

真空阀、接头和冷阱的发展史话

荣耀明 摘编

本文将着重讲述真空系统的某些关键金属部件的发展历史并分析发展的主要动力。变革的主要动力产生于工艺技术方面的具体改革，例如，扩散泵的发展。而对商品的需求（例如，白炽灯的制造）同样会大大促进产品的改革和发展。

19世纪末、最常用的抽气设备是汞活塞泵，例如，托普勒泵(1862)和斯普林格尔泵(1865)。可以达到的真空度为 10^{-1} 到 10^2 帕。如果加一个冷阱，抽速就会慢得出奇。早期，爱迪生的白炽灯的抽气时间是5小时。真空设备，例如汤森(Townsend)在气体的导电性研究中使用的真空设备，是由玻璃或黄铜、铝、锌之类的金属制成的。而密封部位则用班克尔斯(Bankers)密封蜡、“弹性胶”和橡胶等常用材料进行密封。浸润玻璃、黄铜管塞或充U型管被用来隔离真空系统各个部件。当时，已注意到烘烤抽气的重要性。例如，在除气过程中点燃斯旺(Swan, 1978)的白炽灯。这种灯以及早期的x射线管使用了一个用铂铅直接封入玻璃的全玻璃封接，在除气之后，用熔焊玻璃的方法将其密封起来。因为汞活塞泵不能有效地除去水份，因而用装有五氧化二磷的试管或试盘通过化学方法清除水份。50年来，这种方法室在一些实验中普遍应用。

1. 本世纪前20年的发展

本世纪前20年，真空技术发展迅速。1875年，泰特(Tait)和杜瓦首次提出了在室温条件下，利用活性炭的吸附作用吸收气体的方法。用液态空气冷却活性炭的方法大大提高了它的吸附作用，导致了在排除真空室内气体方面的应用。1907年，盖德研制成功了第一台油扩散泵，并于1915年研制成功了汞扩散泵。1916年，朗缪尔发明了“冷凝泵”，这是以盖德泵为基础的一次重大改革。1911年，朗缪尔加入了美国通用电气公司的研究室，从此开始从事他的一系列研究工作，并参与白炽灯的研究。

1900年，在真空装置中，所采用的可烘烤金属与玻璃的封接只能是铂和软玻璃。随着白炽灯生产的巨大发展，人们集中大部分精力研制一种价值便宜、性能可靠的产品来代替金属铂。1911年，埃尔德内德(Eldered)首次用铁镍合金代替了铂。1913年，芬克(Fink)研制成功了钎焊。随着金属线上硼砂敷层的进一步发展，为了更好地促进玻璃—黄铜的封接，范·科伦(Keuren, 1913)研制了一种性能十分可靠的电引线，为匹配的伸缩封接和良好的玻璃—金属表面的封接创造了条件。杜美丝仍然是用于白炽灯生产中的主要的金属—玻璃密封丝。1914年，桑德(Sand)研究了一种可靠的封接方法，即：使用能很好地粘着金属和玻璃的石英来密封钼（或钨），这种封接广泛地用于大功率真空管的制造。1915年，产生了钨—硬玻璃封接的专利。直到1920年，玻璃—金属的封接技术才得到充分的发展。有趣的是，早在1916年，帕克(Parker)和达拉迪(Dallady)就演证了这种光学平板玻璃表面在熔点以下的温度中的扩散焊。

早在本世纪初，人们就已经清楚地认识到了烘烤真空设备的重要性。朗缪尔对关系到灯泡生产的玻璃除气进行的广泛的研究，以及其它许多科技人员的研究进一步确定了各种不同类型的玻璃所释放出的大量主要气体。这些研究强调了严格烘烤对玻璃器皿连续除气的重要性。格雷德 (Grede) 和朗缪尔还明确地表明用油脂阀或者密封来获得最低极限压强的重要性。然而，在能够承受烘烤的阀门或可拆卸的密封方面还没有什么明显发展，常用的方法是截流器，汞在该系统中，始终存在，除非在那里设置一个冷阱。斯托克 (Stock) 和他的同事们在其传统的碳氢化合物研究方面充分利用了汞截流器并记录了大量有益的改进。例如，在使用高压时，应用浮子控制阀来减少汞喷射的危险。另一种有趣的开关是根据陶瓷玻璃的抗汞渗透的原理设计出体的。将两个隔开的陶瓷表面浸入汞液，然后分别连续在一个储气罐和真空装置上，使这两个陶瓷表面接触之后，就能很快控制进入该装置的气流。这种气流控制的方法，在以后的几年中仍被多次采用。1950年，哈格斯特姆 (Hagstrum) 和威哈特等人 (Weinhart) 提出了一种改进的陶瓷棒漏孔，设计出了具有稳定烘烤性能的阀门，如伯登斯坦 (Bodenstein) 在1913年描述的由铂和铂铱合金制成的阀门。但是，最初只用于化学反应研究方面，而不能在真空应用中发挥通导作用。

1916年，随着扩散泵的改进，利用液态空气冷阱来排除真空装置中的汞蒸气的技术已被广泛采用。它的体积很小，能确保气体同阱壁反复碰撞以达到有效地捕集气体的目的。

2. 1920年~1940年的发展

这20年中，真空工艺已广泛地用于许多新的领域，例如：真空冶金。抽气技术中的重要创新乃是油扩散泵的发展。使用室温阱时，新扩散泵可以获得较低的极限压强。布尔奇 (Burch, 1928) 利用分子蒸馏技术对天然石油产品中的低汽压分馏部分进行分离，以及后来的稳态纯有机化合物的合成才使这种泵的研究成为可能。目前，使用的可靠性高的电离真空计可以测定较低的压强，例如：使用达许曼 (Dushman) 等人设计的真空计。但是，这类真空计只能测量 10^{-6} 帕这样低的压强，而1920年的真空技术就已达到了这个范围。这种价格较低的真空计作为一种测量工具，可望测出更低的极限压强。比这种电离计所测得的压强还要低的压强，确实是由安德森 (Anderson) 和诺了汉 (Nottingham) 在测量各种金属的功函数中获得的，而且，这是他们自己从所测得的稳态压强中外推出的结论。压强未能进行定量测量也许大大限制了当时超高真空技术的发展。因此，这些技术在表面污染问题十分突出的情况下，很少被用于诸如吸附和催化等课题的研究方面，因为这些领域内的大量实验都是在清洁度不明的条件下进行的。

玻璃—金属的封接在这一时期不断发展。1923年，豪斯基波 (Housekeeper) 在西部电气公司研制了一种全新的密封技术。该技术利用玻璃界面上金属薄边的密封来调节金属与玻璃间热膨胀中的失配现象。这类密封法最初用于铜—玻璃封接，今天仍然广泛用于铜和不锈钢的封接。凯 (Kaye) 在1927年前就介绍了为商业应用而进行的3英寸软玻璃与镍铁合金封接及2英寸软玻璃与镍铬合金密封的例子。1934年，研制成功了用于封接硬玻璃的铁镍钴合金和另外一种用途很广的可伐合金。这些可靠的密封技术取代了用金属喷镀法焊接玻璃与金属的工艺。然而，在某些特殊场合，例如，焊接光窗之类还继续采用不很复杂的技术。所以，只研制相匹配的热膨胀合金，而不注重它们的广泛应用是行不通的。比如帕尔默 (Palmer) 介绍的氯化银把宝石窗焊接到玻璃上的技术以及斯特朗 (Strong) 讲述的石蜡在这方面的应用。值得注意的是，这种玻璃与金属封接技术在当时已很先进，然而，常用的

制做设备的材料还不能令人满意。凯 (Kaye) 建议使用镀锡或烘烤涂瓷的方法来改进不合格的铜或铁铸件的性能。而斯特朗提出了用常见的多层甘酞树脂漆的方法来密封抛光真空设备的外表面。如今在日常的真空应用中所取得的一些进展离不开高质量的制造材料的发展。

1920年至1940年期间, 仍未研制出商业性的真空专用的可卸式密封或阀门。为了达到极低的极限压强, 安得森和诺丁汉既不使用拆卸式密封, 也不使用可拆卸的阀门, 他们彻底烘烤整个玻璃装置并在吸气剂被活化前再抽空玻璃器件, 以达到完全除气并保持真空状态的目的。这些装置几乎不能按要求控制气压。这类技术可被看作是辐射管生产工艺的发展。虽然布尔奇最初研制的阿皮松密封腊和波形密封, 为控制气压和熔点, 已提供了比以前普通的混合产品所能达到的更为均匀的产品。但是, 在半永久性的封接时仍然普遍采用密封腊。大家已很了解易熔合金的密封作用, 软金属垫圈的用途就是例证。斯特朗举例说明了用于角形密封的铅垫圈的高可靠性的拆卸式连接。拆卸式法兰及金属—陶瓷密封采用了这种熔丝垫圈, 并于1937年在麻省理工学院制造的发电机上得到了广泛应用。然而, 垫圈只有敷上一层甘酞树脂后才可达到最为理想的可靠性。

金属真空阀是用重新加工的标准辅助阀制作而成的。例如, 用橡皮圈代替阀座, 并且用橡皮密封, 浸入阿皮松脂的带子或者金属波纹管来代替阀杆的密封套。虽然以阿皮松脂涂层中抽除游离气体的困难和阿皮松脂的不可避免的渗气性仍然严重地限制了设备获得极限压强, 但是在未烘烤的设备中, 玻璃阀门采用阿皮松脂使性能的可靠性有所改进。

用于扩散泵的真空阱的发展令人瞩目。1925年, 在水银泵中采用了碱金属阱。这类阱将几克钠或钾喷镀在抽气管内壁上。汞沿一条直径为1厘米的管道内壁迅速沉积, 其速率之快足以使这类阱获得相当于一个冷阱的捕集效率。据估计, 这种阱的寿命为几年时间, 这就是形成一个当量分子的钠合金所必需的时间。预计汞汽压能达到 10^{-6} 帕的压强。出人意料的是, 这种阱在几次暴露大气之后仍然有效。据报道, 碱金属对玻璃的腐蚀以及纯金属镀膜沉积方面仍然存在问题。

引进油扩散泵的主要优点就是只用一个简单的环境温度挡板就能进行工作。与冷阱相比, 该泵操作简单, 并具有比较高的传导率。为了在环境温度下达到更为有效的捕集, 贝克尔 (Becker) 和杰伊考克斯 (Jaycox) 介绍了活性炭阱在启动扩散泵之前, 被烘烤到 400°C 时的作用。最后, 设备达到了低至 10^{-6} 帕的极限压强。据声称, 烘烤这样一个冷阱, 即便是在应用之后, 也不会释放出冷阱捕集到的油, 但会引起裂解。这种断言来源于一大新发现: 氯化物阴极的电子发射在烘烤期间不减弱, 且与暴露在油蒸汽中的发射明显不同。

3. 1940年至1960年的发展

这一时期, 我们可以看到在真空设备应用方面的巨大发展。40年代初期, 第二次世界大战的军备需要大大推动了这种发展。在美国, 曼哈顿计划导致了大型真空设备的迅速发展。另外, 生产复杂封接真空设备的技术也在发展, 以满足雷达及其它电子管的需要。而这一时期的一项极为重要的成果乃是1950年的BA规的发明。它把可靠的压强测量范围延伸到 10^{-8} 帕左右, 并为迅速应用于真空及气体物理学研究的超高真空工艺的发展提供了动力。虽然许多实验室参与了这次研制工作, 但同阿尔伯特 (Alpert) 一道工作的那个小组异常地活跃, 这一系列令人神往的重要科研项目是由阿尔伯特提出来的。

这一时期, 密封技术方面的重要发展就是成功地使用了金属喷镀陶瓷表面, 然后钎焊金属的金属—陶瓷密封工艺。第二次世界大战期间, 在德国广泛地采用了这类密封方法。起初只用

于真空管，随着战争的进行，又进一步扩大了该技术的应用范围。当这些密封技术用于普通真空时，某些密封在发生泄漏之前只能经受得住一、两次烘烤循环。几年之后，随着设计的改进，这些问题逐步得到了解决。现在，这类密封已成为真空应用中的基本类型。1957年，马丁（Martin）和图尼斯（Tunis）介绍了一种令人感兴趣的陶瓷—金属封接的技术。采用这种技术，金属泵体可被挤压在陶瓷管上将要进行陶瓷—金属封接的那一端，这种方法在超高真空中很适用。对包括玻璃、陶瓷和金属在内的不同材料之间密封分析的重要性，以及对有关密封力的讨论和分析加深了人们对临界参数的了解，并为实用密封设计提供了方法。

超高真空工艺的发展要求法兰和阀门具有至少达400℃的烘烤能力，这种要求自然不包括诸如橡胶之类的有机材料以及低熔或高压金属的应用。尽管压缩在扁平法兰间的诸如铅之类的金属垫圈已被普遍采用，但是这种密封并不十分可靠。将铜圈紧紧压在精确探测出的硬质合金刀片的边缘中间可达到更为理想的效果。兰格（Lange）和阿尔伯特介绍了一种更简易的机械接合，即把钢垫圈剪切成一种阶式密封。使用一种与斯特朗所介绍的铅丝密封的几何形状完全相同的角形密封式金丝垫圈，可达到更高的可靠性。格罗夫（Grove）介绍这类密封在高达450℃之下反复烘烤40次到50次之后依然可靠的情况。正如比尔斯（Bills等人）在他们的烘烤阀的研制中所论述的那样，或者如威勒（Wheeler）在他的金属垫圈密封的专题报告中所讲的那样，利用已收集到的垫圈形状或许无法设计出上述铜和金的密封。毫无疑问，黄金密封的可靠性归因于黄金垫圈与不锈钢法兰之间在烘烤过程中的相互扩散，因而导致了它们之间的牢固的接合，已被密封的黄金垫圈应在烘烤过后用压力分开，因为这种连接会抵消烘烤期间由于法兰伸延螺栓而引起的减压。

1940年，金属阀仍然大批地使用橡胶密封。尽管为曼哈顿计划设计并制造的一些大阀门具有独特的性能，例如：那些能代替轴密封而又不致于破坏真空的设备，然而，重新制作的标准阀仍然被普遍应用。在战争年代，发展了供航天器的液压系统使用的O圈密封，随着精密的O圈在各种合成橡胶中的迅速应用，很快地就被广泛用在真空应用之中。

1951年，阿尔伯特介绍了为可烘烤的超高真空系统而设计的第一个全金属阀。该阀在柔软的柯伐膜片中使用了一个高度抛光的锥形柯伐头和一个铜件，在氢气中通过钎焊将其组装在一起，以防焊剂的污染。差接螺钉机械装置可准确控制鼻锥的移动，用5~10吨的压力可将鼻锥压入铜器内的直径为1/2英寸的孔中，在首次闭合时形成阀座并提供 $\sim 10^{-10}$ 升/秒的通导。阿尔伯特小组提供了一种通导率更好一些的蒙耐尔耐腐蚀合金阀。比尔斯等人论述了在使用镍铜合金表面的纯银插头之后，密封的几何形状方面的重要发展，该设计允许沿密封区有更高的负载并获得 10^{-6} 升/秒范围内的通导率。另一种密封方法就是利用铜垫圈中的刀刃密封。康纳（Conner）等人介绍了这类用于大闸阀的密封，用气体压力提高要求很高的密封压强。

早期的超高真空系统使用了一个油扩散泵和玻璃冷阱，冷阱中液氮液面的变化经常伴随有相应的压力波动，为了将这种波动减至最小程度，将波形铜箔压入阱中以便达到一种更高层次的恒温。在400℃下烘烤该阱以及该系统的其它部分，于是该阱必然经常处于空的状态，这样足以看到它在环境温度和液氮温度中捕集气体是同样地有效，至少达到BA规的测量范围。这类阱特别设置了可持续三个星期的保护装置，为了增加使用寿命，用人造沸石或者氧化铝替换了铜，他认为较大的表面积将会增加吸附能力，起初这类阱至少有75天的有效期，后来经验告诉人们，用阿尔伯特介绍的小型玻璃装置可达到至少一年的保护期。

随着超高真空技术在大型设备中的推广，发现用于大型扩散泵的标准阱的设计相对来说效率较低。一种原因是一些油分子能穿越有一个冷面的阱甚或根本不与冷表面相接触，这类阱冷却效率常常很低；另一个问题是，油很可能经常沿着相对的热表面透过阱扩散出去。

4. 1960年以来的发展

近代真空技术的发展由用于科学研究、工艺设计，特别是半导体工业方面的超净设备及复杂的表面分析设备对于可靠技术的不断需要所支配。这样，就导致了各种各样的可拆卸法兰装置的充分利用，比如在电和液体的馈通、控制器及光窗的连接中使用法兰，复杂的设备很容易被组装在一起。由于对清洁度的要求很高，材料质量和装配技术也随之有了很大改善。真空式氩焊已广泛地用于多组件的结构中，特别是那些氧化铝馈通的组件。20世纪50年代，首次研制了钨电极惰性气体弧焊法，其韧性和强度都达到了连接许多不同类型金属的第一水平。该技术还使频繁用于控制品和阀门等方面的高质量嵌套波纹管的制造成为可能。对收集密封几何形状的认识使人们普遍采用可拆卸法兰的铜密封，该技术能在这类密封中建立起这样的统治地位也许是幸运的，因为它保证在许多不同机械制造厂家设备之间的更新换代。

为真空设备而设计的阀门目前已很容易被采用，而且，新的革新技术的应用已极大地提高了这种阀门的性能和可靠性，大闸阀的研制就是例证。氟化橡胶垫圈及聚亚胺密封的采用已使这些密封阀门具备一定的烘烤能力。真空设备中的机械运转部分都普遍采用了金属波纹和磁管接头。低汽压磁力约束的“铁磁流体”的发展，为透过真空壁密封转轴的方法出入意料地解决了这道难题，特别在高速度或者高转矩的那些地方已成为必不可少的方法。可惜，由于这类密封不能被烘烤，因而无法充分用于最需要真空的应用方面。

用于扩散泵的冷阱，因符合在早期试验阱中所提出的要求，已可以大批提供了。而且，按照某些操作的需要，这种阱常为每次装填的致冷剂提供很长的保存时间。

(编译自J. Vac. Sci. Technol. A2 2 (1984) 126)

中国真空学会真空获得专业委员会 第二次代表大会在成都举行

中国真空学会真空获得专业委员会第二次代表大会1985年5月10日~5月14日在成都举行。61个单位的104名代表出席了会议。开幕式上龚求初副理事长、达道安副理事长和刘炳坤同志应邀作了专题报告；王欲知同志作了题为“真空电子学中的科学学”的科普报告。

会议分无油真空和有油真空两个小组进行了学术交流。大会共收到学术论文37篇，会议期间与会代表参观了南光机器厂。

这次会议期间，四川省真空学会成立了真空获得专业委员会。机械工业部真空行业情报网还就行业史话的编写工作进行了讨论。

(本刊讯)