

超高真空室的设计和制造

通往超高真空道路上的实践经验

材料选择、表面处理和设计执行在超高真空中的影响是什么？应用中实际需要的抽气功率是多少？以及为什么会难以达到良好的极限压力？



根据定义，超高真空（UHV）压力要达到 10^{-7} mbar，这意味着在这个压力范围内，表面放气对极限压力变得至关重要。超高真空中的流动是气体分子式的，平均自由路径长度超过1公里。如果压力继续下降到 10^{-12} 毫巴，自由路径长度就会增长到10000公里。留在真空室中的剩余颗粒现在只经历与容器壁的相互作用，而不是，或几乎不是相互作用。在这个范围内，真空室的材料和表面变得非常重要。那么，在设计、制造和操作这一压力范围的真空室和部件时，你需要考虑什么？



超高真空腔体

材料选择的标准

首先，你需要室壁的高气密性，以及低的内在蒸汽压力和低的外来气体含量。如果这一点不能避免，材料至少应该快速放气，以便任何麻烦的残余气体可以被快速抽出。在UHV中，腔室容积不是一个重要的因素，最多是在泵关闭或推开后的压力上升过程中起到缓冲作用。在这种情况下，残留的气体来自于容器壁或装置的表面和体积。

强度和耐腐蚀性是进一步的标准。由于密封面在1 bar的压力差下不能变形，因此需要足够强度的材料。

耐腐蚀性也必须在困难的条件下得到保证，如在大气中烘烤或化学活性的工艺气体。因此，测试材料的耐腐蚀性是很重要的。在温度变化过程中需要有良好的稳定性和适应性的膨胀行为，以确保腔体是并保持紧密。法兰和密封垫的材料必须匹配。

不锈钢和铜具有相似的热膨胀系数，因此是一个很好的组合。不锈钢和铝只是有限的匹配，因为在温度超过150°C后，法兰连接在冷却后往往不再紧密。

性能其次是材料的处理和可用性，因为它们应该能够以合理的可负担的努力进行加工，当然还必须有可用的材料。

由于超高真空技术的低需求，没有自己的材料开发，我们必须使用已经存在的材料。奥氏体不锈钢特别适合于超高真空应用。

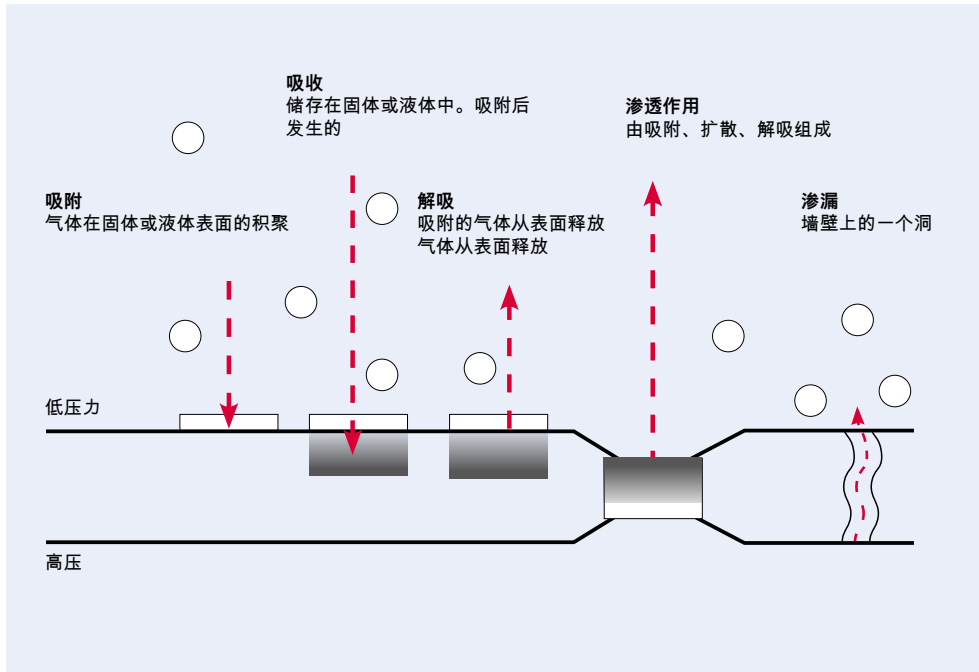


图1：真空室表面和周围气体之间的相互作用。

超高真空中的效应

以下术语描述了在超高真空中发生在表面的效应。

1. 吸附：气体沉积在固体或液体的表面，如颗粒粘在室壁上。
2. 吸收：气体被困在固体或液体中。吸收通常在吸附之后。以前只附着在表面的颗粒现在嵌入到室壁中。
3. 解吸：将吸附的气体释放到环境中。被前两种效应保留下来的颗粒再次从室壁上分离出来。
4. 渗透作用：气体通过液体或固体的运输。渗透 = 吸附 + 扩散 + 解吸。

加压、吸附和吸收都不是问题，因为颗粒被固定住，不会干扰真空。这两种效应都发生在所有与大气接触的表面上，也发生在每次通风时。解吸是达到良好极限压力的主要对手。这是因为在渗透过程中，附着在室外的颗粒会通过室壁扩散，增加了对真空室的解吸。

工作压力的定义

现在已经描述了关于材料要求的一些基本情况。接下来，必须确定所需的工作压力 p_{Work} ，以便继续建造一个真空室。

前级泵，最高可达 10^{-3}mbar ，抽出体积后，具有适当抽气能力的高或超高真空泵提供工作压力。为此，有必要计算或至少估计由解吸、渗透、泄漏和工艺气体产生的气体负荷。

$$p_{Work} = p_{End} + + \frac{Q_{Desorption}}{S_{eff}} + \frac{Q_{Permeation}}{S_{eff}} + \frac{Q_{Leakage}}{S_{eff}} + \frac{Q_{Process}}{S_{eff}}$$

下面将解释不同的气体负荷 Q_i 是如何被影响的。它们与泵的有效吸力 S_{eff} 相对应，这取决于气体、压力和安装类型。

- p_{End} : 泵的最终压力，取决于泵的选择。
- S_{eff} : 有效的泵送速度，取决于气体、压力和安装类型。
- $Q_{Desorption}$: 由于解吸而产生的气体负荷。它取决于材料和表面的选择，包括清洁度。解吸是通过烘烤来加速的。
- $Q_{Permeation}$: 渗透也取决于材料的选择以及室的尺寸。
- $Q_{Leakage}$: 泄漏是通过适当的制造技术来防止的。
- $Q_{Process}$: 工艺气体和内在蒸汽压力，取决于应用。



多级罗茨泵ACP，立方室和真空阀。



ISO-KF组件

解吸

随着时间的推移，由于金属表面的解吸作用，气体负荷会减少。假设从时间 $t > t_0$ 开始，下降是线性的。 t_0 被假设为一小时。因此，解吸流程可以描述如下。

$$Q_{\text{DesM}} \approx q_{\text{DesM}} \cdot A_{\text{M}} \cdot \frac{t_0}{t},$$

wobei

- Q_{DesM} : 金属的解吸流量 [$\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$].
 q_{DesM} : 金属的解吸流密度 (面积比) [$\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$].
 A_{M} : 溶解气体分子的金属面积 [m^2], 以及
 t : 表面处于真空状态的时间 [s].

在UHV中，金属的解吸没有塑料那么重要。特别是垫圈，会释放溶解在其中的气体。因此，经过较长时间后，塑料的解吸可能比金属表面的解吸占优势。垫圈的表面积相对较小，但随着时间的推移，其解吸率的下降速度较慢，这一点被抵消了。假设时间上的减少是随着时间的推移的平方根发生的。

因此，塑料表面的气体积聚可以描述如下。

$$Q_{\text{DesK}} \approx q_{\text{DesK}} \cdot A_{\text{K}} \cdot \sqrt{\frac{t_0}{t}},$$

缓解

- Q_{DesK} : 塑料的解吸流量 [$\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$].
 q_{DesK} : 塑料的解吸流密度 (面积比) [$\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$].
 A_{K} : 塑料的面积 [m^2], 气体分子从中分离出来, 和
 t : 表面处于真空状态的时间 [s].

然而，只有具有能量 $E_{\text{kin}} > E_{\text{Des}}$ 的粒子才会解吸。

解吸的流量密度。
$$j_{\text{Des}} \propto e^{-\left(\frac{E_{\text{Des}}}{k_{\text{B}} \cdot T}\right)}$$

提高温度，也就是烘烤室，是提供这种能量的最简单方法。

表面的具体属性（如生产、进一步加工、清洁）对与面积有关的气体排放 q_{Des} 有很大影响。变化10倍或更多，需要增加10倍的抽气功率。

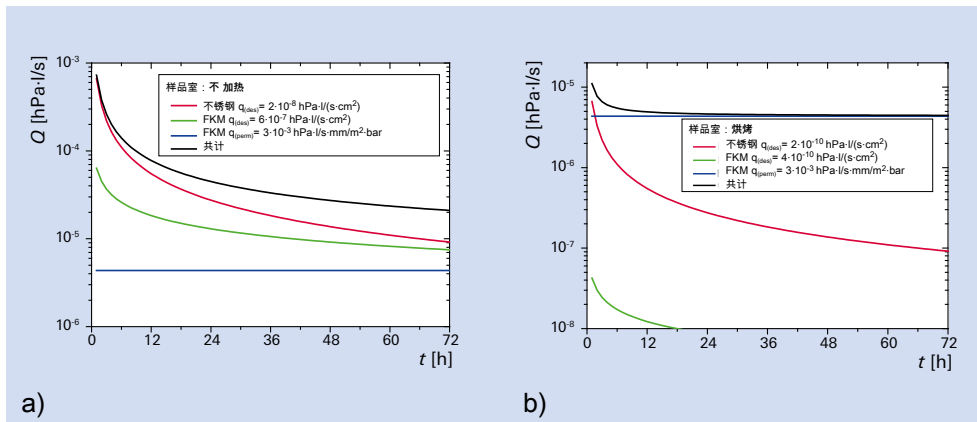


图2：解吸和渗透--计算示例，试验室 (a) 未加热，(b) 已烘烤。

一个典型的例子室的计算说明了这一点。

1. 不锈钢圆柱形主体

- a) 直径600毫米，长度1,000毫米，面积约25,000平方厘米
- b) 各种法兰出口 (金属密封) 导致额外的面积约为8,000平方厘米，不锈钢总面积。33,000 cm²。

2. 带氟碳橡胶 (FKM) O型圈的主法兰盘

- a) 直径640毫米，帘线厚度7毫米，沟槽深度5.25毫米 FKM真空面积：约106平方厘米
- b) 宽度 (压制)：约7.3毫米

3. 安装聚四氟乙烯 (PTFE) 板 50 · 50 · 10mm³

- a) PTFE面积：70 cm²。

你也可以为主法兰盘采取一个金属垫片。然而，由于这只能使用一次，必须在每次开放后更换，每次开放将导致约1000欧元的成本。此外，在制造腔室的过程中还有法兰和密封件的损耗。这些额外的费用只有在特殊情况下才是值得的，因此在我们的例子计算中没有考虑。

由于配件而产生的气体负荷由PTFE板来代表。这是一个相当小的区域，具有很高的解吸率。

图2中的图表说明了解吸的计算。假设一个干净的受体表面。表面的解吸量取决于清洁度，很可能是 $1 \cdot 10^{-7}$ hPa·l/s的五倍。图2显示，1,000 l/s的有效泵送速度导致三天后的压力 p_{72h} 为 $1.8 \cdot 10^{-8}$ hPa。

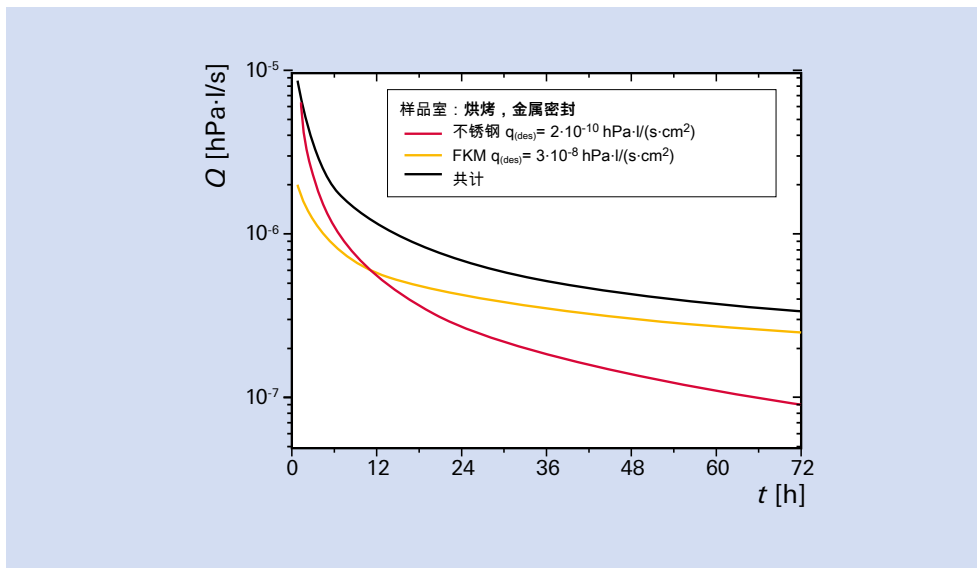


图3：配件解吸

渗透率

渗透率是指材料的气体渗透率或其渗透流导。

$$Q_{\text{Perm}} \approx q_{\text{Perm}} \cdot \frac{A}{d} \cdot \Delta p$$

其中

- Q_{Perm} 渗透流量[Pa·m³/s]。
- q_{Perm} 渗透常数 (材料特定) [m²/s]。
- A 处于真空状态的面积[m²]。
- d 壁厚，分子覆盖的路径长度[m]，和
- Δp 压差。

因此，渗透作用与时间无关，并不断提供最终压力的增加。它对压差的依赖性可以用来减少压差。所谓的差压泵，意思是指带有级间泵的双密封，将 Δp 从1巴减少到1至10毫巴的三至四个数量级。这也会导致渗透流量减少100或1000倍。然而，渗透率也取决于温度以及介质和材料的某些组合。一些材料对某些介质的渗透性要比其他的强，例如熔融石英对氦气的渗透。例如，弹性体的渗透率相对最高，这也与温度密切相关。它们的渗透率在温度增加100K的情况下会增加100倍。然而，温度超过150°C是不可能使用弹性体的，因为O形环会变成椭圆形。

作为一个原则问题，不要将极低压力 ($<10^{-8}$ hPa) 下的渗透与真正的泄漏混淆。

渗透率现在被添加到我们图2的解吸计算示例中：渗透率作为一个与时间无关的常数在图3中以平行于时间轴的线条出现。

使用与之前相同的泵，三天后达到 $2 \cdot 10^{-8}$ hPa的压力 p_{72h} 。

图4显示了对加热室进行同样计算的结果：由于烘烤，表面的解吸作用比以前小了一百倍，渗透作用是主要的影响。

三天后的最终压力为 $p_{72h} = 3.5 \cdot 10^{-9}$ hPa。

渗透

可能的泄漏是在局部或整体泄漏检测过程中发现的。在这两种情况下，真空室都处于真空状态（真空法）。局部泄漏检测（真空法）的泄漏率： 10^{-10} Pa·m³/s \approx 0.1 μ m 毛细管直径。整体检漏的泄漏率（真空法）： 10^{-9} Pa·m³/s \approx 0.3 μ m 毛细管直径。

在泄漏测试开始时，剩余的气体负荷应在 10^{-7} Pa·m³/s的范围内。偶尔也需要 10^{-10} 或 10^{-11} Pa·m³/s的数值。然而，这些要求是学术性的，因为它们没有提供任何新的发现，尽管需要的时间大大增加。经验表明。如果在 10^{-7} Pa·m³/s时没有发现泄漏，在 10^{-10} 或 10^{-11} Pa·m³/s时也不会发现。

在对系统进行泄漏测试时，重要的是要注意，没有指示不等于没有泄漏，因为测试气体氦气的抽气速度和室中的真空度会影响信号。如果有泄漏，气体会流入室中，分散开来，并以相对较低的概率击中与检漏仪的连接。此外，如果过程太快，信号也会被掩盖。

必须考虑到时间常数 $\tau = \frac{V}{S_{\text{eff}}}$ 。

例1:

$S_{\text{eff(He)}}$ 检漏仪的 : 1 l/s

箱体容积 : 315升

→ $\tau = 315 \text{ s}$

只有在至少5分钟后，才能期待检漏仪的指示。

例2:

用涡轮分子泵提高抽气速度 检漏仪的 $S_{\text{eff(He)}}$: 1,300 l/s

箱体容积 : 315升

→ $\tau = 0,24 \text{ s}$

可以预期检漏仪会在一秒钟内发生反应。

通常建议熟悉测试设备。这可以通过测试泄漏来轻松完成。

接头和内在蒸汽压力

接头代表额外的解吸表面。这种影响可以通过使用低放气率的材料、干净地工作和事先对部件进行放气来减轻。

本身的蒸汽压力对油和油脂起着重要作用。由于它限制了最终的真空压力，它应该足够低。这种影响也存在于金属中。例如，在温度超过100 °C时，黄铜中的锌分压会大量增加，所以不建议在这个领域使用。

在施工过程中，应消除通风不良的体积（虚拟泄漏）。如果不能避免高的气体负荷，例如因为引入了气体，必须使用高放气率的材料或需要溅射表面，泵的有利选择和定位可以改善这种情况。

配件解吸的计算实例

为了更好地表示图3中的图表，现在的例子室是完全金属密封的。主法兰的弹性密封图被省略了，但聚四氟乙烯板的解吸图则以黄色显示。

三天后达到 $3.5 \cdot 10^{-10} \text{ hPa}$ 的最终压力 $p_{72\text{h}}$ 。

超真空室的实际设计

对于真空室没有一套强制性的规则，与压力容器如气瓶或油罐车相当不同。然而，制造一个安全产品的责任仍然存在。设计是根据 "良好工程实践 "的经验进行的。因此，设计责任由设计室的人承担。一个合同制造商被看作是一个扩展的工作台。

对于真空室的设计，可以参考相关规则 and 标准，如压力容器的AD 2000。通常使用压力容器（数据表B0）、圆柱形外壳（数据表B6）或圆盘底部（数据表B4）的计算。也可以使用有限元方法（FEM）进行计算。然而，在这种情况下，必须考虑到压力比是相反的，特别是在对称的部件和管道的情况下。在真空室中，压力从外部作用，这就是为什么会发生弹性弯曲和塑性变形。

此外，必须考虑到真空室的所有操作条件。例如，烘烤过程中温度升高会导致材料强度下降。还有一些额外的负载，如腔体上的脚，会给主管带来侧向负载。

机械指令和风险评估

没有真空室获得CE标志，这是为什么？一个部件必须在欧盟指令的范围内，该指令规定了CE标志，才能获得CE标志。由于真空室不是一台机器，这不适用于真空室。因此，没有符合性声明，没有CE标志，也没有合并声明。

然而，如果在真空室上安装的部件是机器，这就改变了。然后，产品责任在于将产品投放市场的人，即可能是经营者。整个系统要根据EN ISO 12100进行风险评估，它遵循安全设计的三阶段理论。这些要求是（按优先级递减）。首先，必须通过设计来消除危险。如果没有危险点，就不存在风险。如果不能避免危险，就必须采取技术保护措施，如封闭危险区域。如果这也无法实施，则必须在操作说明中让用户了解危险。

焊接

焊接是真空容器制造的核心过程。通过从内部进行焊接，可以避免体积的夹杂。如果有必要，有支持性的焊缝，从外面看是不连续的。如果焊缝在内部和外部都是连续的，可能会出现虚拟的泄漏。在这种情况下，无法发现内部焊缝的泄漏，而且很难抽出困在焊缝之间的体积。例如，如果由于空间的限制，不可能从内部进行焊接，则只焊接外部。这些焊缝是完全通过焊接而成的，这样就不会在真空侧留下狭窄的缝隙。

由于强烈的局部加热，会发生焊接变形。因此，有经验的焊工事先确定要焊接的焊缝顺序，以便将变形控制在最低限度。功能面如密封面一般需要额外返工。



资格认证可以用来确定一个公司是否具有必要的焊接经验。焊接和程序资格测试可以了解执行工作的公司的能力。

钨极惰性气体 (TIG) 焊接、激光焊接和电子束焊接，是真空焊缝最常见的焊接工艺。

焊接会导致焊缝的微观结构差异，机械、磁性以及化学性能在这一领域发生变化。必须特别注意的是磁性能。快速冷却会导致马氏体转变，从而增加相对磁导率 μ_r 。这特别影响到使用磁场的应用，例如在粒子加速器中。腔体材料和外部磁场的相互作用必须非常小，几乎感觉不到。



真空部件的焊接

超高真空的清洁

最后，真空室必须清洁，以达到适合特高压的清洁度。然而，在真空室的制造过程中，通过使用清洁的材料和避免污染，例如低碳钢，奠定了这个基础。锻造过程中形成的水垢层被完全清除。机器使用的润滑剂是水溶性的，不允许在上面干燥。作为精加工的一部分，焊接产生的污垢通过刷子、研磨（使用碳化硅SiC）、玻璃珠钢化、酸洗或电子抛光来去除。在这个过程中只使用干净的工具。最后，污染物在清洗槽（如超声波）中被完全清除，任何最后的清洁剂残留都通过完全去矿物质或去离子水的彻底冲洗来清除。

最高程度的清洁是通过真空退火实现的，也称为低氢退火或退磁退火。在这个过程中，奥氏体不锈钢在950 - 1,050 °C下，在 $p < 10^{-4}$ hPa的真空下进行退火。在氮气环境中冷却时，必须在半小时内通过900-550°C的温度范围。

然而，法兰的切割边缘有足够高的强度是退火的先决条件，所以它们应该由1.4429 ESU制成，这是一种通过电渣重熔工艺获得的高纯度钢，而不是1.4307。

Your Success. Our Passion.

We give our best for you every day –
worldwide!

您是否正在寻找
完美的真空解决方案？
请联系我们：

普发真空技术（上海）有限公司
Pfeiffer Vacuum
(Shanghai) Co., Ltd.
T +86 (21) 3393 3940
info@pfeiffer-vacuum.cn

Pfeiffer Vacuum GmbH
德国总部
T +49 6441 802-0



Errors excepted. All data subject to change without prior notice. PI 0537 PZH (June 2022/0)

Follow us on social media
#pfeiffervacuum



www.pfeiffer-vacuum.cn

PFEIFFER  **VACUUM**