

相对法校准真空漏孔及不确定度的评定

刘兴胜¹, 解永蓉¹, 郑 颖¹, 费渭南²

(1. 中国工程物理研究院电子工程研究所, 四川 绵阳 621900; 2. 中国计量科学研究院, 北京 100013)

摘 要: 相对法校准真空漏孔是通过比较四极质谱计采集的电流值, 根据已知标准漏孔漏率计算出被校真空漏孔漏率的一种方法。使用真空漏率校准装置, 能方便的校准真空漏孔, 且不确定度符合量值传递要求, 满足了实际需要。主要介绍了相对法校准真空漏孔的原理, 过程及不确定度的评定。

关 键 词: 相对法; 真空漏孔; 校准原理; 校准过程; 不确定度

中图分类号: TB75 文献标识码: A 文章编号: 1002-0322(2019)02-0066-03

doi: 10.13385/j.cnki.vacuum.2019.02.13

A relative method for calibrating vacuum leak and uncertainty assessment

LIU Xing-sheng¹, XIE Yong-rong¹, ZHENG Ying¹, FEI Wei-nan²

(1. Institute of Electronic Engineering, CAEP, Mianyang 621900, China;

2. National Institute of Metrology, Beijing 100013, China)

Abstract: A relative method for calibrating vacuum leak is to compare collection current of quadruple mass spectrometer. According to the known standard leakage rate, the leakage rate of vacuum leak can be calculated. Use the calibration device of vacuum and leak rate, it can conveniently calibrate the vacuum leak, makes the uncertainty conforming to the requirement of values transfer, and satisfy actual requirement. This paper mostly introduces the theory, process of relative method for calibrating vacuum leak and uncertainty assessment.

Key words: relative method; vacuum leak; calibration theory; calibration process; uncertainty

漏孔入口端气体压力为一个大气压, 出口端为真空(压力小于 100Pa), 称为真空漏孔^[1]。真空漏孔主要用于氦质谱检漏仪漏率的校准。

真空漏孔的校准方法分为绝对法和相对法。绝对法又分为定压法, 定容法^[2]。定压法即压强一定, 测量密闭容积随时间的变化来校准漏率。定容法即容积一定, 测量密闭容积中压力随时间的变化校准漏率。相对法是通过比较四极质谱计采集的电流值, 根据已知标准漏孔漏率计算出被校真空漏孔漏率的一种方法。其中, 绝对法用于校准较大漏率的真空漏孔, 相对法用于校准较小漏率的真空漏孔。

1 相对法校准真空漏孔

1.1 校准原理

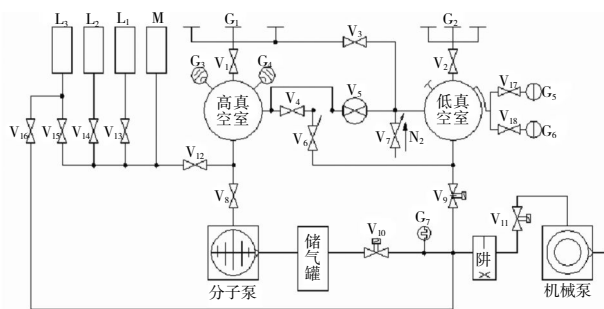
我们采取的是将被校真空漏孔直接与已知

漏率的标准漏孔进行相对校准, 即通过四极质谱计分别采集标准漏孔、被校漏孔和系统本底总电流值, 被校漏孔和系统本底电流值, 系统本底电流值, 再根据已知标准漏孔漏率计算出被校漏孔漏率, 简称相对法。校准范围($10^{-7} \sim 10^{-9}$)Pa·m³/s。

真空漏率校准装置由真空抽气机组、真空室、真空标准、四级质谱计、计算机采集系统等组成, 校准原理如图 1 所示^[3]。该装置既可以用来校准真空计, 也可以校准真空漏孔。本文讨论的是真空漏孔的校准。我们真空校准实验室是中国工程物理研究院专业计量标准实验室, 作为国家二级真空计量站, 我们采用上级部门经过校准的漏孔作为标准漏孔, 和被校漏孔进行相对校准, 严格按照操作规程进行校准, 每年校准真空漏孔数十个。

校准中须注意三点:(1) 为避免四极质谱计

探头灯丝不被氧化或烧毁,漏率校准时,必须在阀 V_{12} 打开和真空度不大于 5×10^{-5} Pa 情况下,才能接通四极质谱计的电源。(2)校准完毕,在切断四极质谱计的电源后,应关闭阀 V_{12} ,使四极质谱计探头保持在高真空状态。(3)四极质谱计探头需要烘烤时,应先将电子单元取下。烘烤完毕,待探头恢复到室温后,再将电子单元装上。



G_1 —被校高真空规; G_2 —被校低真空规; G_3 —监测电离规;
 G_4 —标准 370 规; G_5 —133Pa 标准薄膜规; G_6 —133.3kPa 标准薄膜规;
 G_7 —电阻规; $V_1, V_2, V_3, V_4, V_{12}, V_{13}, V_{14}, V_{15}, V_{16}, V_{17}, V_{18}$ —手动隔断阀;
 V_5 —膨胀阀; V_6, V_7 —微调阀; V_8 —闸板阀; V_9, V_{10} —电磁隔断阀;
 V_{11} —电磁放气阀; M —四极质谱计; L_1 —标准 10^{-8} 漏孔;
 L_2 —标准 10^{-9} 漏孔; L_3 —被校漏孔

图1 装置原理图

Fig.1 Schematic of the system

1.2 校准过程

(1)校准前,开启被校漏孔漏气阀并在校准环境稳定至少 6h。将被校漏孔接到装置上,开阀 V_{13} (或 V_{14}), V_{15} , 对其进行预抽。再缓慢开阀 V_{12} , 利用真空机组对校准室抽气,高真空室压力小于 5×10^{-5} Pa 后,即可进行漏率校准。

(2)开计算机,打开控制软件,接通四极质谱计电源,启动四极质谱计并使其处于稳定的工作状态。

(3)通过软件控制采集标准漏孔 L_1 (或 L_2)、被校漏孔 L_3 和系统本底总电流值(m_1)。

(4)关闭阀 V_{13} (或 V_{14}),采集被校漏孔 L_3 和系统本底的电流值(m_2)。

(5)关闭阀 V_{15} ,采集系统本底电流值(m_3)。

(6)通过公式(1)求得单次被校漏孔的漏率。重复此步骤,测量 n 组数据,一般 $n \geq 3$, 由公式(2)得到被校漏孔的算术平均值作为它的漏率值。

$$Q_{\text{被}} = \frac{m_2 - m_3}{m_1 - m_3} Q_{\text{标}} \quad (1)$$

$$\bar{Q}_{\text{被}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (Q_{\text{被}i}) \quad (2)$$

2 校准结果不确定度的评定

由于在评定漏率校准标准的不确定度时已

经考虑了被校漏孔引入的不确定度分量,因此,相对法校准漏率测量结果的不确定度评定,不再考虑被校漏孔的重复性测试。

2.1 数学模型

将被校漏孔直接与标准漏孔进行相对校准,完成校准工作,被校漏孔的漏率值 $Q_{\text{被}}$ 为:

$$Q_{\text{被}} = \frac{m_{\text{被}}}{m_{\text{标}}} \times Q_{\text{标}} \cdot R_1 \cdot R_2 \cdot R_3 \cdot R_4 \quad (3)$$

式中: $m_{\text{被}}$ ——被校漏孔的漏率在四极质谱计上的示值, A;

$m_{\text{标}}$ ——标准漏孔的漏率在四极质谱计上的示值, A;

$Q_{\text{标}}$ ——标准漏孔已知漏率值, $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$;

R_1 ——与标准漏孔漏率年稳定性有关的物理量;

R_2 ——与标准漏孔漏率随温度变化有关的物理量;

R_3 ——与四极质谱计稳定性有关的物理量;

R_4 ——与质谱计非线性有关的物理量;

实际上, $R_1 = R_2 = R_3 = R_4$

2.2 标准不确定度分量的评定

2.2.1 四极质谱计测定 $m_{\text{被}}$ 示值的不确定度 $u_r(m_{\text{被}})$

由四极质谱计 1 分钟内采集 10 个 $m_{\text{被}}$ 值 (6.23、6.47、6.44、6.33、6.19、6.42、6.47、6.32、6.20、6.41, 单位为 10^{-10} A) 的平均值的实验标准偏差作为 $u_r(m_{\text{被}})$ 的评定结果:

$$u_r(m_{\text{被}}) = 0.55\% \quad (4)$$

2.2.2 四极质谱计测定 $m_{\text{标}}$ 示值的不确定度 $u_r(m_{\text{标}})$

与上述测定 $m_{\text{被}}$ 方法相同, 由四极质谱计 1 分钟内采集 10 个 $m_{\text{标}}$ 值 (5.32、5.20、5.13、5.34、5.27、5.16、5.31、5.25、5.24、5.16, 单位为 10^{-10} A) 的平均值的实验标准偏差作为 $u_r(m_{\text{标}})$ 的评定结果:

$$u_r(m_{\text{标}}) = 0.44\% \quad (5)$$

2.2.3 标准漏孔漏率校准值的不确定度 $u_r(Q_{\text{标}})$

由中国计量院出具的校准证书, 漏率为 $10^{-9} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 量级的标准漏孔的 $u_r(Q_{\text{标}}) = 12\%$ ($k=2$), 所以标准不确定度为:

$$u_r(Q_{\text{标}}) = 6\% \quad (6)$$

2.2.4 标准漏孔漏率年稳定度 $u_r(R_1)$

标准漏孔是由中国计量院制造, $10^{-9} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 量级的漏孔漏率年稳定性 (即变化量) 为:

$$u_r(R_1) = 1\% \quad (7)$$

2.2.5 标准漏孔漏率随温度变化的不确定度 $u_r(R_2)$

根据中国计量院提供的数据, 当标准漏孔与

室温平衡后, 室温每变化 1°C , 其漏率值变化 3%, 若控制室温变化不超过 1°C , 则取:

$$u_r(R_2)=3\% \quad (8)$$

2.2.6 四极质谱计的稳定性 $u_r(R_3)$

根据中国计量院对 INFICON 公司四极质谱计的测试结果, 其稳定性 $u_r(R_3)$ 不大于 5%, 则取:

$$u_r(R_3)=5\% \quad (9)$$

2.2.7 四极质谱计的非线性 $u_r(R_4)$

经中国计量院测试, 非线性 $u_r(R_4)$ 不大于 5%, 则取:

$$u_r(R_4)=5\% \quad (10)$$

2.3 标准不确定度分量的统计

根据上述分析, 标准不确定度分量一览表见表。

表 1 标准不确定度分量一览表

Table 1 Schedule of standard uncertainty component

标准 不确定 度分量	不确定度来源	灵敏系数	u_r 值
$u_r(m_{\text{被}})$	四极质谱计测定 示值	1	0.55%
$u_r(m_{\text{标}})$	四极质谱计测定 示值	1	0.44%
$u_r(Q_{\text{标}})$	标准漏孔漏率校准值	1	6%
$u_r(R_1)$	标准漏孔漏率年稳定度	1	1%
$u_r(R_2)$	标准漏孔漏率随温度变化	1	3%

2.4 合成标准不确定度的评定

由式(11)得装置漏率相对法的合成标准不确定度 $u_c(Q)$ 为:

$$u_c(Q)=\sqrt{u_r^2(m_{\text{被}})+u_r^2(m_{\text{标}})+u_r^2(Q_{\text{标}})+\sum_{i=1}^4 u_r^2(R_i)} \approx 10\% \quad (11)$$

2.5 扩展不确定度的评定

置信概率取 95%, 包含因子取 $k=2$, 则扩展不确定度为

$$U_c(Q)=k \times u_c(Q)=20\%, k=2 \quad (12)$$

3 结论

根据真空计量一级计量站的量值传递系统图, 二级计量机构校准装置不确定度应 $\leq \pm 30\%$, 经上述分析, 我们的不确定度约为 20%, 符合量值传递系统图的要求。

总之, 该装置具有简单、方便、快捷、高效等特点。经过性能测试, 采用相对比较法, 能方便和快捷的校准 $(10^{-7} \sim 10^{-9}) \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 的真空漏孔, 满足了实际需要。

参考文献

- [1] 国防科工委科技与质量司. 力学计量 [M]. 北京, 原子能出版社, 2002: 548-549.
- [2] 航空航天部 QJ2040. 标准漏孔的校准方法[S]. 北京, 中国标准出版社, 1991: 1-3.
- [3] 刘兴胜, 解永蓉, 郑颖, 等. 真空漏率校准装置的研制和应用[J]. 真空, 2016, 53(1): 69-72.
- [4] 国家质量监督检验检疫总局. JJF1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S]. 北京, 中国标准出版社, 2013: 25-29.

《离子镀膜技术》视频片已经在“网易 云课堂”播放

真空界著名专家王福贞教授编制的《离子镀膜技术》视频片已经在“网易 云课堂”播放。

离子镀膜技术是制备高新技术产品的关键技术。离子镀膜技术方面的知识是与国家发展、人民生活关系更为密切的知识。目前, 在课堂上, 学生学习这项技术的相关知识较少, 而且离子镀膜技术是在多种气体放电中进行的, 学生只看书或听教师口述, 对相关内容的理解比较困难, 所以在《离子镀膜技术》中增加了动画片、放电的视频片和各种镀膜生产过程的视频片等动态画面, 以提高学习效果。

《离子镀膜技术》视频片介绍了这一技术的相关基础知识及各种离子镀膜技术的放电原理、放电过程、应用范围。为广大青年提供科普性入门知识。使大家了解离子镀膜技术及它在国家发展中的重要意义。使更多的青年人了解离子镀膜技术、热爱离子镀膜技术。有更多的青年人成为利用离子镀膜技术生产高新技术产品和高端加工产业的生力军。在我们国家的发展进程中做出贡献。

《离子镀膜技术》可以在 < 网易 云课堂 > 搜索到。

(真空杂志社 报导)