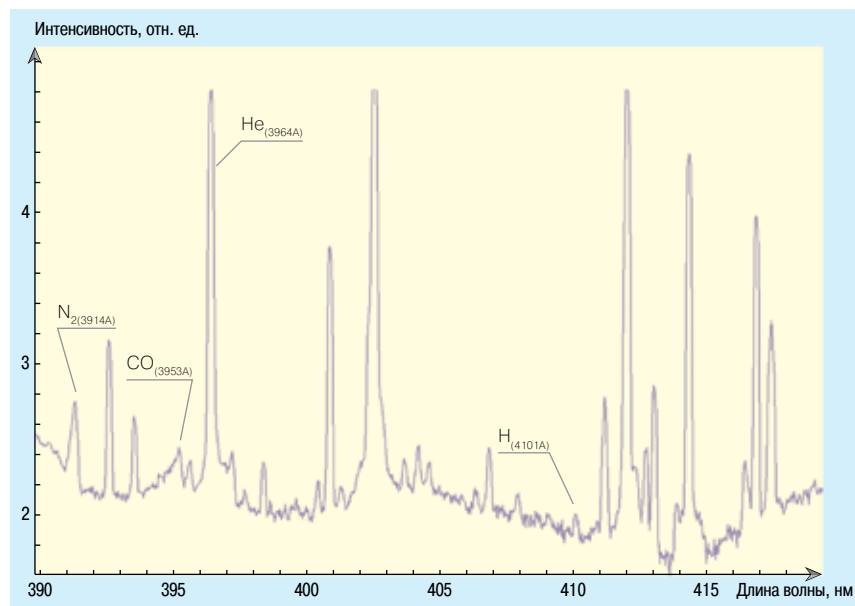


Рис. 2. Рабочий участок спектра излучения газовой смеси He-Ne-лазера

толщиной стенки в районе канала. Это выполнено с целью минимизации световых потерь в результате поглощения излучения ситаллом и повышения точности при количественном анализе.

Второе – необходимо, чтобы спектральные линии регистрируемых химических элементов в выбранном спектральном интервале обладали достаточной интенсивностью для регистрации при малых парциальных давлениях примесей. Выбрав наиболее интенсивные линии, получим максимальную чувствительность измерения концентрации примесей.

Использование конфигурации измерительной установки с решеткой 1200 шт/мм позволило выбрать широкий спектральный интервал. В нем наблюдаются спектральные линии всех интересующих нас химических

элементов, а также находится необходимая для измерений опорная линия, относительно которой определяют концентрацию примесей. Для наблюдения малых концентраций  $N_2$ , CO и O был выделен короткий информативный участок спектра (3900 А – 3985 А), в котором можно наблюдать спектральные полосы и линии излучения этих примесей [2]. В нем также находятся спектры рабочих газов He и Ne, относительно которых определяют концентрации примесей. Данный спектральный интервал – от 390 до 420 нм (рис.2). Для оценки концентраций примесей в качестве аналитических пар [3] выбраны: для азота –  $N_2(3914A)/He(3964A)$ ; для CO –  $CO(3953A)/He(3964A)$ ; для водорода –  $H(4101A)/He(3964A)$ ; для  $CO_2$  –  $CO_2(4108A)/He(3964A)$ ; для O –  $O(3947A)/He(3964A)$ .

По таким примесям, как CO, CO<sub>2</sub>, кислород и водород, проводилась только качественная оценка их наличия в рабочей газовой смеси. Качественная оценка величины примесей CO и водорода проходит при сравнении их относительной интенсивности со значениями номограммы. Она получена ранее на основе статистической обработки результатов экспериментов по определению спектрального состава рабочей смеси после серии термоиспытаний. Максимально допустимые концентрации CO и водорода зависят от требований, предъявляемых к изделию, и определяются в основном технологическим процессом изготовления конкретного типа ГП.

Количественная оценка парциального давления азота проводится по относительной интенсивности полосы азота ( $N_2^{+3914A} / He_{3964A}$ ) в спектре спонтанного излучения газоразрядного промежутка с помощью калибровочной зависимости  $lg P_N = F\{lg(I_N/I_{He} - I_{шума}/I_{He})\}$ , где  $P_N$  – парциальное давление азота,

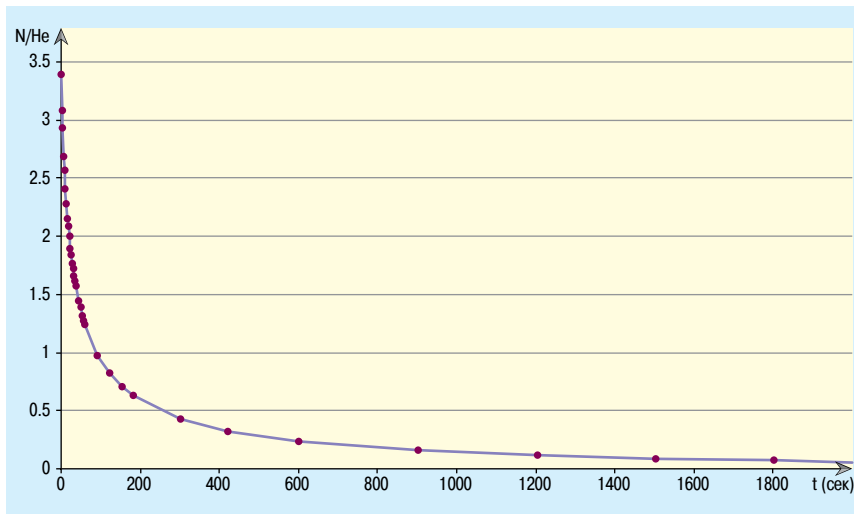


Рис. 3. Динамика поглощения примеси азота при горении разряда

$I_N$  – интенсивность полосы азота  $N_2^{+}$  с кантом на длине волны 3914 А,  $I_{He}$  – интенсивность линии  $He_{3964A}$ ,  $I_{шума}$  – интенсивность шума.

По изменению относительной интенсивности азота  $N_2^{+}$  за фиксированное время хранения резонатора определяем изменение парциального давления азота, произошедшее за это время  $\Delta P_N$  (Па).

Измерения проводим по относительной интенсивности полосы азота  $N_2^{+}$  с кантом на длине волны 3914 А ( $N_{отн} = I_N/I_{He} - I_{шума}/I_{He}$ ). Все эти значения были получены ранее на этапе технологических испытаний и затем были внесены в таблицу, по которой были выполнены номограммы. Эти номограммы принимают за калибровочные зависимости.

Используя их, рассчитываем поток натекания азота через имеющиеся в приборе капиллярные отверстия по формуле:

$$Q = \Delta P_N \cdot V / t \text{ (Па} \cdot \text{м}^3/\text{с)},$$

где  $V$  – объем резонатора He-Ne-лазера. Известно, что при наличии потока натекания парциальное давление азота в рабочей смеси со временем растет. Когда оно достигает некоторого критического значения, изменяются электрические параметры ГП.

Спектральная линия азота на длине волны 3914 А имеет высокую интенсивность при малых парциальных давлениях. Это позволяет уверенно фиксировать малые изменения концентрации примеси азота (до  $10^{-4}$  Па). По ним можно за сравнительно короткое время оценить даже такой поток натекания, который не превышает  $10^{-14}$  Па·м<sup>3</sup>/с. Для надежной регистрации потока натекания порядка  $10^{-14}$  Па·м<sup>3</sup>/с в рабочий объем 50 см<sup>3</sup> необходимо выдержать ГП

в условиях атмосферы не менее четырех суток.

Наличие в ГП холодного катода из алюминия усложняет процедуру оценки потока натекания. Это связано с особенностью работы в He-Ne-смеси данного типа катода: он быстро поглощает примесные газы. Это выдвигает дополнительное требование к скорости фиксации исследуемого спектра. На рис.3 показана кривая поглощения алюминиевым катодом примеси азота при горении разряда. Видно, что в момент зажигания разряда начинается интенсивное поглощение примеси азота катодом. Таким образом, для достоверного определения относительной интенсивности линии азота необходимо провести измерения при условии минимального поглощения примеси материалом катода. Требуемые условия достижимы лишь в первую секунду горения разряда. Поэтому высокая скорость регистрации спектра, которую обеспечивает спектрограф Shamrock 750, позволяет их выполнить. Время экспозиции при измерениях – 0,5 с.

Таким образом, использование в качестве спектральной аппаратуры для анализа газоразрядной смеси в He-Ne-лазере спектрографа Shamrock 750 позволяет реализовать методику оценки натекания с чувствительностью не хуже, чем  $10^{-14}$  Па·м<sup>3</sup>/с. Разработанную методику используют при определении величины натекания и газоотделения в ГП, отсоединенных от вакуумного поста на финишном этапе технологического цикла.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. **Бочкова О.П., Шрейдер Е.Я.** Спектральный анализ газовых смесей. – М.: Физматгиз, 1963.
2. **Стриганов А.Р., Свентицкий Н.С.** Таблицы спектральных линий нейтральных и ионизованных атомов. – М: Наука, 1966.
3. **Зайдель А. Н.** Основы спектрального анализа. – М.: Наука, 1965.
4. **Пирс Р., Гейдон А.** Отождествление молекулярных спектров. – М.: Изд-во иностранной литературы, 1949.