

全压和分压测量的发展*

张 涤 新 摘 译

主题词: 压力测量、气体分析仪、真空计、校正

内容提要: 在表面科学研究中, 获得 10^{-8} 帕的清洁真空并不困难。大约 10^{-8} 帕的极限真空就可以满足 大部份工业应用的需要。除了特殊情况而外, 真空测量的重复性往往比绝对精度更为重要。然而, 低压测量的绝对精度与其它物理量的测量相比是相当低的。最近几年, 在真空计量研究中做了大量的工作(新型的标准系统、相互比对、真空规长期性能的研究、新的真空测量原理, 如磁悬浮规等)。热阴极电离规的低压限制有关的一些新概念主要来自于有大型加速器的实验室。用四极质谱计于分压的测量可以得到更好的重复性。因为仅仅用了电离原理, 提供了更好地了解离子源对测量谱的影响。市场上出售的仪器, 通常用微机控制(尤其是用于分压测量的仪器), 完全适合于真空系统的自动化。

一、引 言

近十年来, 真空测量领域中已作了大量的工作。从1977年到1984年, 仅在国际真空会议和美国真空学会上发表的论文就有100多篇。其中不少是论述真空校准工作的。近几年, 发表了几篇重要的评述文章, 评述了真空测量问题及它的发展和趋势(1-8)。1984年, 苏联出版了一本论述真空测量问题的专著。

60年代对新型真空规和测量技术研究的要求主要来自空间研究和加速器实验室。70年代, 校准问题在国际范围内开始解决(由国际标准化组织ISO委员会和一些国家校准实验之间的多方面的合作)。

最近几年, 迅速发展的研究领域(例如, 等离子物理)和使用真空技术越来越多的工业对真空测量的准确度和精度提出了新要求。

工业的要求给真空测量领域的研究工作具有特别重要的影响。在光学和微电子学、薄膜工艺过程中更多的是要求测量极限真空度。许多反应性的工艺过程更关心的是既了解全压, 又了解分压。一涉及到基础研究, 这些要求也就更迅速的增加。在大型等离子物理实验中, 要求测量压力的不确定度为5%或更小(10,11)。目前, 只能用校准过的真空规才能达到。

心脏。它在国防科学技术、建筑、农业、医学等领域得到广泛应用。在家用电器中也正在广泛的普及。诸如电冰箱、空调器、冷库、冷藏柜、冷藏厨房等产品产量已越来越高。仅在1982年以前, 苏联一国拥有的家用冰箱就有数千万台。日、美、意、法、西德、捷等国的小型制冷机的发展非常迅速, 研制了许多名牌产品。

我国目前生产家用冰箱的厂家有43个, 主要生产厂有20多个。各主要厂家的年产量为2—4万台。除个别厂家外, 冰箱压缩机全部引进国外主机。为节约外汇, 必须尽快解决小型制冷压缩机的国产化问题。

* 1987年7月15日收到

大型加速器和贮存环中也有类似的要求(12,13)。因此,必须解决磁场中的真空测量问题(14,15)。

压力测量的可靠性、准确度和精度是非常重要的。虽然在真空标准中作了大量的工作,但对真空测量仍不满意。真空规的用户在询问规管在低压常规测量的不确定度时特别仔细。就真空计量的新要求来说,发展是相当迅速的。

二、真空规的校准问题与发展

在较高的压力中,基本标准是以测量力为依据。得到校准压力的不确定度小于1%(甚至0.1%(5))。在此范围,电容(薄膜)压力计用作副标准,可靠度经过认真检验。

在高真空中,麦克劳压力计仍用作标准(17,18)。用静态膨胀法可以产生已知的和很好确定的压力。不确定度为百分之一到百分之几。动态膨胀或小孔法产生的压力可以低于 10^{-7} 帕,不确定度为1%—10%。作为高真空范围内的副标准,建议选用热阴极电离规,其中有的已被采用(17,24—27,35)。

热阴极电离规被认为是比较可靠的真空规,BA规几乎已使用30年,取代了普通的圆桶形电离规。对BA规的灵敏度、稳定性和长期性进行了详尽的研究(19—23),并有如下的发现:

(1)普通的圆桶形电离规比BA规更稳定;(2)采用钨阴极的BA规比采用低温阴极(例如 ThO_2)更稳定。

在欧洲联合核子研究中心检验了145只BA规,灵敏度的均方差约为11%(13);在日本,用麦克劳真空规校准了258只作为副标准的VS—1型圆桶形电离规,灵敏度的均方差为6.5%(17)。这些检验结果表明BA规也许不宜作为副标准。用没有校准过的BA规测量引起的不确定度可达30%或更大。

已研制了几种特殊的热阴极电离规作为副标准,它们是IMC规(24)、JHP规(25)、Inert规(26,27)等。此外,人们的注意力转向了磁悬浮规,这种规似乎有希望用于校准。作为传递规的一些副标准的长期稳定性也进行了实验研究(29),以钢球作为传感元件的磁悬浮转子规显示出最佳性能。

磁悬浮转子规已经过认真地实验和标准(30,34)。轴承的一个钢球悬浮在磁场中旋转。磁悬浮转子规的长期稳定性好于1%。在相互比对的测量中,已成功地被用作传递标准。

不同实验室之间的真空规的校准比对在不同的程度上取得进展。美国的一些实验室之间的比对已有报导(35)。西德、美国、意大利和法国的实验室之间的相互比对,采用磁悬浮转子规作为传递标准取得了最好的结果,一致性可达1%或更好(36—38)。东德、捷克、苏联、芬兰的实验室之间的相互比对正在进行中。

二次校准系统采用比对方法,其压力通常采用孔流法产生。用作副标准的真空规有:圆桶形电离规(39)、磁悬浮转子规、特种电离规(40)或电容规(41)。

还有一些不常用的方法用于真空规的校准。利用微量天平(42)建制的活塞式压力计可测出低至 10^{-8} 帕的压力。压力低于 10^{-7} 帕时,可用分子束方法校准。利用涡轮分子泵的压缩特性可以得到 10^{-4} — 10^{-8} 帕的氢压值(44)。

真空规校准的发展很快,已获得更好更精确的结果。因此,将有助于更好地传递以准确

的压力作为重要参数的真空测量技术。

三、超高真空的测量

60年代,仔细地研究了热阴极电离规的测量下限。影响下限的主要因素是 α 射线的限制和电子碰撞脱附。采用Reahead调制方法可以测到更低的下限⁽⁷⁰⁾。最近几年,许多工作致力于调制方法的研究。不加电极的调制方法是很有用的⁽⁴⁵⁾。十分关注可测 10^{-10} 帕的调制规结构⁽⁴⁶⁾。采用交流信号调制电极可以自动调制或消除电子碰撞脱附的影响⁽⁴⁸⁾。 α 射线限制调制的重要解释考虑了由于阴极蒸发(钨限制)的寄生收集极电流的调制⁽⁶⁹⁾。

新设计的改进型分离规、最佳的弯注规⁽⁴⁹⁾、其它的改进规^(51,52)等外收集极已经出现。例如,采用倍增器。用一般的电子仪器已证实能测至低至 10^{-12} 帕的压力⁽⁴⁹⁾。改进型磁控规⁽⁵³⁾的灵敏度高, α 射线的限制为 10^{-13} 帕。

苏联的实验室中常用冷阴极规测量到 10^{-8} 帕,特殊结构的规能测量至 10^{-11} 帕。

四、高压力电离规

高压力电离规常用于等离子物理实验⁽¹⁰⁾。在等离子工艺中(溅射、离子镀膜)是十分重要的。理论研究⁽⁵⁴⁾、规的结构⁽⁵⁵⁾以及灯丝周围具有接屏蔽的BA规等都是对该规的重大改进。改进后的高压力电离规可以从10帕一直测至超高真空⁽⁵⁶⁾。

五、新原理

采用新的原理来测量压力(或分子密度)的方法在一些研究领域已有介绍。可用低温量热法测量气体分子的碰撞率、测量冷凝分子能量的大小⁽⁵⁵⁾。还有采用石英振荡器的摩擦真空规⁽⁵⁸⁾。用微处理机控制,检测电子的扩散过程可以测量压力⁽⁵⁹⁾。对简单的圆柱形高频离子阱进行了研究⁽⁶⁰⁾,这可能作为传感元件,例如,用于氦检漏仪中。

分子流方向测量对研究分子与表面的相互作用和等离子物理实验是十分重要的。这类指向性规的性能已有介绍和评述^(61,62)。

六、分压的测量

等离子工艺、等离子物理实验、加速器等与真空技术有关的实验中,要求了解分压的精确信息。分压测量的发展已十分迅速。

最近几年,四极气体分析仪器已成为广泛使用的仪器。其电源常用数字控制^(63,64)。已研制出价格较低、配有微机的广泛使用的分压规⁽⁶⁵⁾。四极质谱分析仪与台面上的计算机匹配,成为给出质谱分析和动态测量的完善的仪器。采用磁场的四极质谱分析仪已经出现,并有进一步发展的趋势⁽⁶⁶⁾。

分压测量的质谱分析仪的绝对校准与全压真空规的校准相类似。常用动态流量法。四极气体分析仪的长期稳定性问题还未解决,许多参数都会影响灵敏度。越来越多的工艺已需要借助于高准确度和高精度的质谱分析仪的跟踪和控制。灵敏度变化的问题可采用混合气体的原位校准来解决。

(下转第14页)

四、冷冻封堵技术的实际应用

国外有人指出：“由于输油管道已经敷设20年之久，日益增加的维修费用对有关部门产生了很大的经济压力，迫使各国都开始输油管道快速封堵技术的开发研究”。目前国际上以BOC和BCB为代表最先推出快速冷冻封堵技术。

1978年9月，BCB公司为北海贝壳—埃索公司解决了一条直径400毫米输油管的冷冻封堵检修，1979年又为其解决了一条直径500毫米的管道冷冻封堵检修，后来又为该公司封堵了一条直径760毫米的管道。这些管道都是油田平台上的输油管。1976年，国外成功地封堵了一条埋地50年之久的管道，直径为200和250毫米。1979至1980年，贝壳—埃索公司又请BCB公司为他们冷冻封堵了4条直径760毫米的管道。

上述封堵均是采用水置换管中一段油柱后直接冷冻水成冰塞实现的。我国新乡输油公司所属中洛线的汲县至新乡段 $\phi 273 \times 6.35$ 毫米输油管线出现严重拱管事故。1986年6月化工部光明所进行现场冷冻封堵施工。实测封堵时间8小时40分钟（从降温到完全封堵），解冻时间1小时40分钟。换管后正常输油。管道上一无孔，二无伤。这证明我们也掌握了直接冷冻封堵管中原油的新技术。

五、冷冻封堵技术的效益

在输油管冷冻封堵中由开始只限于直径小于100毫米发展到直径1000毫米，由水成冰塞进而应用于直接冷冻直径273毫米管中原油成堵塞。采用该技术后，一是保证了管道的完整性，二是大大缩短了管道检修的时间。冷冻冰塞冷冻过程不需要切开管子就可在管中形成一个封堵塞，所需时间仅是旧式机械封堵方法的一半，劳力和费用也只是旧式封堵方法的50%。

为了进一步提高封堵速度化工部光明所又研究成功了一种大直径管中原油的“闸断式”冷冻封堵方法。这标志着我国对石油管道、天然气管道、化工管道和上下水管道的检修技术达到了一个新水平。这项技术已达到国际先进水平。

参加此项研究工作的还有刘宗荣、王新文、曲建华、李凤歧、兰井河、王永山、王玲、韩霞玉、邵荣香及石油部管道局的蔡伯淳等。景桂兰对材料做全面分析。

（上接第20页）

超高真空的测量有时是很困难的。尤其重要的是离子源材料的出气速率必须很低，从离子源电极上的电子碰撞脱附效应引起的虚假现象尚需进一步研究⁽⁶⁷⁾。

七、小 结

随着物理学，特别是工业领域中迅速发展而提出的新要求，真空测量正在深入发展。其发展趋势是：要求真空测量具有可靠性、准确性和精确性，大大增加了真空规校准的重要性；生产具有长期稳定性的真空规。由于实验物理的要求，超高真空测量正在发展。分压测量将有进一步的发展，并会扩展到高压领域，尤其是在等离子工艺中将有更多的应用。

（摘译自“Vacuum” 36 7—9（1986）509，原文作者Hulek Z.，李旺奎校）