

## 汞扩散泵——鎘捕集阱高真空系統\*

顧惕人 戚泰成 郭元恆

(北京大学化学系) (北京大学物理系)

### 提 要

我们在二级玻璃汞扩散泵的真空系统上使用了室温的鎘膜阱,证明鎘膜阱能有效地捕集汞蒸气,使被抽容器达到气压为  $10^{-5}$ — $10^{-7}$  毫米汞数量级的高真空。我们较系统地试验了鎘膜的条件对于极限气压的影响,实验结果表明,新蒸发的鎘膜效果最好;将鎘膜在  $10^{-2}$  毫米汞的气压下搁置 10 小时后对于极限气压的影响不大;但若将其在大气下搁置 10 小时,则极限气压约升高一个数量级;进一步延长在大气中的暴露时间(达 300 天),对极限气压无更大的影响。初步的寿命试验表明,扩散泵工作 140 小时之后,极限气压才较显著地上升。降低鎘膜阱的温度、增加鎘膜阱的数目和被抽容器的高温烘烤都是提高真空度的有效途径;在实验中考虑了这些因素,我们曾获得了气压低至  $10^{-9}$  毫米汞数量级的超高真空。

由于汞具有不会分解、不易氧化、干净等优点,因此汞扩散泵仍是现时广泛应用着的一种高真空抽气泵(尤其在需要避免油分子的系統,如质谱仪、离子加速器等的工作中);但因汞的蒸气压较高(室温下汞的蒸气压达  $10^{-3}$  毫米汞的数量级),故通常須用冷阱以捕集油蒸气。使用冷阱的缺点是冷却剂的消耗量大,既不经济也不便利。近年来,在油扩散泵的真空系統上使用室温捕集阱以代替冷阱引起了普遍的重视,已获得成功的材料有铜箔<sup>[1]</sup>、活性氧化铝<sup>[2]</sup>、人造沸石<sup>[3]</sup>、硅胶<sup>[4]</sup>等。但是这些材料不能捕集汞蒸气,将其使用在汞扩散泵的真空系統上未有成效<sup>[3,5]</sup>,因此必須另覓途径。Poindexter 等<sup>[6,7]</sup>首先利用汞和許多金属能形成汞齐这一众所周知的事实,提出用鈉或鉀作为室温下捕集汞蒸气的材料,获得了显著的成效;但鈉和鉀的性质极活泼,遇大气后对汞蒸气的捕集能力显著下降;为克服这种缺点, Huntén 等<sup>[8]</sup>曾改进了阱的设计,并指出用鈉-鉀合金比用单纯的鈉或鉀的效果更好;但因对金属的纯度要求较高,操作亦较麻烦,故仍未得到普遍的采用。近年来虽曾有用较稳定的鎘<sup>[9]</sup>和銻<sup>[10]</sup>捕集汞蒸气的报导,但并无任何可供参考的真空度数据,亦未曾研究实用时的条件对于捕集汞蒸气能力的影响。因为銻的价格昂贵,故此我们选用鎘作为研究对象;在本文中我们将报告在汞扩散泵的系統上使用鎘膜捕集阱获得高真空的一些实验结果。

### 一、实验装置和操作方法

实验装置见图 1。

\* 1963 年 12 月 23 日收到。

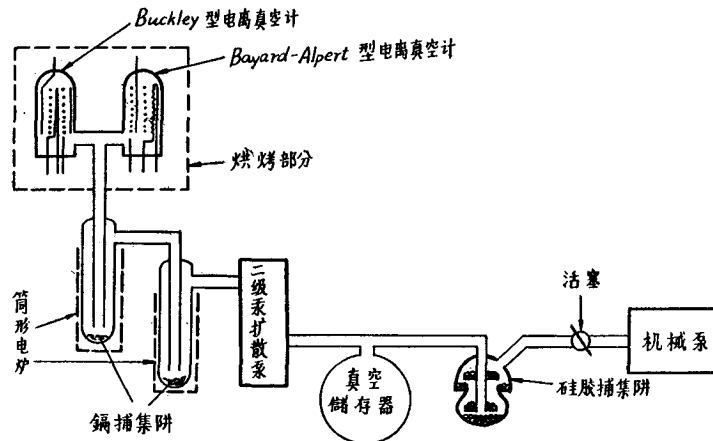


图 1 实验装置

所用的二級汞扩散泵系用玻璃制成的；为避免被抽容器、被机械泵工作液(油)的蒸气所染污，我們在汞扩散泵和机械泵之間装置一硅胶捕集阱<sup>[4]</sup>，用以捕集油蒸气。

鍍捕集阱亦系用玻璃制成的，其长度約 25 厘米，外管的直径約 4 厘米，內管的直径約 2.5 厘米。为提高捕集汞蒸气的效率，可将鍍真空蒸发在阱的內壁成膜，操作的方法如下：在阱底事先置入約 30 克的鍍条(純度为 99.5%，装入前用純苯洗滌二次)，蒸发时用筒形电炉将阱加热，維持在 380℃ 左右，然后每隔 5—10 分钟將电炉下移 2—3 厘米，此时鍍蒸气就在才露出的阱的內壁冷凝成膜，如此下移約十次左右，直到最后阱的內壁完全为鍍膜掩盖为止(每个阱的鍍膜約重 25 克)；蒸膜的时间約需 1—2 小时，在蒸膜过程中，机械泵和扩散泵始終是工作着的。实验証明，用此法制得的鍍膜阱能有效地捕集汞蒸气，使被抽容器达到高真空。实验表明，其效果約略与用固体二氧化碳作冷却剂的普通冷阱相似。

在实验中气压的测量系用电离真空計进行的；在气压高于  $1 \times 10^{-6}$  毫米汞时用 Buckley 型电离真空計进行测量；在气压低于  $1 \times 10^{-6}$  毫米汞时則用 Bayard-Alpert 型电离真空計进行测量；在测量前，电离真空計的金属部分均經過适当的去气。

## 二、实验結果和討論

### 1. 室溫下鍍膜的条件对极限气压的影响

从实际应用的角度出发，我們首先研究了不同条件下的鍍膜对极限气压的影响。除

表 1 室溫下不同条件的鍍膜和极限气压的关系  
(气压的单位是毫米汞)

膜的條件	一个鍍阱		二个鍍阱	
	系統未經烘烤	系統經烘烤	系統未經烘烤	系統經烘烤
新蒸发的膜	$2 \times 10^{-5}$	$7 \times 10^{-6}$	$4 \times 10^{-6}$	$3 \times 10^{-7}$
在低真空下搁置 10 小时后的膜	$3 \times 10^{-5}$	$7 \times 10^{-6}$	$8 \times 10^{-6}$	$6 \times 10^{-7}$
在大气下搁置 10 小时后的膜	$1 \times 10^{-4}$	$5 \times 10^{-5}$	$5 \times 10^{-5}$	$3 \times 10^{-6}$

了新蒸发的鍍膜以外,我們还試驗了將鍍膜在低真空(气压約为  $10^{-1}$ — $10^{-2}$  毫米汞数量級)或大气下擱置后对极限气压的影响,其結果列于表 1。

从表中数据可見,新蒸发的鍍膜对汞蒸气的捕集效果最好;將膜在低真空下擱置 10 小时,极限气压仅稍有升高;若將膜在大气中擱置 10 小时,則极限气压約比新蒸发的膜的高一个数量級;但进一步的試驗表明,將鍍膜在大气中擱置的时间延长到 300 天,对极限气压并无更大的影响。这些結果可能与鍍膜的氧化有关,氧化后的鍍膜对汞蒸气的捕集能力当然比氧化前的差,氧的分压越大,膜的氧化就越強烈,影响也就越显著;金属蒸发膜对氧的化学吸附一般是非活化的<sup>[1]</sup>,也就是說,膜的氧化可以很快完成。这可能說明了延长鍍膜在大气下擱置的时间对結果为何无影响。

## 2. 一个鍍膜阱和二个鍍膜阱的比較

从表 1 中的数据还可看到,用二个鍍膜阱时的极限气压比用一个鍍膜阱时的約低一个数量級。这显然与汞蒸气被捕集几率的增加有关,据此,若再增加鍍膜阱的数目,效果或可能更好;但增加捕集阱必然降低抽速,因此我們未在这方面进行更多的試驗。

## 3. 被抽容器未經高温烘烤和經過高温烘烤的比較

为减少器壁释气的影响,我們将被抽容器在  $430^{\circ}\text{C}$  下烘烤 4 小时。結果表明,烘烤之后的极限气压比不經過烘烤的約低一个数量級(見表 1)。經驗証明,烘烤之后約一小时左右,气压即不再下降,而未經烘烤的系統的气压下降要緩慢得多。

## 4. 鍍膜阱所处的温度对极限气压的影响

为了进一步提高真空度,我們还試驗了鍍膜阱所处的温度对极限气压的影响;实验証明,阱的温度越低,效果越好。多次的試驗表明,若將鍍膜阱的温度自室温降至  $-18^{\circ}\text{C}$ (用冰加食盐作冷却剂),极限气压約可下降一个数量級弱;若將鍍膜阱的温度降至  $-78^{\circ}\text{C}$ (冷却剂是固体二氧化碳),則极限气压可下降一个数量级以上。例如在装有一个鍍膜阱并且經過高温烘烤的系統中,极限气压是  $7 \times 10^{-6}$  毫米汞;若將阱的温度降至  $-18^{\circ}\text{C}$ ,則气压可降至  $1 \times 10^{-6}$  毫米汞;若將阱的温度下降到  $-78^{\circ}\text{C}$ ,則气压可进一步降至  $2 \times 10^{-7}$  毫米汞。进一步的試驗表明,在装有二个鍍膜阱(未在大气下暴露过的),并且經過高温烘烤的系統上,若將鍍膜阱的温度降至  $-78^{\circ}\text{C}$ ,則可获得气压低达  $7 \cdot 10^{-9}$  毫米汞数量級的超高真空;而在同一系統上仅用二个以固体二氧化碳为冷却剂的普通冷阱則只能得到气压为  $10^{-7}$  毫米汞数量級的高真空。根据以上的实验結果,我們估計,若將鍍膜阱的温度进一步降低(例如用液体氮作冷却剂),則效果可能更好;但因为我們的主要目的是寻求室温下捕集汞蒸气的方法,而不是單純的追求真空度,因此我們并未在这方面进行更多的試驗。

## 5. 鍍膜捕集汞蒸气的寿命問題

以上实验虽然証明鍍膜阱能有效地在室温下捕集汞蒸气,但若寿命不长,气压很快上升,則仍无实用价值。为此我們将二个在大气中暴露了 300 天以上的鍍膜阱进行了寿命試驗。实验証明(見图 2),在扩散泵工作了 140 小时之后,极限气压才自  $5 \times 10^{-5}$  毫米汞升至  $6 \times 10^{-5}$  毫米汞。以后气压上升虽然較快,但在扩散泵工作 200 小时后极限气压仍小于  $2 \times 10^{-4}$  毫米汞。与室温下汞的饱和蒸气压相比虽然只提高了一个数量級,但从

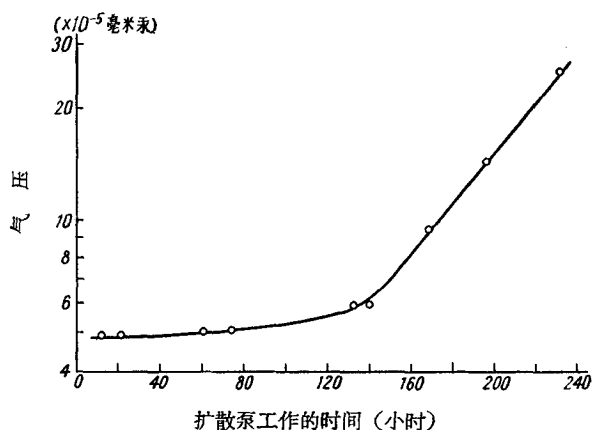


图2 镉膜阱的寿命试验

汞蒸气的密度来看,则被捕集的汞蒸气仍有百分之九十左右<sup>1)</sup>。

应当指出,在上述寿命试验中,扩散泵的工作时间是累加的。因此图2中的扩散泵的工作时间虽然只有240小时,但实际上前后共经78天。在这期间,镉膜阱始终和汞扩散泵连在一起。也就是说,即使扩散泵不工作,镉膜阱仍在不断捕集泵中蒸发出来的汞蒸气,这显然对于用图2表示的寿命曲线是有影响的。若用新蒸发的镉阱并在连续工作的条件下进行寿命试验,则无疑将得到更好的结果。

在工作中蒙傅鹰教授的关怀和指导,并承楼先生的支持,谨致谢意。

### 参 考 文 献

- [1] Alpert, D., *Rev. Sci. Instrum.*, **24** (1953), 1004.
- [2] Biondi, M. A., *Rev. Sci. Instrum.*, **30** (1959), 831.
- [3] Biondi, M. A., 1960 *Vac. Symp. Trans.*, 24.
- [4] 郭元恒、顾惕人, 科学通报, 1963年, 第5期, 41页; 中国科学, **12** (1963), 913.
- [5] McFarland, R. H. and McDonald, D. G., *Rev. Sci. Instrum.*, **29** (1958), 530.
- [6] Poindexter, F. E., *J. Opt. Soc. Am.*, **9**, (1924), 629.
- [7] Poindexter, F. E. and Hughes, A., *Phil. Mag.*, **50** (1925), 423.
- [8] Hunten, K. W., Woonton, G. A. and Longhurst, E. C., *Rev. Sci. Instrum.*, **18** (1947), 842.
- [9] Wilner, T., *Rev. Sci. Instrum.*, **20** (1949), 527.
- [10] Heyding, R. D. and Flood, E. A., *Can. J. Chem.*, **32** (1954), 591.
- [11] Trapnell, B. M. W., *Chemisorption*, Academic Press, Inc., New York (1955), p. 61.

1) 根据温度对镉膜阱捕集汞蒸气的效果来看,其特点与物理吸附的相似,因此我们曾初步试验加热方法,以期去除被捕集的汞蒸气。但因被捕集的汞与镉成合金,其量极多,且系统中汞扩散泵本身即是汞蒸气源,故效果不佳。

## CADMIUM TRAP FOR OBTAINING HIGH VACUUM IN A MERCURY-DIFFUSION PUMPING SYSTEM

KU TI-REN SUN TA-CHEN KUO YUAN-HENG

*(Department of Chemistry, Department of Physics, Peking University)*

### ABSTRACT

We have used a nonrefrigerated cadmium trap in a 2-stage glass mercury diffusion pump vacuum system. Experiments show that the cadmium trap is capable of isolating mercury vapour effectively, as high vacua of  $10^{-5}$ — $10^{-7}$  mmHg is attainable in an evacuated container. Systematic investigations of the effect of the cadmium film under various conditions on the ultimate pressure were carried out. It is found that newly evaporated cadmium films are most effective for that purpose, while after exposure in air of  $10^{-2}$  mm Hg, the ultimate pressure does not change appreciably, and that had the cadmium film been exposed to the atmosphere, it would be one order higher than before. Improvement on the ultimate vacuum can be effected by decreasing the cadmium trap temperature and utilizing two or more cadmium traps in series as well as through bake-out of the evacuated container. When such measures are put in force, an ultra-high vacuum of  $10^{-9}$  mm Hg is obtained in our test.