

导线在真空环境中的放气特性分析

陈 蕾¹, 肖 梅¹, 张晓兵¹, 杨玲玲¹, 吴晓斌², 王魁波², 罗 艳²

(1. 东南大学 电子科学与工程学院显示中心, 南京 210096;

2. 中国科学院光电研究院, 北京 100000)

摘要:材料放气特性对分析真空中残余气体成分有重要影响。主要研究常用导线绝缘层聚全氟乙丙烯和可溶性聚四氟乙烯这两种材料在真空环境中的放气特性。采用小孔流导法初步测量了样品在常温、加热以及冷却条件下的放气率, 利用四极质谱计测量了样品在不同温度条件下的放气质谱图。结果表明这两种材料在加热过程中的放气率先增大后减小, 并随着抽气不断减小, 在加热过程中的谱图中检测到质量数为69的气体, 说明放出的气体成分含氟。

关键词:导线; 材料放气率; 小孔流导法; 四极质谱法

中图分类号: TB77

文献标志码: A

文章编号: 1006-7086(2016)02-0100-04

DOI: 10.3969/j.issn.1006-7086.2016.02.008

THE OUTGASSING CHARACTERISTICS ANALYSIS OF THE WIRE IN THE VACUUM ENVIRONMENT

CHEN Lei¹, XIAO Mei¹, ZHANG Xiao-bing¹, YANG Ling-ling¹, WU Xiao-bin², WANG Kui-bo², LUO Yan²

(1. Display Centre, School of Electronic Science and Engineering, Southeast University, Nanjing 210096, China;

2. Academy of Opto-electronics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100000, China)

Abstract: The outgassing characteristics of material is an important parameter for choosing materials in a vacuum system. In this paper, we will research the outgassing characteristics of two materials in a vacuum environment. We use the hole conductance method to measure outgassing rates of the samples at room temperature, baking temperature and after cooling conditions. At the same time, the quadrupole mass spectrometer is used to measure the mass spectrum of the samples at different conditions. The results show that the outgassing rate of the two materials will increase followed by decrease when they are baked, and decrease when pumped. Meanwhile, the mass number 69 is detected in the baking progress, which means that FEP and PFA can release gas containing fluoride.

Key words: wire; the outgassing rate of materials; orifice conductance method; the quadrupole mass spectrometer

0 引言

真空条件下材料会因解吸而放气, 某些材料由于本身饱和蒸气压高, 材料本身也会放出气体。材料放出的气体可能会吸附于器件表面, 使器件性能降低, 还可能会污染真空系统。通过对真空系统中使用材料的放气特性的分析^[2], 可以判定此材料是否适用于洁净真空系统中。

导线是工业设计中常用的材料, 其绝缘层有聚全氟乙丙烯(FEP)和可溶性聚四氟乙烯(PFA)等几种材料。其中FEP和PFA以其优良的耐热性、耐腐蚀性、电绝缘性、不粘性和润滑性等特点广泛应用

于电缆、电子设备配线、电器绝缘材料等方面。

真空系统内部往往需要连接电信号而使用各种导线。目的是研究导线绝缘层FEP和PFA材料在真空环境下的放气率和放气种类, 为洁净真空的选材提供依据。

1 实验原理及方法

测量材料放气率一般有两种常用的方法: 一种是定容法, 将被测材料的试样放置在密闭的已知容积的真空容器中, 测量试样放气引起的压力上升速率, 根据定容室内的容积和压力上升率计算材料放气率; 另一种是小孔流导法, 将被测试材料的试样

收稿日期: 2015-12-18

作者简介: 陈蕾(1990-), 女, 江苏扬州人, 硕士研究生, 从事热解吸质谱法分析表面污染物研究。E-mail: cl_seu@163.com。

放置于真空容器中,用已知流导小孔抽气,通过测量动态平衡压力,根据在分子流导下小孔的流导和小孔两边的压力差计算出材料放气率^[3]。由于小孔流导法可以克服定容法在测量过程中系统壁对材料放气的再吸附问题,因此实验所用的方法是小孔流导法。小孔流导法的基本原理如图1所示。样品室和分析室之间有一个小孔,小孔的流导为 C ,真空计1和2分别测量小孔上下两端的压力 p_1 和 p_2 ,样品的表面积为 A ,则样品室本底和样品的总放气率如式(1):

$$q = \frac{Q}{A} = \frac{(p_1 - p_2)C}{A} \quad (1)$$

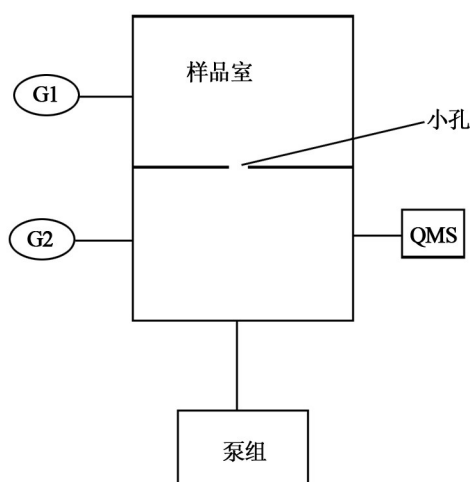


图1 小孔流导法原理图

根据小孔流导法的原理,在现有的实验装置上进行试验研究,装置结构如图2所示。

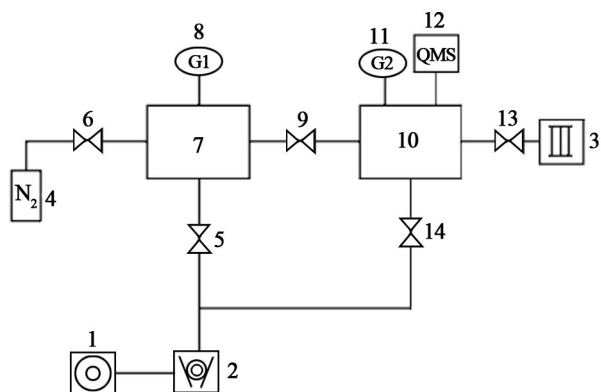


图2 系统装置结构图

1. 机械泵;2. 分子泵;3. 离子泵;4. 氮气瓶;5. 6. 9. 13. 14. 阀门;7. 样品室;8. 11. 电离计;10. 分析室;12. 四极质谱计

实验采用样品室内部加热的方式对样品进行局部加热,避免样品室整体加温,控制本底的上

升。实验过程中分别测量样品在常温、不同加热温度及冷却时的放气率。实验中用阀门9代替了小孔。

实验时首先关闭阀门5、6、9、13,打开阀门14,打开机械泵和分子泵,对分析室10进行抽气。然后将未缠导线样品的加热装置放入样品室7,打开阀门5,同时对样品室7和分析室10抽气。抽气1 h后,进行检漏,不漏后继续抽气。对样品室和分析室进行200℃烘烤、质谱计进行100℃烘烤除气50 h。待冷却后,扫描本底。然后关闭阀门5,打开阀门9至特定位置,待平衡后分别测量样品室在常温、加热到50℃、100℃、150℃及冷却后的本底放出气体的种类和压力。关闭阀门9,打开阀门6,对样品室充干燥氮气,将样品缠在加热装置上,放入样品室。然后关闭阀门5,打开阀门9至特定位置,待平衡后,同样测量样品室常温、加热到50℃、100℃、150℃及冷却后的本底放出气体的种类和压力。阀门两端的压力差乘以阀门的流导即为单位时间内的放气量。

根据气体流量式(2),标定阀门9的流导:

$$C = \frac{p_2 S}{\beta} = \frac{p_2 C_1 S_1}{(p_1 - p_2)(C_1 + S_1)} \quad (2)$$

式中: p_1 、 p_2 为电离计1和2的压力; S 为分子泵的实际抽速,L/s; S_1 为分子泵轮叶的抽速,L/s; C_1 为分子泵进气管道的流导,L/s;对20℃空气流导如式(3)。

$$C_1 = 12.1 \frac{d^3}{l} \quad (3)$$

式中: d 为管道的直径,cm; l 为管道的长度,cm。

根据式(2)可以算出阀门9开到某一特定位置时的流导 C 。

为了减小实验结果的误差,分别测量放样品前和放样品后样品室的放气率,这样可以减少样品室本底放气率的误差。样品的放气率为放样品后的放气率减去本底的放气率如式(4)。

$$q = \frac{Q_s}{A} = \frac{Q_2 - Q_1}{A} = \frac{(p_1 - p_2)C - (p_1' - p_2')C}{A} \quad (4)$$

式中: A 为样品的表面积; Q_1 和 Q_2 分别为放样品前和放样品后的放气量; p_1 为本底样品室压力; p_2 为本底分析室压力; p_1' 为放样品后样品室压力; p_2' 为放样品后分析室压力。

2 实验结果及分析

实验主要计算了样品的放气率,并分析了样品的放气种类。

2.1 样品准备

测量样品材料导线FEP的外径是0.128 cm,导

线PFA的外径是0.108 cm。分别截取导线FEP为100 cm,导线PFA为118.5 cm,因此样品的表面积均为40.21 cm²。将这两段导线样品洗净干燥后备用。

2.2 材料放气率

实验过程中,每隔5 min记录下电离计1和2的值,计算出不同温度下样品的放气率并画出曲线,如图3所示。

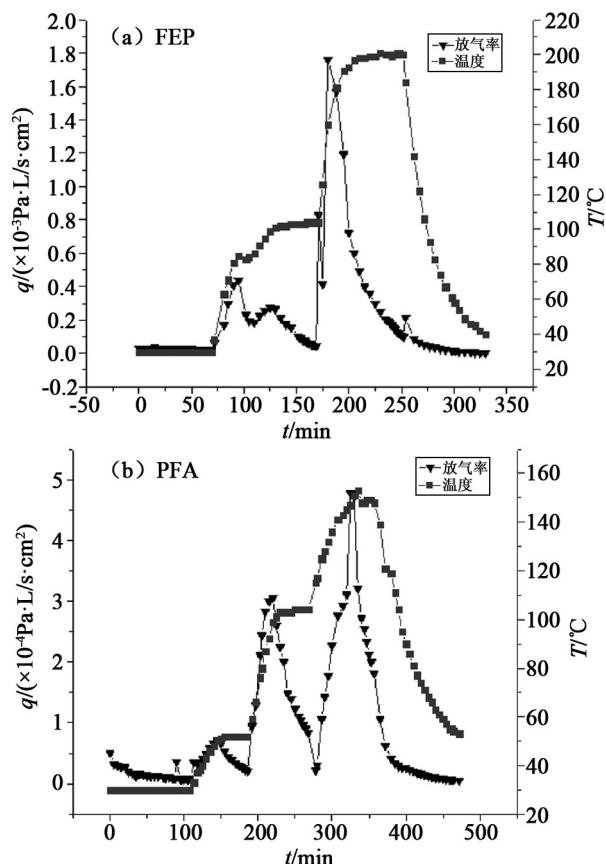


图3 两种材料放气率和温度随时间的关系曲线图

从图3中可以看出,材料FEP和PFA的放气率随着温度的升高而升高,由于抽气作用而很快下降至稳定值。FEP在常温下放气率约为 2.5×10^{-5} Pa·L/(s·cm²),冷却后放气率逐渐减小至稳定值,约为 2×10^{-6} Pa·L/(s·cm²)。PFA在常温下放气率为 1×10^{-5} Pa·L/(s·cm²),冷却后放气率逐渐减小至稳定值,约为 6×10^{-6} Pa·L/(s·cm²)。由数据可见,FEP的放气率略大于PFA。

2.3 材料放气种类

2.3.1 本底扫描

经过烘烤后,用四极质谱计扫描系统的本底谱图,质谱仪发射电流为300 mA,高阻为 10^{11} ,扫描速度为2 000 ms/amu,质量数范围为1~150 amu,如图4所示。

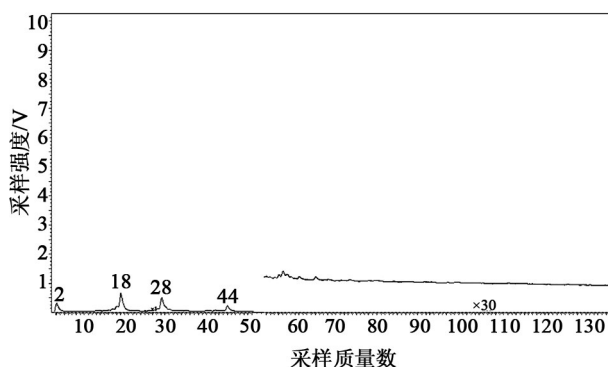


图4 系统本底扫描曲线图

由图4可以看出系统只有少量的H₂、H₂O、N₂(CO)和CO₂,其他气体含量很少,系统较洁净。

2.3.2 样品扫描

将样品放入样品室,用四极质谱计扫描样品在不同温度下的质谱图,质谱仪发射电流为300 mA,高阻为 10^{11} ,扫描速度为2 000 ms/amu,质量数范围为1~150 amu,如图5~6所示。

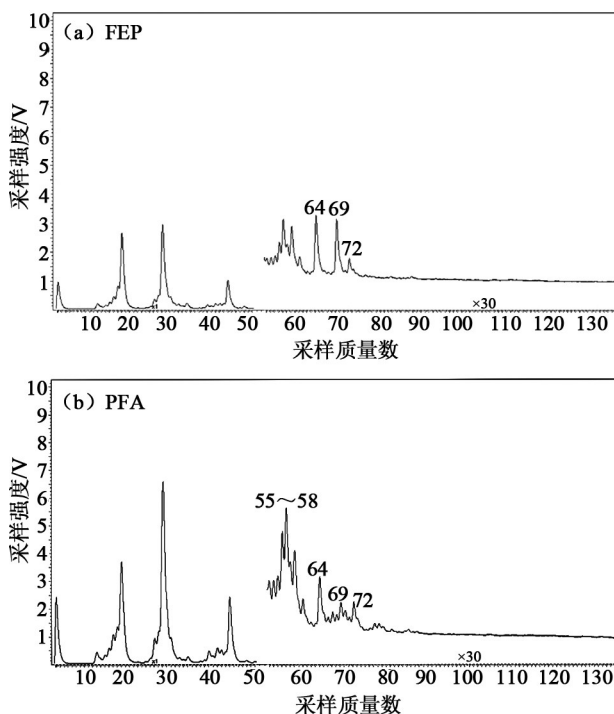


图5 FEP和PFA在加热100℃时的质谱图

从图5可以看出,FEP和PFA在加热时的谱图出现很大的64和69峰,还有较小的72峰,说明放出的气体可能有CF₃(69)成分。图6中可以看出69峰值在加热时明显增大,并随着抽气不断减少,FEP和PFA在常温以及冷却后均没有放出质量数为69的气体,并且PFA在加热50℃时也没有放出此气体。从谱图中看出,本次实验中PFA总体放出的杂质气

体比FEP多,而放出的含氟气体(质量数69)量则差不多。

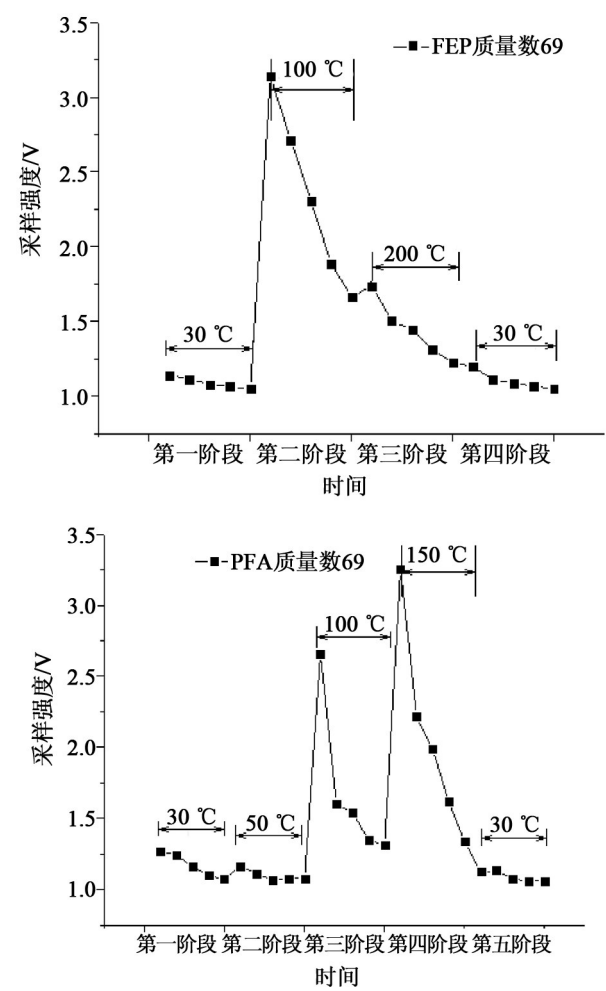


图6 FEP和PFA质谱图中质量数69在不同温度下的采集强度曲线图

因此,当这两种材料在真空设备中使用时,若受到热传导或者热辐射导致温度增加时,这两种材料可能会放出含氟气体,对真空系统及其设备性能造成影响。

3 结论

文章采用小孔流导法测量了导线绝缘材料在各种真空条件下的放气率和放气种类。

从实验结果中可以得出结论:FEP和PFA材料在常温下放出的气体是本身表面吸附的一些气体,在加热100℃的情况下放出的气体有CF₃,随着加热温度的增大,放气率先增大后减小,并随着抽气不断减小,冷却后放出的气体都很少。

FEP和PFA在常温下的放气率均为10⁻⁵ Pa·L/(s·cm²)量级,加热后达到10⁻⁴ Pa·L/(s·cm²)量级。这些参数可以为洁净真空的选材提供依据。

参考文献:

[1]曾祥坡,张涤新,冯焱,等.小孔流导法测量材料放气率研究[J].真空,2010,47(3):47-49.
[2]张涤新,曾祥坡,冯焱,等.材料放气率测量方法评述[J].真空,2010,47(6):47-52.
[3]Yang Y, Saitoh K, Tsukahara S. An improved throughput method for the measurement of outgassing rates of materials[J]. Vacuum, 1995, 16:46-12.
[4]董猛,冯焱,成永军,等.材料在真空环境下放气的测试技术研究[J].真空与低温,2014,20(1):46-51.
[5]冯焱,曾祥坡,张涤新,等.小孔流导法材料放气率测量装置的设计[J].宇航计测技术,2010(3):66-69.