

可用焦耳热除气的超高真空电离真空计*

华中一 黄心源 章壯健

提 要

在超高真空范围内使用的电离真空计,要求在使用前将电极进行较彻底的除气,因此最好全部电极都设计为可直接通电加热。本文叙述了两种测量范围为 $10^{-3} \sim 10^{-11}$ 托¹⁾ 级的、可用焦耳热除气的电离真空计(热阴极及冷阴极各一种)的设计原则、实际性能及其改进。这两种真空计都在实验室使用两年以上,证明具有一定的实用价值,并可作为离子泵及代替一般的高真空计使用。

一、引 言

在超高真空范围内作压强测定时,电离真空计应用得最为广泛。比之于使用表面吸附方法的真空计(例如超显微镜及闪亮灯丝法),它的主要优点是反应惯性和操作时间都非常小,这样就能迅速反映系统的气压值。它的测量数据(离子流)还可以容易地进行信号转换和传输,因而特别适合在遥测工作中使用,例如用于宇宙空间气态物质的密度测定^[1]等。

如果电离真空计的量程下限仅由离子流的能测度所决定,则对于热阴极电离真空计(以下简称热计)而言,它的下限将达 10^{-16} 托级(相当于离子流 10^{-17} 安),而冷阴极电离真空计(以下简称冷计)的下限将达 10^{-17} 托级或更低。然而很多实验证明,电离真空计的下限实际上取决于表1所列的一些因素。

表 1

热 计	冷 计
(H1) 电子轰击加速极所产生的软性 X 射线被收集极所吸收,产生光电发射而形成“虚假的”离子流。	(C1) 阴极产生场致发射,形成不随压强而变化的管电流。
(H2) 纯钨阴极在工作时的饱和蒸汽压。	(C2) 在极低压强下自持放电的条件不一定满足,因而放电不稳定或不激发。
(H3) 在工作时电极的放气。	(C3) 在工作时电极的放气。
(H4) 在工作时玻壳的放气。	(C4) 在工作时玻壳的放气。
(H5) 氮从玻壁渗入计管空间。	(C5) 氮从玻壁渗入计管空间。

因此如果要得到能很好地在超高真空范围内工作的电离真空计,就必须针对上表所述的一些问题来考虑适当的对策。下面我们叙述一下对两种要求测量范围为 $10^{-3} \sim 10^{-11}$ 托级的电离真空计进行设计和试验的要点。

* 1962年1月31日收到;1962年5月7日收到修改稿。

1) 1托 (Torr) = 1 毫米汞高。

二、設計原則

从表 1 可見,有三个問題是热計和冷計共同具有的,因此应当首先加以研究。对于第五个問題 ($H5 = C5$),采用的方法是用玻壁可抽空的空心玻壳^[2]或者不使用普通硬質玻璃,而采用其他对氦的渗透率較小的玻璃或陶瓷作外壳^[3]。对于第四个問題 ($H4 = C4$) 是将管壳加以較長時間的彻底的烘烤除气。对于第三个問題 ($H3 = C3$) 則是在使用前将各电极加热除气,通常的加热方法是用电子轰击、高频加热等,然而在电子轰击时要求較大功率的高压变压器,在高频加热时則要求特殊的高频发生器,因此在具体工作时并不感到方便。此外这些方法能得到的加热温度也有一定限制,特別对于金属鍍材不容易获得有效的除气温度,或者因温度不够而使除气時間十分漫长。我們认为最好的方法是将电极設計为可以直接通电,利用其本身所产生的焦耳热来达到温升的目的。这种方法的优点在于无需特殊的設備,而且可以将温度升高到任何需要的值,这样就可以提高除气效率,縮短除气所需的時間。因此我們首先确定这是設計超高真空电离真空計的基本原則之一。

在热計的另外两个問題 ($H1$ 和 $H2$) 上,我們的考虑是这样的:对于 ($H2$), Alpert 和 Buritz^[2] 曾經估計在工作温度 2300°K 时鎢的饱和蒸汽压为 10^{-12} 托級左右。由于我們的真空計主要希望使用于 $10^{-8} \sim 10^{-10}$ 托級,因此不必对此問題予以严重的考虑。对于 ($H1$),显然这是一个能否測量超高真空的最关键問題,为了避免这种“虛假的”离子流 i_x 的影响,可以采用下列的办法:

- (M1) 減少离子收集极曝露在 X 射綫內的面积^[4-6];
- (M2) 使离子收集极所产生的光电子重新回到收集极^[7];
- (M3) 增大灵敏度,使 i_x 在总离子流 (包括“真正的”离子流 i_+ 和“虛假的”离子流 i_x 在內)中占有的百分数降低^[3,8,9]。

对于 (M2) 來說,要求在計管內加一个金属片作为屏蔽极,这样就增加了用焦耳热除气的設計中的困难;对于 (M3),最好的方法是使用一个外加磁場,但这样也就增加了設備和操作上的复杂性,因此最后我們还是决定采用 (M1) 法中的三极管式 BA 計^[4] 的基本原則,它的优点早已在文献[2]中有过詳細的討論。

在选定了型式以后,要求进一步考虑設計为具有尽可能高的灵敏度。在不用外加磁場来延长电子飞行路径的条件下,这可以从下列三方面来考虑:

- (S1) 將收集极放在加速极之內,使計管內具有較有利的电势分布,同时屏蔽正离子使不致逸出收集极能作用的范围而不被收集^[2];
- (S2) 选择适当的电极尺寸^[11]和位置;
- (S3) 选择适当的电极电压。

对于 (S1) 是很容易做到的。对于 (S2) 应当首先增大加速极和收集极之間的距离以延长电子的振蕩幅度;其次要尽可能地縮小加速极柵絲的直径以減少电子被它們吸收的机会。但这两点都是有限制的。前者在于管壳必須具有合理的尺寸,后者則在于柵絲如果太細,則非但机械強度太弱、容易振动或軟垂,而且影响加速极对电子的作用,使电子得不到充分的能量以使气体分子电离,这样灵敏度就不但不再增高,而相反地却降低了。

此外 Barkhausen-Kurz 振荡也随之显著而招致离子流的误差。Kinsella^[11] 对普通式热计作了一系列的实验, 结果认为最好用直径为 0.3 毫米的金属丝卷成直径为 10 毫米、螺距 4 毫米的螺旋(在收集极直径为 40 毫米时)。对于 (S3) 主要是希望做到在电子飞行的空间绝大部分具有较气体分子电离电势为高的电势, 甚至最好是大部分为最佳电离电势(一般为 100~150 伏^[12])。经过我们的统计, 已发表的各种热计最常用的电极电压为: 加速极 +100~+300 伏, 收集极 -10~-50 伏(均对阴极而言); 在实际使用时, 我们用实验方法来求得最佳电压, 即在恒定的压强 p 时, 维持收集极电势 V_c 为 -55、-45、-35、-25、-20、-15、-10 伏等 7 种数值, 然后将加速极电势 V_a 从 +90 伏逐步改变至 +250 伏, 得出一组曲线, 如图 1 所示, 以选择最佳的 V_c 和 V_a 。这里纵轴用的不是灵敏度 Γ 而是离子流 i_+ 是因为考虑到

$$i_+ = \Gamma i_e p,$$

在 i_e 和 p 一定时,

$$\Gamma \propto i_+.$$

对于冷计的两个问题 (C1 和 C2), 我们经过如下的考虑: 针对 (C2), 为了使放电在超高真空时尚能激发, 首先要选择适当的磁场和电场。磁场不能过小, 否则将由于电子路径的绕行程度不够而和气体分子的碰撞机会不多, 因此不能产生激发。产生放电的最低电压当然和磁场及气压有关^[14], 然而并不临界, 一般可选为 2000 伏~4000 伏。除此以外, 为了在不太高的电压条件下仍能容易地激发, McIlwraith^[15] 和 Garrod-Gross^[16] 都曾经使用细钨丝做的热阴极作为原发电子源; Evans-Burmaster^[17] 则使用金属尖端的场致发射。我们考虑到前者在测量时要求增加钨丝加热的附属设备, 而且在开始时钨丝将可能首先放气, 因而并不方便; 对于后者则原设计的尖端在 5×10^{-7} 托时激发就已经要落后于电场加上后一段时间, 因此还不如理想。近年来我们开始使用以腐蚀法制备的、十分之一微米级的钨尖端^[19], 实验证明在规定的电场和磁场下气压为 10^{-10} 托时仍能满意地激发。当然, 使用微细的尖端无疑将增加原发的场致发射电子, 看来这是和 (C1) 相抵触的, 然而我们在压强为 10^{-11} 托级时(参照热计的量值), 尚未找到下限饱和的迹象, 由此可见这种场致发射的影响大致可认为 $<10^{-11}$ 托。如果要求测量更低的压强, 那么在管内增加如同 Redhead^[22] 型的辅助阴极, 以去除原发电子被记录入管电流的措施, 可能是必要的。

根据以上的一些考虑就可以对电离真空计管进行设计。

三、超高真空热阴极电离计的设计

BA 型的超高真空热计^[4]虽然有很多优点, 但不能用焦耳热使所有的电极除气。为了使每一个电极都能通电, 收集极的设计就显得特别重要。如果按照图 2 的原始 BA 计的、平行于管轴的“垂直设计”, 我们考虑到收集极可能的设计方案只有两个:

(i) 收集极的另一端从底座通出, 如虚线所示, 但这样就使收集极的引出线和其他各极都很靠近, 漏电的可能性就大为增加, 以致最后干扰超高真空时离子流的测定。

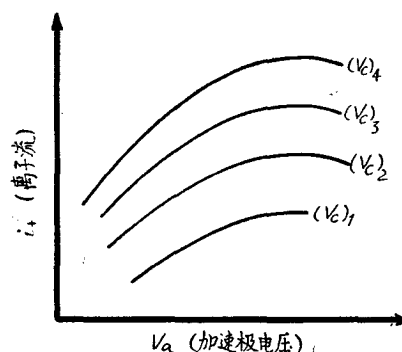


图 1 最佳电极电压的确定

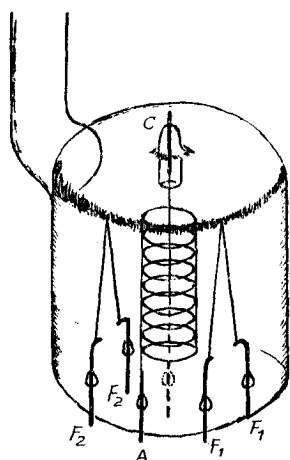


图2 电极平行于管轴的设计(BA计)

F_1, F_2 ——灯丝, A ——加速极,
 C ——收集极

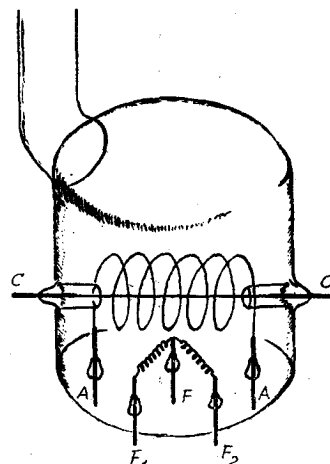


图3 新热阴极电离计的结构示意图

F, F_1, F_2 ——灯丝, A ——加速极,
 C ——收集极

(ii) 将收集极改为发针形, 仍从顶端通出。但这样一方面将增大收集极暴露在X射线内的表面积, i_x 随之增长; 另一方面收集极所产生的负等势面在空间占有的区域将增大, 以致在电子飞行路径中更多的区域不能使气体分子电离, 因而降低了灵敏度。

由此可见, 为了使热计各极达到能直接通电除气的目的, 必须放弃如图2的结构设计。最后我们就确定了如图3的形式, 在这个设计中, 收集极引出线和其他各极仍然离得相当远, 可以较好地避免漏电电流。

为了能通电加热栅极, 栅丝也设计为没有边杆的螺旋。考虑到在高温除气时金属丝的机械性能, 我们只能损失一部分灵敏度而选用较粗的 ($\phi 0.5$ 毫米) 钨丝。这种钨丝必须在铁制的模具上绕制并在煤气火焰上定形, 然后进行化学清洗。

阴极采用常规的纯钨螺旋形灯丝设计^[20], 以能在正常工作温度下发射 5~10 毫安电子流为度。考虑到加速极的有效面积在垂直于管轴的平面内的投影如图4所示(其中X

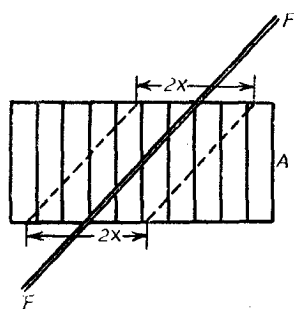


图4 灯丝的作用面积

F ——灯丝; A ——加速极

为阴极到加速极的距离), 因此为了得到最大的有效面积, 我们选用了两根组成V形(在垂直于管轴的平面内)的螺旋作为阴极。使用两根钨阴极的原因是为了便于作闪亮灯丝法或在其中一根烧毁时备用。

最后选定的各极的尺寸如下:

(1) 阴极: $\phi 0.23$ 毫米 B4 纯钨丝或 BK 不堕钨丝, 绕成内径 1 毫米、螺距 1 毫米的螺旋 15 圈。两根灯丝之间的交角约为 100° 。

(2) 加速极: $\phi 0.50$ 毫米 B4 纯钨丝, 绕成内径为 20 毫米、螺距为 4 毫米的螺旋 8 圈。考虑到 Kinsella^[11] 对普通式热规的数据, 我们将加速极和阴极之间的最短距离定为 5 毫米。

(3) 收集极: $\phi 0.07$ 毫米钨丝, 经过腐蚀, 全长 42 毫米。暴露在加速极以外的部分用一端开口的小玻璃管套住, 以减少漏电及软性X射线的影响。

(4) 管壳: 内径 50 毫米, 高 60~80 毫米。

在校准时以 450℃ 烘烤 4½ 小时。阴极除气以 5—6—8—14 伏各 3 次顺序通电; 加速极除气以 7—12—16—20—24—28—26—24 伏各 3 次顺序通电; 要使收集极达到高温, 实际上只要用高频火花杆漏器的尖端移近它的引出线就可以, 不必通电。经过这样简单的除气手续后计管就可以进行工作。

各极电势的最佳值用如图 1 所示的实验数据进行选择, 得到最佳值电势为 $V_a = +100V \sim +180V$, $V_c = -45 \sim -55V$ 。我们因此定 V_a 为 +150V, V_c 为 -45V。在 i_c 的确定方面, 我们选用较低的数值(3 毫安), 以避免空间电荷影响热规的线性、保证较低的热清除效应和防止 Barkhausen-Kurz 振荡的发生。离子流用以国产静电计管 1Э1П 作为主要元件的推挽放大器来测定, i_c 的稳定则是用电子线路得到的^[21]。

然而这种初设计的热规用 Alpert^[2] 方法来测定它的 i_x 时, 发现当压强略低于 1×10^{-9} 托级时, i_x 对 i_+ 的影响已开始不能忽略。为此应当进一步降低收集极的 X 射线效应。我们试用了下列二个方案:

(i) 降低收集极的表面积, 即将收集极的直径减小。曾经用 $\phi 0.017$ 毫米的钨丝作试验, 发现灵敏度比原来降低了两个数量级, 因此不能使用。

(ii) 降低加速极的表面积, 用 $\phi 0.17$ 毫米的钨丝点焊在两根 $\phi 0.5$ 毫米的镍丝边杆上(间距为 3.5 毫米, 共 9 圈), 以后将边杆连上引出线通电除气(电流约 20 安), 这样因为钨丝较细, 灵敏度反而可提高半个数量级。

采用方案 (ii) 的热计曾经以本身作为离子泵的方法测至 3×10^{-10} 托(干燥空气当量), 在这压强下没有发现显著的 X 射线效应。

四、超高真空冷阴极电离计的设计

在冷计方面, Hobson-Redhead 的反磁控管^[22]、磁控管^[24]和我们的电磁式和筒式冷计^[23]都可以达到超高真空范围, 前者且曾报导为能够达到目前人工能得到的最低压强, 即略小于 1×10^{-13} 托。然而这些设计在除气方面都是十分困难的。为了达到能直接通电除气的目的, 在冷计阴极方面我们将极片切开为很多不断的小条, 如图 5 所示, 这样就可以增高极片的电阻而得以用合理大小的电流加热。阴极材料我们选用厚 0.2~0.3 毫米的钨

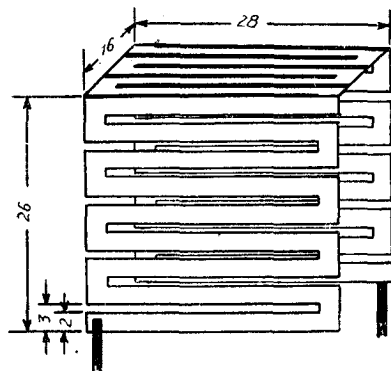


图 5 冷计阴极结构
(单位毫米)

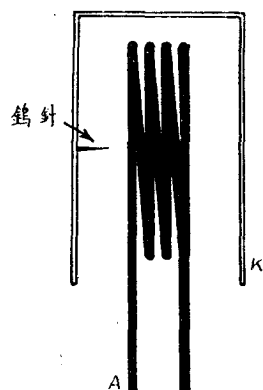


图 6 冷计电极装置示意图
A——阳极; K——阴极

片,中部加上长约2~3毫米的钨针。阳极是用 $\phi 0.5$ 毫米的钨丝绕成的、内径20毫米、螺距1.3毫米共4圈的螺旋,装好以后的形状如图6所示。玻泡选用扁的,以利于安放磁铁。在高真空时这两个电极都可以通电至白炽。钨片在真空热处理后略有变形,但对放电的影响并不严重。在磁场为3000高斯、阳极电势为2000伏、串联电阻为1.1兆欧时得到的校准曲线,如图7所示(其中 $10^{-4} \sim 10^{-6}$ 托部分用麦克劳真空计作动态校准, $10^{-6} \sim 10^{-9}$ 托部分用BA计的量值相对应)。目前这种冷计能测的下限为 5×10^{-11} 托,而且重复性很好。更低的压强由于弱电测量设备的稳定性限制而没有做下去,但估计在没有液氮的条件下,远低于这个数值的压强是难于获得的(至于空气中氮的渗入管内,则因为这种冷计的电清除速率很大,因此较容易抵销)。

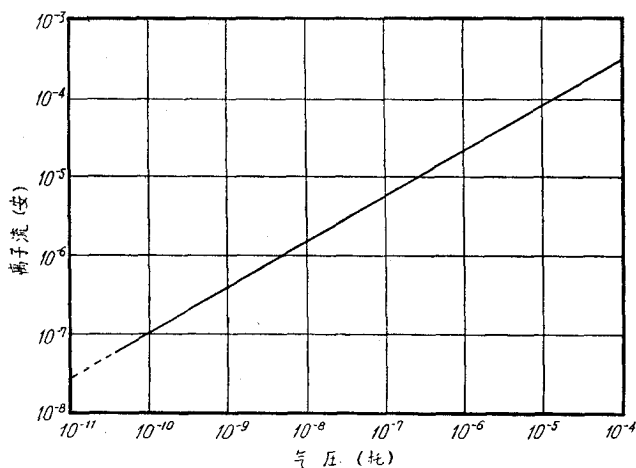


图7 冷计的校准曲线(干燥空气)

五、结 论

本文叙述了两种可用焦耳热除气的电离真空计的设计。这两种计已在实验室中使用2年以上,证明具有一定的使用价值。其特点是在超高真空时操作简单、反应灵敏,而且因为制作工艺简单,原则上还可以作为效率较高(因除气可较彻底)的离子泵以及代替一般高真空量程的电离真空计使用。

参 考 文 献

- [1] Данилин, Б. С., Михневич, В. В., Репнев, А. И., и Швидковский, Е. Г., УФН., 63 (1957), 205.
- [2] Alpert, D. and Buritz, R. S., J. Appl. Phys., 25 (1954), 202.
- [3] Lafferty, J. M., J. Appl. Phys., 32 (1961), 424.
- [4] Bayard, R. T. and Alpert, D., Rev. Sci. Instrum., 21 (1950), 571.
- [5] Conn, C. K. T. and Daglish, H. N., J. Sci. Instrum., 31 (1954), 95.
- [6] Lander, J. J., Rev. Sci. Instrum., 21 (1950), 672.
- [7] Metson, G. H., Brit. J. Appl. Phys., 2 (1951), 46.
- [8] Nottingham, W. B., Vac. Symp. Trans. (1954), p. 76.
- [9] Beck, A. H. and Brisbane, A. D., Vacuum, 2(1952, publ. 1953), 137.
- [10] Houston, J. M., Bull. Amer. Phys. Soc., II, 1 (1956), 301.

- [11] Kinsella, J. J., *Vac. Symp. Trans.* (1954), p. 65.
- [12] Compton, K. T. and Van Voorhis, C. C., *Phys., Rev.*, **27** (1926), 724.
- [13] 陈炳钊、徐载兴：“热阴极电离真空计的灵敏度测定”（未发表）。
- [14] Leck, J. H., *J. Sci. Instrum.*, **30** (1953), 271.
- [15] McIlwraith, C. G., *Rev. Sci. Instrum.*, **18** (1947), 683.
- [16] Garrod, R. I. and Gross, K. A., *J. Sci. Instrum.*, **25** (1948), 378.
- [17] Evans, E. C. and Burmaster, R. E., *Proc. I. R. E.*, **38** (1950), 651.
- [18] 华中一等：“高真空技术与设备”，上海科学技术出版社，第2版（1960），166页。
- [19] 复旦大学电真空实验室，复旦学报自然科学版，1959年第1期，44页。
- [20] 见[18]，249页。
- [21] 见[18]，157页。
- [22] Hobson, J. P. and Redhead, P. A., *Canad. J. Phys.*, **36** (1958), 271.
- [23] 见[18]，162页。
- [24] Redhead, P. A., *Vac. Symp. Trans.* (1958), p. 148.

ULTRA-HIGH VACUUM IONIZATION GAUGES WITH DIRECTLY HEATED ELECTRODES

HWA C. Y., WANG S. Y., CHANG Z. C.

ABSTRACT

The necessary conditions of ultra-high vacuum ionization gauges are briefly reviewed. The design and operation of two types of ionization gauges of pressure range 10^{-3} — 10^{-11} torr made in this laboratory are described. All the electrodes of these gauges can be degassed by resistance heating. They are simple in construction, easy to operate, and of shorter degassing time. No special power supplies are required.