

MATERIAŁY DO PRZYRZĄDÓW ELEKTROPRÓŻNIOWYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-70 <hr/> 0897-09
	Metoda określania ilości gazów wydzielonych z materiałów stosowanych w przyrządach elektropróżniowych	
		Grupa katalogowa III 59

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda określania ilości gazów wydzielonych z materiałów w stanie stałym, stosowanych do wyrobu części przyrządów elektropróżniowych, głównie lamp elektronowych.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w przypadkach, w których dla charakterystyki określonego materiału wymagana jest znajomość ilości gazów wydzielanych w czasie jego ogrzewania w próżni.

1.3. Normy związane
PN-67/N-01200 Technika próżni. Terminologia

2. METODA OKREŚLANIA ZAWARTOŚCI GAZÓW

2.1. Zasada metody określania zawartości gazów. Próbka badanego materiału jest umieszczana w próżni i ogrzewana w określonej temperaturze niższej od temperatury topnienia materiału przez określony okres czasu. Gazy wydzielające się z próbki na skutek desorpcji termicznej są magazynowane w znanej objętości V . Ilość gazów jest oznaczana z zależności $Q = pV$, gdzie Q jest ilością wydzielonych gazów, a p - ich ciśnieniem w objętości V .

Proces wydzielania gazów z materiałów na skutek

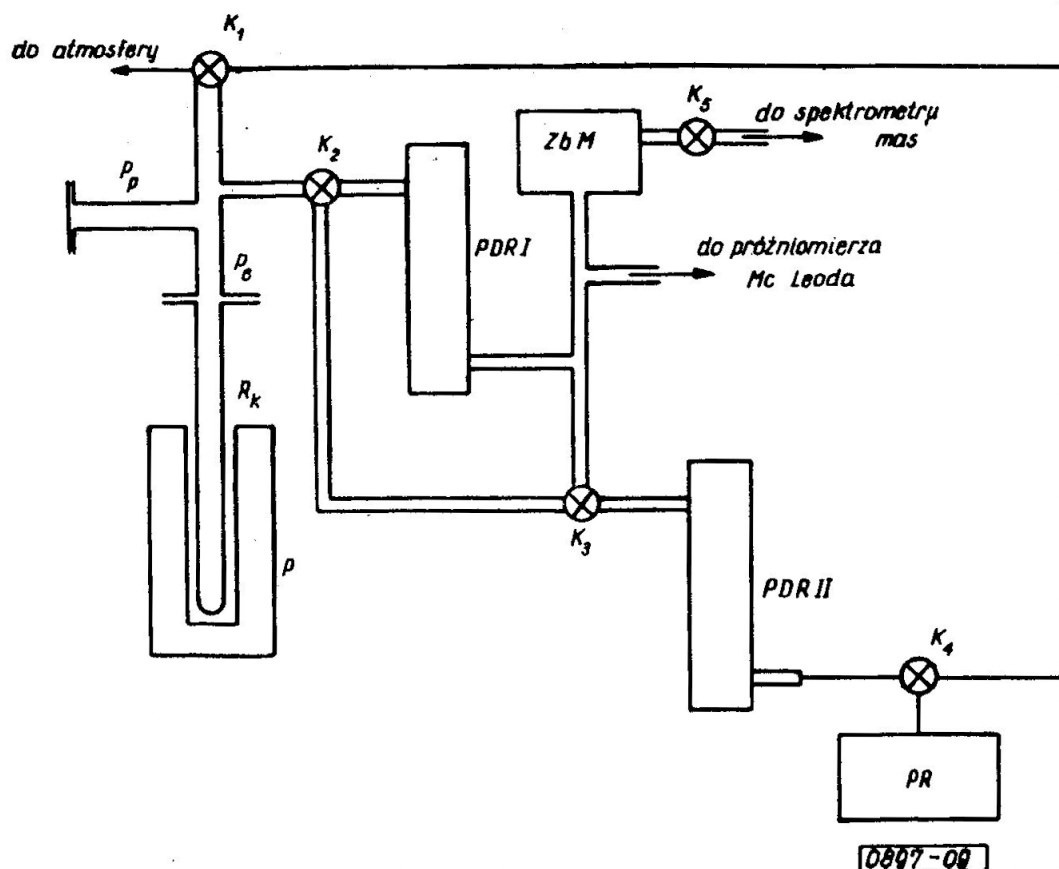
desorpcji termicznej nosi w tym przypadku nazwę ekstrakcji termicznej, a temperatura i czas w których on zachodzi, nazwane są temperaturą ekstrakcji i czasem ekstrakcji.

2.2. Rodzaj i sposób przygotowania próbki. Próbki przeznaczone do określania zawartości gazów mogą być wykonane z materiałów w postaci drutów, taśmy, blachy, rurek itd., z wyjątkiem proszków. W przypadku taśm lub blach próbka powinna mieć formę luźno zwiniętej rurki o średnicy nie większej niż 20 mm i długości nie większej niż 40 mm. Masa próbki nie może być większa niż 4 g.

Przed umieszczeniem w aparaturze pomiarowej próbki muszą być odtłuszczone. Należy wykonać tę operację we wrzącym trójchloroetylenie przez 10÷15 min. Następnie próbkę przepłukać kilkakrotnie w wodzie demineralizowanej lub destylowanej o oporności właściwej nie mniejszej niż $1 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ ($10 \Omega \cdot \text{m}$), w alkoholu etylowym oraz wysuszyć w powietrzu w temperaturze $50 \pm 100^\circ\text{C}$ przez 10÷15 min. Po odtłuszczeniu próbki mogą być dotykane tylko czystymi pincetami i przechowywane w szczelnie zamkniętych pojemnikach szklanych odtłuszczanych podobnie jak próbki.

2.3. Aparatura do określania zawartości gazów. Schemat aparatury pokazany jest na rysunku.

Przemysłowy Instytut Elektroniki
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Elektronicznego i Teletechnicznego „Unitra” dnia 20 maja 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 stycznia 1971 r.
(Mon. Pol. nr 22 1970 poz. 181)



R_K - reaktor kwarcowy, P_e - przewód ekstrakcyjny, P_p - pojemnik próbki, PDR I, PDR II - rtęciowe pompy dyfuzyjne, PR - pompa obrotowa, P - piec komory kwarcowej, ZbM - zbiornik magazynowy, K_1, K_2, K_3, K_4, K_5 - krany próżniowe, — — — elastyczne przewody próżniowe

Składa się ona z dwóch zasadniczych części:

- układu ekstrakcyjno-pomiarowego,
- układu pompowego.

Zadaniem układu ekstrakcyjno-pomiarowego jest wydzielenie gazów z próbki oraz określenie ich ilości. Głównym elementem układu ekstrakcyjno-pomiarowego jest komora ekstrakcyjna składająca się z reaktora kwarcowego (R_K), pojemnika próbki (P_p) oraz przewodu ekstrakcyjnego (P_e) łączącego poprzez kran (K_2) reaktor kwarcowy z pompą dyfuzyjną rtęciową PDR-I.¹⁾

Reaktor kwarcowy wykonany jest z rurki kwarcowej (o średnicy wewnętrznej ok. 25 mm) zatopionej z jednej strony i zakończonej kołnierzem z drugiej. Kołnierz ten jest połączony z przewodem ekstrakcyjnym. Długość i średnica przewodu ekstrakcyjnego powinny być takie, aby dla danej pompy PDR I zapewniały szybkość pompowania w reaktorze kwarcowym nie mniejszą jak $0,3 \text{ l/s (dm}^3/\text{s)}$. Do przewodu ekstrakcyjnego podłączony jest pojemnik próbki zakończony kołnierzem zamykającym, przez który próbka jest wprowadzana do pojemnika. Sposób podłączenia pojemnika próbki do przewodu ekstrakcyjnego powinien być taki, aby umożliwiał swobodne wprowadzenie próbki do reaktora kwarcowego. Do części przewodu ekstrakcyjnego zawartej między reaktorem kwarcowym a kranem K_2 jest dołączony kran K_1 umożliwiający zapowietrzenie lub odpompowanie komory ekstrakcyjnej za pomocą pompy obro-

towej (PR). Do wylotu pompy PDR I podłączony jest zbiornik magazynowy ZbM o objętości $1 \text{ l (dm}^3)$ oraz próżniomierz kompresyjny typu Mac Leoda o zakresie pomiarowym $1 \cdot 10^{-5} \div 1 \cdot 10^{-1} \text{ Tr (} 1,33 \cdot 10^{-3} \div 13,3 \text{ Nm}^{-2})$. Objętość zawarta między wylotem pompy PDR I i kranem K_3 oraz objętość próżniomierza stanowią pojemność pomiarową o objętości V , która powinna wynosić $1,5 \div 2 \text{ l (dm}^3)$.¹⁾

Układ pompowy aparatury służy do wytworzenia ciśnienia ok. $5 \cdot 10^{-6} \text{ Tr (ok. } 7 \cdot 10^{-4} \text{ Nm}^{-2})$. Składa się on z dyfuzyjnej pompy rtęciowej PDR-II $S = 3 \div 20 \text{ l/s (dm}^3/\text{s)}$, pompy obrotowej PR ($S \approx 6 \text{ m}^3/\text{h}$) oraz kranów K_1, K_2, K_3 i K_4 . Kran K_2 umożliwia odpompowanie do wysokiej próżni komory ekstrakcyjnej, a kran K_3 odpompowanie objętości pomiarowej.

Aparatura do oznaczania zawartości gazów w materiałach może być wykonana z elementów szklanych lub metalowych. W pierwszym przypadku krany i odpowiednie kołnierze są uszczelnione smarami próżniowymi. W drugim przypadku zawory i połączenia kołnierzowe uszczelnione są gumą próżniową lub uszczelkami metalowymi. W skład aparatury wchodzi również piec oporowy P służący do ogrzewania próbek w reaktorze kwarcowym. Piec ten powinien umożliwiać uzyskanie w reaktorze temperatury ok. 1100°C .

¹⁾ Pompa ta powinna mieć szybkość pompowania od 3 do $20 \text{ l/s (dm}^3/\text{s)}$.

¹⁾ Przewód próżniowy podłączony do objętości magazynowej umożliwia skierowanie wydzielonego gazu poprzez kran K_5 do spektrometru mas, w którym można dokonać analizy jakościowej gazów.

Użyteczna strefa grzejna pieca o długości 40 mm powinna zapewnić uzyskanie na jej końcach temperatury nie niższej jak o 20°C w porównaniu z temperaturą określoną w połowie strefy grzejnej. Pomiar i regulacja temperatury odbywa się za pomocą termoregulatora o dokładności 1,5%.

2.4. Sposób wykonania oznaczania. Odtłuszczoną i zważoną próbkę należy umieścić w pojemniku próbki. Jeżeli jest ona wykonana z materiału niemagnetycznego, bezpośrednio za próbką umieścić również pręt żelazny lub stalowy o średnicy ok. 10 mm i długości ok. 20 mm starannie odtłuszczony i wyżarzony w próżni. Następnie zamknąć pojemnik kołnierzem zamykającym i komorę ekstrakcyjną odpompować za pomocą pompy obrotowej poprzez kran K_1 . Po uzyskaniu ciśnienia ok. 10^{-2} Tr (ok. 2 Nm^{-2}) (sprawdzenie iskiernikiem lampowym) zamknąć kran K_1 i pompować komorę ekstrakcyjną pompą PDR I poprzez kran K_2 . Po ok. 20 min od chwili stwierdzenia braku jarzenia gazu (iskiernik lampowy) krany K_2 i K_3 ustawić w ten sposób, aby pompowanie komory ekstrakcyjnej odbywało się równocześnie za pomocą pomp PDR I i PDR II. Po uzyskaniu ciśnienia niższego jak $1 \cdot 10^{-5}$ Tr (ok. $2 \cdot 10^{-3} \text{ Nm}^{-2}$) na reaktor kwarcowy nasunąć piec oporowy ogrzany do temperatury o $100 \div 200^{\circ}\text{C}$ wyższej aniżeli przewidywana temperatura ekstrakcji. Ogrzewanie reaktora kwarcowego przeprowadzać przez $30 \div 40$ min. Następnie ustalić w piecu temperaturę równą temperaturze ekstrakcji i krany K_2 i K_3 ustawić tak, aby wydzielane gazy były magazynowane w objętości pomiarowej przez okres czasu równy czasowi ekstrakcji. Po tym czasie oznaczyć tła aparatury mierząc ciśnienie gazów w objętości pomiarowej (p_t). Następnie odpompować pompą PDR II objętość pomiarową do ciśnienia niższego niż $1 \cdot 10^{-5}$ Tr (ok. $2 \cdot 10^{-3} \text{ Nm}^{-2}$) i powtórzyć pomiar tła aparatury. Jeżeli uzyskane wartości ciśnienia tła nie różnią się od siebie oraz są niższe od $5 \cdot 10^{-3}$ Tr (ok. $7 \cdot 10^{-1} \text{ Nm}^{-2}$) można przystąpić do właściwego oznaczania zawar-

tości gazów w próbce. W tym celu należy powtórnie odpompować objętość pomiarową do ciśnienia niższego niż $1 \cdot 10^{-5}$ Tr (ok. $2 \cdot 10^{-3} \text{ Nm}^{-2}$) i zamknąć kran K_3 . Przy pomocy magnesu wprowadzić próbkę do reaktora kwarcowego. Ekstrakcję gazów z próbki przeprowadzać przez okres czasu odpowiadający czasowi ekstrakcji (zwykle $15 \div 30$ min). Następnie zamknąć kran K_2 i zmierzyć ciśnienie gazów w objętości pomiarowej (p_e). Piec zsunąć z reaktora kwarcowego i po ostygnięciu próbki zapowietrzyć komorę ekstrakcyjną i wyjąć próbkę.

2.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Ilość gazu (Q_t) wydzielonego z 1 g próbki po czasie ekstrakcji oblicza się w Tr l/g ($\text{Nm}^{-2} \cdot \text{dm}^3/\text{g}$) z zależności

$$Q_t = \frac{V}{m} (p_e - p_t)$$

gdzie:

- V - objętość pojemności magazynowej, l (dm^3),
- m - masa próbki, g,
- p_e - ciśnienie gazów w objętości magazynowej po czasie ekstrakcji t , Tr (Nm^{-2}),
- p_t - ciśnienie gazów tła po czasie równym czasowi ekstrakcji t , Tr (Nm^{-2}).

2.6. Liczba oznaczeń i wynik ostateczny. Oznaczenie zawartości gazów w danym materiale należy wykonać w identycznych warunkach (czas i temperatura ekstrakcji) dla co najmniej 3 próbek.

2.7. Przedstawienie wyników. Protokół z oznaczania zawartości gazów w danym materiale powinien zawierać następujące informacje:

- rodzaj materiału,
- kształt próbki i jej formę geometryczną (blacha, drut, taśmy itd.),
- wielkość powierzchni geometrycznej próbki,
- wynik każdego pojedynczego oznaczania ilości gazów,
- masę próbki.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/0897-09

Norma zgodna merytorycznie z zaleceniem RWPG "Рекомендация по унификации. Методы определения содержания газов в металлах и сплавах, находящихся в твердом состоянии, применяемых в элек-

тромакуумной технике". (Protokół 14 posiedzenia Stałej Komisji Przemysłu Radiotechnicznego i Elektronicznego RWPG, Budapeszt, listopad 1969 - p. 16.7/.