

Э. ТРЕНДЕЛЕНБУРГ

ULTRAHOCHVAKUUM  
EINE EINFÜHRUNG

von Dr. rer. nat. E. A. Trendelenburg

LEITER DES PHYSIKALISCHEN LABORATORIUMS  
DER BALZERS AKTIENGESELLSCHAFT FÜR HOCHVAKUUMTECHNIK  
UND DÜNNE SCHICHTEN,  
BALZERS, FÜRSTENTUM LIECHTENSTEIN

VERLAG G. BRAUN KARLSRUHE  
1963

**СВЕРХВЫСОКИЙ ВАКУУМ**

ПЕРЕВОД С НЕМЕЦКОГО  
ПОД РЕДАКЦИЕЙ  
М. И. МЕНЬШИКОВА

ИЗДАТЕЛЬСТВО „МИР“  
Москва 1966

## ОТ РЕДАКТОРА ПЕРЕВОДА

За последние десять лет некоторые направления физики и техники предъявили к вакуумной технике новое требование — получение и измерение сверхвысокого вакуума, т. е. разреженностей, соответствующих давлениям, меньшим  $10^{-8}$  тор. Такой вакуум оказался необходимым, например, для некоторых установок, где проводятся эксперименты по нагреву плазмы до температур, при которых должны стать возможными реакции термоядерного синтеза. Вакуум такого же порядка потребовался для ускорителей, в которых осуществляются столкновения встречных пучков заряженных частиц. Из технических применений необходимо упомянуть о камерах, имитирующих вакуум в космическом пространстве, в которых испытываются перед отправкой в космос спутники, автоматические станции, космические корабли, их отдельные элементы и агрегаты в процессе разработки.

Решение этих задач потребовало большой и интенсивной работы как отдельных специалистов в области вакуумной техники, так и больших научных коллективов, что в свою очередь привело к разработке новых методик получения вакуума и нового сверхвысоковакуумного оборудования. В периодической научной печати появились многочисленные статьи, обзоры, доклады, книги.

Книга Тренделенбурга «Сверхвысокий вакуум», вышедшая в ФРГ в 1963 г. и предлагаемая сейчас вниманию наших читателей, является одной из первых монографий по этому вопросу, в которой автору, принимавшему активное участие в разработке этой проблемы, удалось на достаточно высоком научном уровне обобщить

и систематизировать материал, имевшийся ко времени написания книги. Среди опубликованных на русском языке руководств по вакуумной технике эта книга, представляющая вполне определенный самостоятельный интерес, будет хорошим дополнением к вышедшему в издательстве «Мир» в 1964 г. переводу книги С. Дэшмана «Научные основы вакуумной техники». Монография Тренделенбурга восполняет существенный пробел книги Дэшмана, в которой разделу «Сверхвысокий вакуум» посвящено всего 14 (из 700!) страниц. Это позволяет читателю подняться до уровня, необходимого для понимания современных проблем вакуумной техники.

К достоинствам книги относится стремление автора детально познакомить читателя с новыми методами и аппаратурой сверхвысоковакуумной техники, уже зарекомендовавшими себя на практике в основном в США и ФРГ.

Следует отметить, что в книге отсутствуют сведения о сверхвысоковакуумных методиках и аппаратуре, разработанных в СССР. Советскими исследователями и конструкторами создано высокоэффективное сверхвысоковакуумное оборудование — металлические высокопроизводительные ртутные агрегаты<sup>1)</sup> и охлаждаемые титановые насосы<sup>2)</sup>, не имеющие аналогов за пределами СССР. С этими устройствами читателю придется знакомиться по приведенным литературным ссылкам.

Книга рассчитана на широкий контингент физиков, химиков и инженеров, особенно экспериментаторов и практиков, которые, имея опыт в вакуумной технике, переходят к освоению ее сверхвысоковакуумной области.

М. Меньшиков

<sup>1)</sup> Цейтлин А. Б., Фагалева Л. В., Приборы и техника эксперимента, № 5, 120 (1961); Цейтлин А. Б., Пароструйные вакуумные насосы, изд-во «Энергия», 1965.

<sup>2)</sup> Симонов В. А., Клейменов Г. Ф., Милешкин А. Г., Кочнев В. А., Труды конференции по исследованиям в области физики плазмы и управляемого ядерного синтеза 1961 г. в Зальцбурге, Nuclear fusion 1962, Suppl., pt I, p. 325; Мартинсон Е. Н. и др., авт. свид. № 140123. Бюлл. изобрет. № 15, 1961.

## ПРЕДИСЛОВИЕ АВТОРА

Настоящая книга рассчитана в первую очередь на широкие слои исследователей и инженеров, которым сверхвысокий вакуум необходим для проведения экспериментов и изучения различных процессов, и в меньшей степени — на сравнительно узкий круг специалистов, которые занимаются изучением и совершенствованием самой техники сверхвысокого вакуума.

В соответствии с задачами книги автор отказался от подробного обсуждения всех работ, относящихся к области сверхвысокого вакуума, для достижения большей четкости и ясности изложения материала. Цитируемая литература подбиралась автором также с точки зрения целесообразности изложения. О некоторых интересных работах вообще не будет упомянуто, поскольку результаты их не вполне надежны. Очень многие явления в области сверхвысокого вакуума изучены еще недостаточно, так что их пока нельзя рассматривать с количественной точки зрения. Поэтому во многих случаях приходилось довольствоваться модельными представлениями, которые лишь приблизительно отражают истинную сущность явлений, до сих пор еще не объясненную. В настоящее время эти модельные представления часто являются предметом горячих споров среди специалистов. Тем не менее автор надеется, что в каждом случае ему удалось выбрать для обсуждения такие представления, которые ближе всего соответствуют истине.

Хотя изложению методов получения и измерения вакуума, а также специальных технических проблем области сверхвысокого вакуума предшествует глава, посвященная общим вопросам физики высокого вакуума, тем не менее данная книга ни в коей мере не может

подменить общепризнанные учебники по общей вакуумной физике. Эта вводная глава рассчитана на читателей, уже знакомых с основами физики высокого вакуума, и дает им возможность повторить изученный ранее материал. Тем читателям, для которых эта область является новой, она должна помочь определить, в каком направлении следует углубить их знания.

Автор пользуется случаем поблагодарить прежде всего своих непосредственных сотрудников — доктора Хенgefоса и доктора Хубера, вместе с которыми он за время многолетней работы получил большое число результатов, изложенных в данной книге. Далее он выражает благодарность профессору доктору Аувертеру и доктору Винклеру из акционерного общества высоковакуумной техники и тонких пленок «Бальцерс» за содействие при работе над этой книгой.

Э. Тренделенбург

Бальцерс,  
Январь 1963 г.

## Глава 1

### ВВЕДЕНИЕ

#### § 1. Понятие сверхвысокого вакуума

Как известно, сверхвысоким вакуумом принято считать область давлений ниже  $10^{-8}$  тор. В тех случаях, когда человек с помощью своих органов чувств не может установить границы между двумя смежными областями физического явления (например, фиолетовое — ультрафиолетовое излучение или звук — ультразвук), эти границы всегда устанавливаются несколько произвольно. В особенности это относится к столь мало исследованной области, как вакуумная физика. Кроме того, следует сделать еще одну оговорку. Вакуумная система может обладать всеми техническими особенностями сверхвысоковакуумной системы, хотя общее давление остаточного газа в ней будет значительно превышать  $10^{-8}$  тор. Представим себе, например, случай, когда для некоторого эксперимента необходимо поддерживать крайне низким парциальное давление водяных паров, в то время как все другие газы не являются помехой. Естественно, пары воды могут быть удалены из системы только путем прогрева аппаратуры, т. е. в данном случае аппаратура подвергается типичной сверхвысоковакуумной обработке. И напротив, опыты, в которых необходимо иметь очень низкое парциальное давление только одного кислорода, можно проводить в обычной высоковакуумной системе, поскольку парциальное давление кислорода можно сделать весьма незначительным и без прогрева аппаратуры. Аппаратура, используемая в первом примере, соответствует тематике этой книги, а аппаратура, примененная во втором случае, — нет.

Определим область сверхвысокого вакуума: во всех случаях, когда для достижения определенного значения общего или парциального давления при данной

производительности системы откачки требуется прогревать аппаратуру, речь идет о сверхвысоком вакууме<sup>1)</sup>. Как будет показано ниже, величина  $10^{-8}$  тор (имеется в виду общее давление) является некоторой средней границей между областями высокого и сверхвысокого вакуума, причем в отдельных случаях она может быть на порядок меньше или больше. Так, например, в случае вакуумных насосов сочень большой быстротой действия (криогенные насосы) это давление уменьшается, а в случае насосов, имеющих малую удельную быстроту откачки (ионные насосы) или при наличии больших внутренних поверхностей, выделяющих газы, эта граница сдвигается в область больших давлений. Кроме того, из практики физического эксперимента вытекает еще одно основание для того, чтобы считать давление  $10^{-8}$  тор верхней границей высокого вакуума. При давлении  $10^{-6}$  тор поверхность приблизительно за 1 сек покрывается мономолекулярным слоем (в дальнейшем называемым просто монослоем), если все падающие на поверхность молекулы остаточного газа прилипают к ней. При таком давлении практически невозможно проводить исследования на действительно чистой поверхности. Если допустить, что наименьшее время, за которое еще мыслимо провести подобный эксперимент, порядка 1 мин, то для этого необходимо давление в экспериментальном сосуде не хуже  $10^{-8}$  тор. (При давлении  $10^{-10}$  тор экспериментатор располагает уже несколькими часами для проведения необходимых исследований.)

В следующей главе будет приведен ряд примеров, показывающих, каким образом техника сверхвысокого вакуума позволила осуществить большое число экспериментов, которые было бы невозможно провести в условиях обычного вакуума, и как эта техника уже сейчас начинает применяться в технологических процессах.

<sup>1)</sup> Это утверждение автора, на наш взгляд, не совсем точно и слишком категорично. Прогрев аппаратуры используется довольно часто и в области высокого вакуума для ускорения процесса газовой деления из внутренней арматуры и стенок вакуумной системы. Напомним хотя бы об обязательном прогреве ионизационных манометров перед измерением, — Прим. перев.

В гл. 2 довольно кратко изложены общие положения вакуумной физики. Однако при этом они рассматриваются с точки зрения исследователя, который будет использовать технику сверхвысокого вакуума. В гл. 3 обсуждаются специфические особенности области сверхвысокого вакуума. В ней также рассмотрены свойства и приемы обработки конструкционных материалов (обезгаживание, диффузия), имеющих важнейшее значение в технике сверхвысокого вакуума. Гл. 4 посвящена специальной проблеме измерения сверхвысокого вакуума, гл. 5 — описанию средств откачки. В гл. 6 и 7 рассмотрены технологические вопросы. Здесь потребовался особенно критический подход к выбору материала, поскольку в настоящее время уже невозможно перечислить сколько-нибудь значительную часть всех работ в этой области. Поэтому излагаются лишь те технологические методы, которые уже достаточно опробованы.

## § 2. Применение сверхвысоковакуумной техники

По существу, толчком для развития сверхвысоковакуумной техники послужили в первую очередь исследования на чистых поверхностях. Здесь можно упомянуть об исследованиях электронной эмиссии металлов [1] и полупроводников [2], автоэлектронной эмиссии [3], а также поверхностной проводимости и тесно связанных с ней различных фотоэффектов у полупроводников. Свойства тонких полупроводниковых пленок могут также существенно отличаться от свойств компактных материалов. При этом у тонких пленок обнаружена очень высокая подвижность электронов [4]. Интерес к электрическим свойствам тонких пленок постоянно возрастает в связи с попытками изготовить сложные электронные схемы путем напыления в вакууме. Поскольку в таких схемах наряду с пассивными элементами (сопротивлениями, конденсаторами и др.) применяются и полупроводниковые приборы, то из-за необходимости обеспечивать высокую степень чистоты таких активных элементов напыление производят в условиях очень высокого вакуума. Основная идея, которой руководствуются при изготовлении пленочных схем, — уменьшение их

габаритов и веса. Эти факторы имеют важное значение не только для оборудования космических кораблей, но и для сложных вычислительных машин. В последнем случае очень важно то обстоятельство, что уменьшение геометрических размеров снижает время прохождения сигнала и, следовательно, повышает быстродействие машины.

Другой важный элемент вычислительных машин — это так называемый криотрон [5]. Криотроны изготавливаются из сверхпроводящих тонких пленок, которые при воздействии магнитного поля приобретают обычную проводимость. Поэтому их можно использовать в качестве элементов логических и запоминающих схем. Если с помощью криотронов хотят достичь высокого быстродействия, то напыление таких пленок необходимо проводить в особо чистых вакуумных условиях. Ниже это будет продемонстрировано на одном примере. Не менее важной характеристикой пленочных схем является их высокая надежность в работе. Известно, что при использовании печатных электронных схем удается устранять большую часть ошибок, появляющихся при проволочном монтаже схем. В еще большей степени это относится к применению пленочных схем. Совсем недавно был сделан еще один шаг вперед по пути усовершенствования таких схем: несколько таких схем (включая и соединительные проводники) было напылено таким образом, что они образовали сандвич.

Как уже упоминалось, исследования в области электрического разряда внесли значительный вклад в развитие техники сверхвысокого вакуума. Обилие материала не позволяет нам вдаваться в подробности. Стоит, пожалуй, упомянуть лишь классическую работу Круитхофа и Пеннинга [6], которым еще в 1937 г. удалось показать, что напряжение зажигания неоновых разряда существенно изменяется, когда содержание примесей в неоне составляет всего одну миллионную долю. Это означает, что если опыты проводятся при общем давлении  $1 \cdot 10^{-3}$  тор, то для получения воспроизводимых результатов суммарное давление остаточных газов должно быть менее  $1 \cdot 10^{-9}$  тор. Как уже отмечалось в введении, новейшие области физики электрического разряда и фи-

зики плазмы предъявляют не менее строгие требования к снижению давления остаточных газов [7]. Целью исследований в области физики плазмы является осуществление управляемой термоядерной реакции с положительным энергетическим балансом. Энергетический баланс может быть положительным только в том случае, если общие потери и в особенности потери, возникающие при столкновениях ионов термоядерного горючего с ионами остаточных газов, удастся снизить до определенного предела. Здесь следует, однако, подчеркнуть, что устранение примесей еще не означает, что термоядерный синтез всегда будет протекать с положительным энергетическим балансом. Как известно, на пути осуществления этого процесса в настоящее время имеется еще целый ряд трудностей, которые не могут быть предметом нашего обсуждения. Однако можно сказать, что после преодоления этих трудностей следующим необходимым условием успешного осуществления процесса будет обеспечение достаточной чистоты термоядерного горючего. При столкновениях ионов термоядерного горючего с частицами остаточного газа в термоядерном реакторе возникают два различных эффекта, приводящих к ухудшению энергетического баланса разряда. Во-первых, потери могут возникнуть за счет обмена зарядами с молекулами остаточного газа. Согласно оценке, для устранения только этого эффекта содержание остаточного газа должно быть не выше  $10^{-5}\%$ , чтобы полученная энергия превысила величину потерь. Еще большую величину составляют потери на тормозное излучение, которое обусловлено столкновениями ионов термоядерного горючего с частицами остаточного газа. Согласно Спитцеру [8], эти потери увеличиваются пропорционально квадрату атомного номера остаточного газа. Это означает, что допустимое парциальное давление для газа с большим атомным номером должно быть значительно ниже, чем для газа с небольшим атомным номером. Поясним это на численном примере. Если в каком-то эксперименте с дейтериевой плазмой еще допустимо давление водорода  $10^{-8}$  тор ( $Z^2=1$ ), то в случае ртути ( $Z^2=6400$ ) допустимое эквивалентное парциальное давление должно быть менее  $2 \cdot 10^{-12}$  тор. Кроме того,

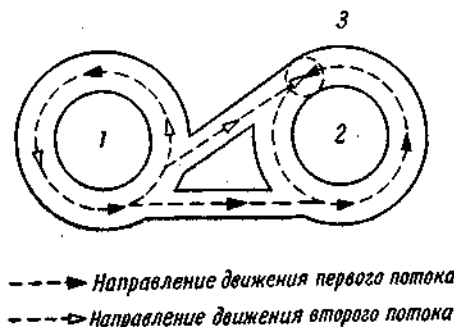
следует заметить, что в плазме ионы, сталкиваясь со стенками реактора, могут выбивать дополнительно некоторое количество примесей<sup>1)</sup>. Вследствие этого содержание газообразных примесей во время разряда непрерывно увеличивается.

Пример с термоядерным синтезом рассмотрен несколько подробнее, поскольку в этой области исследования в настоящее время предъявляются максимально высокие требования в технике сверхвысокого вакуума. В самом деле, здесь необходимо не только чрезвычайно низкое давление остаточного газа, но и применение таких средств откачки, которые способны в промежутках между разрядами быстро удалять из системы большое количество газа. Кроме того, необходимо иметь возможность быстро отключать систему откачки непосредственно перед зажиганием разряда, чтобы свести к минимуму увеличение давления остаточного газа за промежуток времени до начала разряда. Для этого требуются насосы с большой быстротой действия и быстро закрывающиеся вентили с высокой пропускной способностью. Столь же высокие требования предъявляются к чувствительности и скорости регистрации измерительных приборов и в первую очередь приборов для измерения парциальных давлений. Кроме того, имеется немало и технологических трудностей, таких, как изготовление электрически изолированных фланцев, смотровых окон и металлокерамических спаев.

Другую область, в которой в недалеком будущем может использоваться техника сверхвысокого вакуума, представляют ускорители тяжелых элементарных частиц. При столкновении ускоренных частиц с неподвижной мишенью в лабораторной системе координат для эксперимента используется только часть накопленной энергии. Другая часть бесполезно теряется в виде энергии движения центра тяжести частиц. Так, в случае протонного синхротрона, ускоряющего протоны до энергии 25 Гэв, в лабораторной системе координат для ядерных экспериментов удастся использовать только 7 Гэв. В области релятивистских скоростей энергия, полезно исполь-

<sup>1)</sup> Lange W. J., частное сообщение.

зуемая в лабораторных экспериментах, растет только пропорционально квадратному корню из энергии ускоренных частиц. Поэтому для двукратного увеличения максимальной полезной энергии, выделяемой на мишени, было бы необходимо увеличить энергию протонов в четыре раза. И наоборот, для увеличения полезной энергии до 50 Гэв потребовался бы ускоритель с диаметром



Фиг. 1. Протонный синхротрон с накопительным кольцом.

1 — синхротрон; 2 — накопительное кольцо; 3 — зона столкновения.

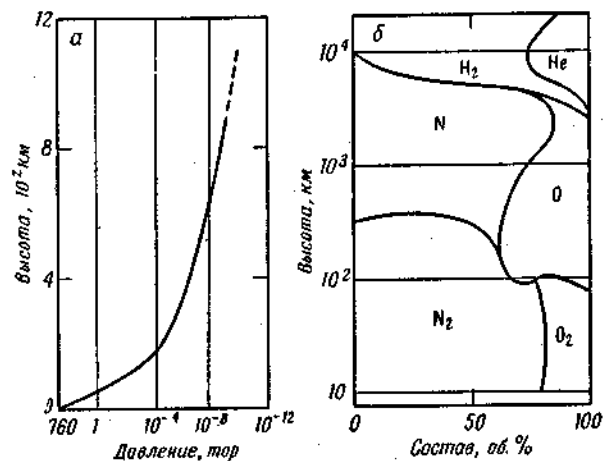
кольцевой камеры около 10 км. Иное положение возникает, когда, например, сталкиваются два пучка протонов с энергией 25 Гэв каждый. Потери на возбуждение колебаний решетки в этом случае отсутствуют, и вся энергия 50 Гэв будет полезно использована для эксперимента. Другими словами, если осуществить столкновение протонных пучков, полученных в двух подобных ускорителях, то в приведенном выше примере полезную энергию 7 Гэв можно было бы увеличить еще в 7 раз.

Керст [9] и О'Нейл [10] высказали идею, позволяющую обойтись без второго ускорителя. Их предложение заключается в следующем: можно ускорить пакет частиц и вывести его из ускорителя во вспомогательное накопительное кольцо; затем можно ускорить второй пакет частиц и после достижения им максимальной энергии осуществить столкновение с первым пакетом (фиг. 1). Принципиальное устройство накопительного кольца сравнительно просто, требуется лишь кольцевая

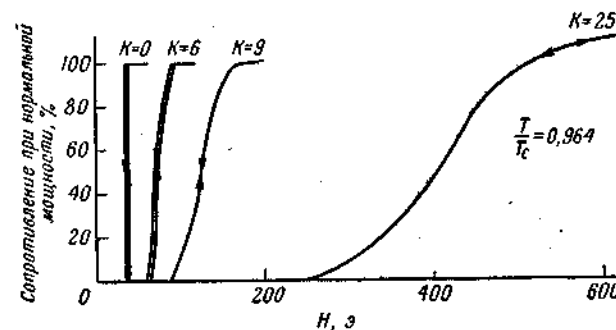
камера с постоянным магнитом. Однако здесь возникают серьезные требования к вакууму в камере. В течение всего времени, пока первый пакет частиц находится в накопительном кольце, а второй пакет ускоряется, необходимо свести к минимуму число столкновений накопленных частиц с молекулами остаточного газа, так как в результате потерь энергии при столкновениях орбиты частиц будут уменьшаться, и в конце концов они будут «выходить из игры» при столкновениях с внутренними стенками накопительного кольца. Согласно оценке рабочей группы Шюха<sup>1)</sup>, в накопительном кольце протонно-синхротрона в ЦЕРН<sup>2)</sup> должен поддерживаться вакуум не хуже  $1 \cdot 10^{-9}$  тор, чтобы по крайней мере сохранялось равновесие между числом столкновений ускоренных частиц друг с другом и с молекулами остаточного газа. Учитывая размеры такого кольца, удовлетворить это требование не совсем просто.

В заключение упомянем еще об одной области применения техники сверхвысокого вакуума — экспериментах по имитации условий космического пространства. Для этой цели в лабораториях используют камеры, в которых летательные космические аппараты испытываются в условиях, максимально близких к условиям в космическом пространстве [11]. На высоте 500 км давление в космосе составляет  $1 \cdot 10^{-8}$  тор, а на высоте 1000 км — около  $10^{-11}$  тор. Кроме того, парциальный состав космической атмосферы отличается от состава атмосферы у поверхности Земли (фиг. 2). Поэтому для того, чтобы такие камеры действительно имитировали условия, максимально близкие к космическим, необходимо создать и соответствующий состав газовой среды, т. е. получить сверхвысокий вакуум вполне определенного парциального состава.

Особенно наглядно можно продемонстрировать влияние остаточного газа на свойства пленок на примере уже упомянутого криотрона. Скорость срабатывания криотрона определяется крутизной кривой  $H-R$  в рабочей точке, поскольку магнитное поле вследствие индуктивности проводников не может изменяться сколь



Фиг. 2. а — распределение давления в земной атмосфере; б — приближенное строение земной атмосферы (Симонс [13]).



Фиг. 3. Изменение сопротивления тонкой пленки олова в зависимости от величины магнитного поля при различных концентрациях примеси кислорода (Казвелл [14]).

Температура составляет 0,964 критической.  $K$  — процентное отношение потока молекул  $O_2$  на поверхности к аналогичному потоку атомов олова.

<sup>1)</sup> Schoch G., частное сообщение.



угодно быстро. Для обеспечения максимально высокого сопротивления в состоянии обычной проводимости и для ограничения глубины проникновения магнитного поля в сверхпроводник криотроны изготавливаются в виде тонких пленок.

На фиг. 3, заимствованной из работы Казвелла [12], совершенно отчетливо видно сильное влияние небольшого количества примеси кислорода на крутизну кривой  $H - R$ . Примеси других газов оказывают значительно меньшее влияние.

Можно привести еще несколько наглядных примеров применения сверхвысокого вакуума, и следует ожидать, что в будущем появятся и другие области применения. Несколько примеров еще будет приведено в последующих разделах книги частично для пояснения определенных методов измерения вакуума, частично при описании вакуумных установок для проведения некоторых экспериментов или технологических процессов.

## Глава 2

### ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ ФИЗИКИ ВЫСОКОГО ВАКУУМА

#### § 1. Общие замечания

Прежде чем перейти к обсуждению сложных явлений, протекающих в области сверхвысокого вакуума, по-видимому, целесообразно кратко повторить основные положения вакуумной физики, которые являются общими как для классической техники высокого вакуума, так и для техники сверхвысокого вакуума. Физические основы низкого вакуума излагаться не будут, поскольку ряд явлений, играющих существенную роль в области низкого вакуума, для экспериментатора, работающего со сверхвысоким вакуумом, имеют лишь второстепенное значение. Читателю, интересующемуся областью низкого вакуума, рекомендуем обратиться к общим руководствам по вакуумной технике и в первую очередь к монографиям Дэшмана [1], Яккеля [2] и Ярвуда [3, 4]. Приведенные ниже вводные замечания, естественно, никоим образом не могут заменить учебника по общей вакуумной технике и лишь преследуют цель оказать определенную помощь тем читателям, которые не специализировались в этой области. В соответствии с задачами данной монографии в ней опущено подробное математическое описание рассматриваемых явлений<sup>1)</sup>.

Вакуумная система в общем случае характеризуется давлением, которое молекулы остаточного газа оказывают на стенки сосуда вследствие теплового движения. Давление  $P$  измеряется в долях атмосферного давления, причем  $1 \text{ атм} = 760 \text{ тор}$ . Более точное определение состоит в следующем:  $760 \text{ тор}$  — это сила, с которой столбик ртути высотой  $760 \text{ мм}$  давит на  $1 \text{ см}^2$  поверхности.

<sup>1)</sup> Читателям, интересующимся подробным математическим описанием, рекомендуем в первую очередь монографии Дэшмана [1] и Яккеля [2].

Разумеется, это определение не очень изящно. Однако оно сохранилось в литературе, поскольку все вакуумные измерения в конечном счете сопоставляются с показаниями ртутного манометра. Впрочем, в последнее время часто обсуждается вопрос: не целесообразнее было бы характеризовать условия в области высокого вакуума не давлением, а концентрацией газа. Подобная характеристика, без сомнения, обладает следующими преимуществами:

1. Концентрация газа в замкнутой системе не зависит от изменения температуры.

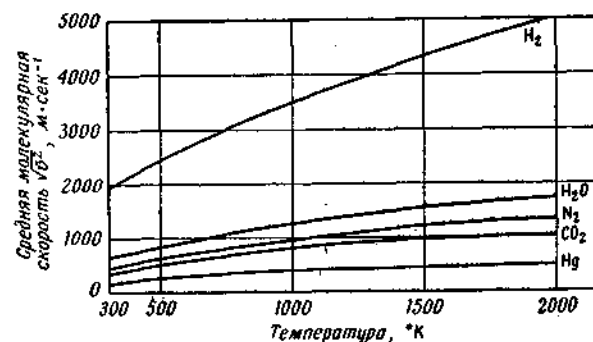
2. Все методы, при которых вакуумные условия определяются косвенно путем измерения ионизации газа, непосредственно определяют концентрацию газа, а не давление. (На практике для измерения высокого вакуума используют почти исключительно ионизационные методы.)

С физической точки зрения, пожалуй, было бы правильнее для более полной характеристики системы ввести еще две величины. Первая величина  $\lambda$  — средняя длина свободного пути молекулы — прямо пропорциональна  $1/P$ . Вторая величина  $t_D$  — время, в течение которого молекулы остаточных газов образуют на поверхности монослой, — зависит не только от  $1/P$ , но и от  $\gamma$  — вероятности прилипания. В свою очередь вероятность прилипания также может быть функцией времени и температуры.

Вопрос о том, какая из упомянутых выше величин является наиболее важной, зависит от условий эксперимента. Во всех случаях, когда речь идет о процессах переноса в вакууме (как, например, электрический разряд), важно знать длину свободного пути. Напротив, при исследовании поверхностных процессов наиболее важной величиной будет время образования монослоя. В первом случае интересующую нас величину  $\lambda$  можно оценить по соотношению  $\lambda \approx 1/P$  путем непосредственного измерения давления. Во втором случае определить величину  $t_D$  чрезвычайно сложно, поскольку, как уже отмечалось, время образования монослоя зависит от множества иногда чрезвычайно трудно определимых параметров.

## § 2. Молекулярное течение

Молекулярным течением называется такое течение газа, при котором средние расстояния между молекулами настолько велики, что соударениями между самими молекулами можно пренебречь по сравнению со столкновениями молекул со стенками сосуда. Противоположный случай, когда преобладают межмолекулярные соударения, называется вязкостным течением. Промежуточная область, в которой существенную роль играют



Фиг. 4. Средние скорости молекул для различных газов в зависимости от температуры (Пуш [17]).

оба типа столкновений, известна под названием кнудсеновского течения. Кнудсену [5] принадлежат главные заслуги в изучении этого режима течения. Все дальнейшие рассуждения будут относиться исключительно к области молекулярного течения, поскольку в этой области давлений, являющейся предметом нашего обсуждения, другие режимы течения не встречаются.

Перейдем теперь непосредственно к анализу основных уравнений физики высокого вакуума, приняв при этом, что равновесное состояние идеального газа с вполне удовлетворительной точностью можно описать в виде

$$P_1 V_1 = P_2 V_2. \quad (1)$$

## 1. ОСНОВНЫЕ УРАВНЕНИЯ

Количество молекул  $n$ , перемещающихся в потоке за единицу времени  $dt$ , называется потоком газа  $Q = dn/dt$ . Если  $N = dn/dV$  — число молекул в единице объема, а  $\bar{v}$  — их средняя тепловая скорость, то поток газа, падающий на единицу поверхности, выражается как

$$v = \frac{1}{4} N \bar{v}. \quad (2)$$

Среднюю тепловую скорость частиц газа  $\bar{v}$  можно вычислить по известной формуле Больцмана

$$\bar{v} = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}}, \quad (3)$$

где  $k$  — постоянная Больцмана ( $k = 1,38 \cdot 10^{-16}$  дин · см · град<sup>-1</sup>),  $T$  — абсолютная температура,  $m$  — масса молекулы. Отсюда следует

$$v = N \sqrt{\frac{kT}{2\pi m}}. \quad (4)$$

Из уравнений (3) и (4) следует, что величины  $\bar{v}$  и  $v$  увеличиваются пропорционально корню квадратному из температуры  $\sqrt{T}$  и уменьшаются пропорционально корню квадратному из обратной массы молекулы  $1/\sqrt{m}$ .

Если предположить, согласно выражению (2), что каждая ударяющаяся о стенку молекула отражается от стенок сосуда со своей первоначальной скоростью, то она передаст стенке двойной импульс. После преобразования выражение для давления примет следующий вид:

$$P = \frac{1}{3} m v \bar{v}^2 \quad (5)$$

или в соответствии с уравнением (3)

$$P = \frac{8}{3} \frac{v}{\pi} kT. \quad (6)$$

При рассмотрении уравнения (6) нетрудно заметить, что количество молекул  $v$ , ударяющихся о единицу поверх-

ности за единицу времени, можно представить в виде функции давления

$$v = \text{const} \frac{P}{\sqrt{mT}} \quad (7)$$

или после подстановки численных значений

$$v = 3,51 \cdot 10^{22} \cdot \frac{P}{\sqrt{MT}} \text{ см}^{-2} \cdot \text{сек}^{-1}, \quad (8)$$

где  $P$  — давление (тор),  $M$  — молекулярный вес,  $T$  — температура (°К). Интересно теперь определить время, за которое при давлении  $P$  образуется монослой, если все молекулы, ударяющиеся о поверхность, «прилипают» к ней (вероятность прилипания  $\gamma = 1$ ). Однако по ряду причин, которые требуется обсудить, число частиц в монослое нельзя определить очень точно. Поэтому здесь можно привести только приближенное значение  $3 \cdot 10^{14}$  частиц на  $1 \text{ см}^2$  и подставить его в уравнение (8), приняв молекулярный вес газа равным  $M = 29$  (молекулярный вес воздуха), а температуру — равной комнатной ( $T = 300^\circ \text{ К}$ ). После вычисления получим формулу, где интенсивность падающего потока молекул выражена через число монослоев

$$v \approx 10^8 \cdot P \text{ (монослой за 1 сек)}, \quad (9)$$

здесь  $P$  — давление (тор).

В заключение можно привести формулу для определения средней длины свободного пробега молекулы, т. е. среднего пути, проходимого одной молекулой до столкновения с другой, хотя этот параметр и не играет никакой роли в области сверхвысокого вакуума:

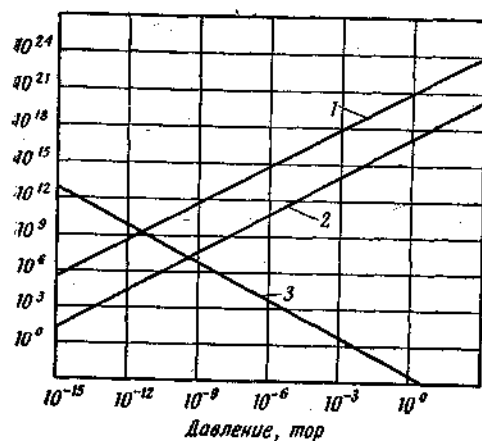
$$\lambda = \frac{\eta C}{P} \sqrt{\frac{T}{m}}, \quad (10)$$

где  $\eta$  — вязкость газа, определяемая по формуле

$$\eta = \frac{(5/16 \delta^2) \sqrt{k m T / \pi}}{1 + C T}, \quad (11)$$

$\delta$  — диаметр молекулы,  $C$  — сила взаимного притяжения между молекулами.

На фиг. 5 приведены значения  $\lambda$ , рассчитанные по формуле (10) для воздуха при комнатной температуре



Фиг. 5. Частота ударов молекул об  $1 \text{ см}^2$  поверхности (1), концентрация молекул в  $1 \text{ см}^3$  (2) и средняя длина свободного пути в см (3) в зависимости от давления воздуха при  $293^\circ \text{K}$ .

а также концентрации частиц  $N$  и интенсивности падающего потока  $\chi$  в зависимости от давления.

## 2. ПРОПУСКНАЯ СПОСОБНОСТЬ И БЫСТРОТА ОТКАЧКИ

Пропускная способность определяется следующей формулой:

$$L = \frac{Q}{P_V - P_H} = \frac{Q}{\Delta P}, \quad (12)$$

где  $Q = PdV/dt$  — количество газа, протекающего через трубопровод в единицу времени, или так называемый газовый поток,  $P_V$  — давление на входе трубопровода,  $P_H$  — давление на конце трубопровода, через который происходит откачка газа. Поскольку  $L$  имеет размерность  $\text{л} \cdot \text{сек}^{-1}$ , то величина  $Q$  соответственно должна выражаться в  $\text{л} \cdot \text{тор} \cdot \text{сек}^{-1}$ . Аналогично законам электрической цепи пропускные способности параллельно

соединенных элементов вакуумной системы складываются:

$$L = L_1 + L_2 + \dots + L_N. \quad (13)$$

При последовательном соединении элементов складываются обратные величины пропускных способностей:

$$\frac{1}{L} = \frac{L_1 L_2}{L_1 + L_2}. \quad (14)$$

При этом величина  $Q$  аналогична электрическому току,  $\Delta P = (P_V - P_H)$  — напряжению, а  $L$  — проводимости  $1/R$ .

Точно так же быстроту действия насоса можно определить как  $S = Q/P_H$ , где  $Q$  — поток откачиваемого газа, а  $P_H$  — впускное давление. Здесь опять очевидна аналогия с электротехникой, т. е. сопротивление  $R$  является основным параметром, характеризующим как генератор, так и нагрузку. Поэтому, как и при расчетах электрических цепей, зная только быстроту действия  $S$  и пропускную способность  $L$ , можно определить динамические характеристики вакуумной системы.

Пропускная способность трубопровода длиной  $l$  и диаметром  $d$  в зависимости от давления  $P$  газа, молекулярный вес которого  $M$  и температура  $T$ , рассчитывается по известной формуле Кнудсена.

В соответствии с темой данной монографии мы будем рассматривать только молекулярное течение. В этом случае, как показал Кнудсен, в противоположность вязкостному течению пропускная способность не зависит от давления. В дальнейшем ограничимся анализом формул для пропускной способности для двух предельных случаев:

- 1) очень длинного цилиндрического трубопровода и
- 2) диафрагмы.

В первом случае ( $l \gg r$ ) формула для пропускной способности примет следующий вид:

$$L = \frac{2}{3} \frac{\pi r^3}{l} \bar{v} \quad (15)$$

или после подстановки численных величин

$$L = 30,5 \frac{r^3}{l} \sqrt{\frac{T}{M}} \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}, \quad (16)$$

где  $r$  — радиус трубопровода, см,  $l$  — длина трубопровода, см. Из этой формулы для воздуха при комнатной температуре Ярвуд [3,4] вывел приближенное выражение удобное для практического использования,

$$L \approx 100 \frac{r^3}{l} \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}. \quad (17)$$

Во втором случае ( $l < 0,1r$ ) каждая молекула, попадая в отверстие, беспрепятственно пролетает через него. Уравнение (8) по существу уже описывает этот случай. Для получения величины пропускной способности остается только подставить численные значения  $A$  и  $v$  в выражение  $L = A \cdot v$  ( $A$  — площадь отверстия диафрагмы). В системе единиц, принятой в вакуумной технике, для воздуха при комнатной температуре

$$L = 11,7 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}. \quad (18)$$

### 3. ДАВЛЕНИЕ, БЫСТРОТА ОТКАЧКИ И НАТЕКАНИЕ ГАЗА

Предельное давление, которое может быть достигнуто в системе, легко определить теоретически. Предельное давление достигается тогда, когда суммарный поток газа  $Q$ , втекающего в вакуумную систему, находится при давлении  $P$  в равновесии с удаляемым из системы за единицу времени объемом газа  $S'$ . В этом случае можно написать

$$P = \frac{Q}{S'}, \quad (19)$$

где  $S'$  — эффективная быстрота откачки насоса, сниженная за счет ограниченной пропускной способности соединительного трубопровода

$$S' = \frac{SL}{S+L}.$$

Поток газа измеряется в  $\text{л} \cdot \text{тор} \cdot \text{сек}^{-1}$ , а быстрота откачки  $S$  и пропускная способность  $L$  — в  $\text{л} \cdot \text{сек}^{-1}$ .

Формула (19) еще ничего не говорит о природе потока газа. В практических системах величина  $Q$  складывается из целого ряда компонент  $Q_1$ ,  $Q_2$ ,  $Q_3$  и т. д., распределение между которыми зависит к тому же от тем-

пературы и времени откачки. Так, например, поток через неплотности  $Q_L$  не зависит от времени, но является функцией температуры. Напротив, диффузионный поток  $Q_D$  в начальный период зависит и от времени, и от температуры, а в дальнейшем только от температуры. Поток газов, выделяющихся со стенок, всегда будет зависеть как от температуры, так и от времени. Следует добавить, что почти во всех случаях в связи с обратной диффузией газов и давлением паров рабочей жидкости насос вносит в общее давление определенный вклад  $P_B$ , определяющий предельное давление насоса.

Простая формула (19) принимает в практических случаях значительно более сложную форму:

$$P = P_B f(t, T) + \frac{Q_1}{S_1} f_1(t, T) + \frac{Q_2}{S_2} f_2(t, T) + \dots \quad (20)$$

Поскольку невозможно определить точный вид функции  $f(t, T)$ , нельзя теоретически путем экстраполяции найти давление в вакуумной системе в момент  $t_2$ , если известно его значение в момент  $t_1$ . Краус [6] для случая постоянной температуры разработал полуэмпирический метод, позволяющий путем анализа кривых давление — время делать определенные предсказания. Однако из-за условия постоянства температуры этот метод пригоден лишь для анализа непрогреваемых вакуумных систем и поэтому не будет рассматриваться. После такого краткого ознакомления с основными уравнениями вакуумной физики приступим к изложению основных принципов получения высокого вакуума и способов измерения основных характеристик высоковакуумных систем.

## § 3. Получение вакуума

### 1. ОБЩИЕ ЗАМЕЧАНИЯ

Не существует никакого принципиального различия между насосами для получения высокого и сверхвысокого вакуума. Поэтому, прежде чем рассматривать особенности применения высоковакуумных насосов в области сверхвысокого вакуума, целесообразно ознакомиться с основными характеристиками высоковакуумных насосов.

Поскольку в области молекулярного течения не происходит никаких взаимных столкновений молекул друг с другом, газ уже нельзя откачивать, перемещая его в виде непрерывной струи: необходимо перемещать каждую молекулу в отдельности. Это можно осуществить различными способами. В случае механических высоковакуумных насосов молекулы газа, сталкиваясь с движущейся поверхностью, получают от нее импульс в направлении ее движения. Таким образом молекулы перемещаются в область более высокого давления. В пароструйных насосах молекулы получают импульсы в направлении преимущественного движения в результате столкновения с молекулами струи пара, быстро движущимися в этом преимущественном направлении. Наконец, молекулы можно удалить из вакуумной системы путем связывания их в какой-либо форме на поверхности (конденсация, адсорбция, абсорбция). Таким образом, различают следующие типы насосов: механические, пароструйные и насосы с поверхностным связыванием. Отличительной чертой всех высоковакуумных насосов является то, что они не могут работать против атмосферного давления, т. е. нуждаются в предварительном разрежении. Величина последнего зависит от метода откачки и типа насоса и обычно находится в пределах от  $1$  до  $10^{-3}$  тор. Такой предварительный вакуум создается и поддерживается в большинстве случаев одно- или многоступенными насосами. Не останавливаясь на этом более подробно, пока только подчеркнем, что при выборе форвакуумного насоса следует руководствоваться двумя критериями:

1. Насос должен быть расположен таким образом, чтобы в нужный момент обеспечить необходимое для работы высоковакуумного насоса начальное разрежение.

2. Одновременно насос должен обеспечивать удаление всего выходящего из высоковакуумного насоса газового потока. Хотя, вообще говоря, в случае сверхвысоковакуумных систем этот поток очень мал, в ходе обезгаживания аппаратуры в отдельные моменты он может сильно возрастать. Поэтому в некоторых случаях, по видимому, целесообразно иметь на установке два на-

соса. При этом насос с большей быстротой действия будет использоваться во время предварительной откачки и обезгаживания системы, а для поддержания необходимого давления во время самого процесса получения сверхвысокого вакуума достаточно предварительного насоса с меньшей быстротой действия.

Общей характеристикой насоса является экспериментально определенная зависимость быстроты откачки от давления. Рассмотрим теперь более подробно понятия предельного вакуума и быстроты действия насоса.

**Предельный вакуум.** Предельный вакуум насоса в каждом отдельном случае определяется рядом физико-химических процессов. Например, предельно достижимый вакуум конденсационного насоса определяется равновесным давлением газа при рабочей температуре насоса. В то же время предельный вакуум пароструйного насоса без ловушки для улавливания паров рабочей жидкости часто определяется только давлением паров рабочей жидкости. В других случаях величина  $P_v$  может зависеть от большого числа факторов. Так, например:

1. Высоковакуумный насос вообще перестанет откачивать, если давление на выпускном патрубке  $P_v$  (предварительное разрежение) превысит некоторую определенную величину. Эта критическая величина называется наибольшим выпускным давлением.

2. Зависимость от предварительного разрежения  $P_v$  может встретиться в тех случаях, когда насос (например, двухроторный насос Рутса) может работать при коэффициентах сжатия не выше определенного максимального  $K = P_v/P_n$ . Однако и работа диффузионных насосов ограничена не только величиной  $P_v$ , но и отношением  $P_v/P_n$ . Это ограничение обусловлено противодиффузией газов со стороны насоса предварительного разрежения.

3. Предельный вакуум может лимитироваться также предысторией насоса или влиянием насыщения. Последнее проявляется преимущественно у поверхностных насосов и будет подробно рассмотрено при обсуждении насосов этого типа.

**Быстрота откачки (быстрота действия).** Быстротой откачки насоса называется объем газа, удаляемый насосом за единицу времени. Ее максимальное теоретическое значение достигается в том случае, когда любая молекула, попадающая во впускное отверстие насоса, откачивается им (например, в соответствии с уравнением (18) при  $20^\circ\text{C}$   $S_{\text{макс}} = 11,7 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$ ). Отношение  $S/S_{\text{макс}}$ , т. е. отношение эффективной быстроты откачки к теоретически максимально возможной быстроте откачки, называется коэффициентом  $\chi_0$  [7]. Быстрота откачки постоянна лишь в определенной области давлений. За пределами этой области она монотонно спадает как в сторону более низких, так и в сторону более высоких давлений. Это может быть обусловлено следующими причинами:

1. Как уже упоминалось, для некоторых типов насосов допустим только определенный перепад давлений  $\Delta P$ . Поэтому при приближении к  $\Delta P_{\text{макс}}$  быстрота откачки должна падать. Поскольку давление на входе в насос предварительного разрежения  $P_v$  велико по сравнению с давлением на высоковакуумной стороне  $P_H$ , можно в качестве верхней границы  $\Delta P$  указывать также непосредственно наибольшее выпускное давление  $P_{v_{\text{макс}}}$ .

2. При достижении предельного вакуума быстрота откачки должна упасть до нуля. Хотя этот факт кажется вполне очевидным, тем не менее он справедлив только с определенным ограничением. Если, как следует из уравнения  $P = Q/S + P_v$ , давление ограничено не потоком газа  $Q$ , а величиной  $P_v$ , то при достижении предельного давления быстрота откачки будет равна нулю только для газа (или пара), определяющего  $P_v$ . Напротив, для всех других газов она останется прежней. Это справедливо, например, для пароструйных насосов, которые при достижении давления насыщенного пара рабочей жидкости не могут больше откачивать пары этой жидкости, но продолжают по-прежнему откачивать другие газы.

3. При более низких давлениях быстрота откачки может компенсироваться противодиффузией газов или аналогичными процессами (например, стенки самого

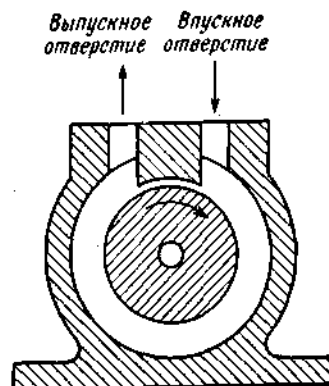
насоса могут выделять поток газа  $Q_p$  дополнительно к откачиваемому потоку).

На этом мы закончим чисто качественное рассмотрение общих вопросов откачки, а некоторые конкретные проблемы обсудим более детально при описании отдельных типов насосов.

## 2. МОЛЕКУЛЯРНЫЕ НАСОСЫ

Молекулярный насос впервые был описан Геде [8].

С помощью такого насоса удалось уже в 1913 г. получить давление порядка  $10^{-7}$  тор. Для создания молекулярного насоса высокой производительности необходимо обеспечить большую скорость вращения. Решение этой задачи связано с серьезными техническими трудностями. Поэтому не удивительно, что молекулярный насос в течение длительного времени имел академический интерес и лишь в последние годы после усовершенствований, проведенных Беккером [9], вновь стал рассматриваться как один из перспективных насосов. Принцип работы молекулярного насоса показан на фиг. 6. Молекулы, поступающие через впускной патрубок, ударяются о поверхность цилиндра, вращающегося в направлении стрелки. В результате столкновения на тепловые скорости молекул накладываются импульсы в направлении вращения цилиндра. В зазоре между ротором и статором молекулы увлекаются цилиндром, и, поскольку быстрота откачки превышает скорость противодиффузии через зазор, создается перепад давлений. Расчет такого насоса приводит к следующему выражению (рассмотрение проведено здесь только для чисто молекулярного течения):



Фиг. 6. Разрез молекулярного насоса (Геде [8]).

$$\frac{P_H}{P_v} = 1 - KU \sqrt{\frac{2M}{\pi RT}}, \quad (21)$$

где  $U$  — окружная скорость поверхности цилиндра,  $P_v$  — выпускное давление со стороны низкого вакуума,  $P_H$  — впускное давление на высоковакуумной стороне. Коэффициент  $K$  объединяет совокупность конструктивных параметров насоса (сечение и длину зазора, радиус цилиндра). Поскольку эти параметры являются постоянными только для насосов какой-либо одной конструкции, их подробное обсуждение нецелесообразно. Легко видеть, что достижимая степень сжатия  $P_v/P_H$  должна расти по мере увеличения  $U$  и  $\sqrt{M}$ . Формула для быстроты действия молекулярного насоса имеет следующий вид:

$$S = F - \left(1 - \frac{P_H}{P_v}\right) K' \sqrt{\frac{\pi RT}{2M}}. \quad (22)$$

Как и в формуле (21),  $F$  и  $K'$  — конструктивные параметры насоса. Как следует из формул (21) и (22), быстрота действия также будет возрастать по мере увеличения скорости вращения. Однако это увеличение не линейно. Быстрота откачки будет также возрастать по мере уменьшения отношения  $P_H/P_v$  и увеличения молекулярного веса откачиваемого газа. Наглядно это можно пояснить следующим образом: противодиффузия более тяжелого газа должна протекать с меньшей скоростью, чем для более легкого газа, поскольку распределение тепловых скоростей сдвинуто для него в сторону медленных скоростей (см. фиг. 4).

Поскольку нельзя беспредельно ни увеличивать скорость вращения ротора молекулярного насоса, ни сужать зазор, существует верхний предел достижимой степени сжатия. Поэтому некоторые насосные агрегаты такого типа состоят из нескольких рабочих камер, последовательно соединенных в одном корпусе.

Резюмируя, можно сказать следующее: молекулярные насосы имеют ряд важных преимуществ. Для их работы не требуется рабочей жидкости, т. е. сами они, по существу, не лимитируют предельный вакуум<sup>1)</sup>. Однако на

<sup>1)</sup> Насосы, не имеющие рабочей жидкости, могут лимитировать предельный вакуум за счет газовой выделений из арматуры и стенок самого насоса. — Прим. перев.

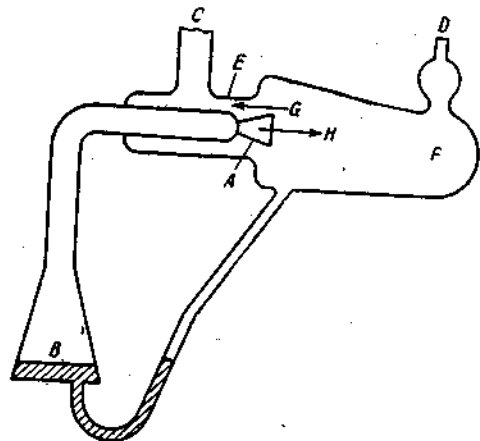
обходимо следить за тем, чтобы в высоковакуумный объем не попала смазка из подшипников. Смазка, например, может попасть туда в результате миграции по стенкам. Насос не выходит из строя при прорыве атмосферы. Он просто перестает откачивать после превышения определенной границы давления, которая лежит в области перехода от молекулярного течения к вязкостному. Кроме того, при наличии подшипников с малым трением в случае отключения сети насос может откачивать еще в течение длительного времени после отсоединения от него приводного мотора автоматической муфтой сцепления. С другой стороны, этот насос, разумеется, имеет и ряд недостатков. Поскольку скорость вращения ротора высока, насос необходимо защищать от механических повреждений, которые могут быть вызваны попаданием в него твердых частиц. Ремонт насоса можно производить только в специализированных мастерских. Другим недостатком, проявляющимся при откачке насосом сверхвысоковакуумных систем, является его сравнительно небольшая быстрота откачки легких газов. В этих системах, как будет позже показано, значительная часть остаточного газа состоит из водорода. Более подробно о применении молекулярного насоса в области сверхвысокого вакуума будет сказано в гл. 5, § 4.

### 3. ДИФФУЗИОННЫЕ НАСОСЫ

Работа диффузионного насоса основана фактически на том же принципе передачи импульса, что и действие молекулярного насоса. Разница состоит в том, что в случае диффузионного насоса молекулы откачиваемого газа приобретают импульсы в преимущественном направлении не в результате столкновений с вращающимся цилиндром, а при соударениях с молекулами струи пара рабочей жидкости, текущей со сверхзвуковой скоростью. Принцип работы диффузионного насоса также был впервые описан Геде [10]. Принципиальная схема диффузионного насоса Матрикона, заимствованная из работы [11], представлена на фиг. 7. Из сопла Лавала  $A$  истекает струя пара рабочей жидкости, полученная путем нагрева кипятильника  $B$ . Расширяясь в сопле, струя



приобретает сверхзвуковую скорость. Молекулы газа через диффузионную щель  $G$  диффундируют в струю пара и при столкновении с молекулами пара приобретают дополнительные импульсы в направлении движения струи. Затем пары рабочей жидкости конденсируются на охлаждаемой поверхности конденсатора и уже в виде жидкости стекают обратно в кипятильник. Эта простая



Фиг. 7. Схема одноступенчатого диффузионного насоса.

А — сопло; В — кипятильник; С — впускное (высоковакуумное) отверстие; D — выпускной патрубок; E — область высокого вакуума; F — конденсатор; G — диффузионная щель; H — струя пара.

модель позволяет понять физические процессы, протекающие в таком насосе.

1. Прежде всего предельный вакуум почти целиком определяется температурой поверхности конденсатора, поскольку между насосом и откачиваемым сосудом нет никаких специальных средств для улавливания паров рабочей жидкости (охлаждаемые ловушки, отражатели).

2. Насос работает описанным выше образом только в том случае, если течение откачиваемого газа в диффузионной щели (между стенкой и соплом) можно еще рассматривать как молекулярное, так как при вязкостном течении свободное расширение струи пара рабочей

жидкости оказывается затрудненным. Как уже упоминалось выше, эта верхняя граница называется предельным выпускным давлением<sup>1)</sup>.

В связи с этим для каждого насоса указывается определенная верхняя граница давления в выпускном патрубке, выше которой нормальная работа насоса становится невозможной. Быстрота откачки достигает максимального значения, когда отношение количества газа, проникающего обратно вследствие противодиффузии к откачиваемому потоку, становится минимальным. Это происходит в тех случаях, когда плотность и скорость струи пара рабочей жидкости удастся сделать максимально высокими. Теперь необходимо вывести соотношения, определяющие различные параметры диффузионного насоса, и обсудить результаты анализа этих уравнений.

**Быстрота действия.** Уже упоминавшийся коэффициент  $X_0$ , т. е. отношение эффективной быстроты откачки к максимально возможной, в принципе будет возрастать по мере увеличения плотности струи пара рабочей жидкости, так как в этом случае увеличивается вероятность столкновений молекул, продиффундировавших в струю, с молекулами пара. Кроме того, коэффициент  $X_0$  должен быть тем больше, чем больше скорости молекул паров рабочей жидкости по сравнению со средней скоростью молекул откачиваемого газа. Технически удается получать струю пара рабочей жидкости со скоростью порядка  $\bar{w} = 20 \cdot 10^3 \text{ см} \cdot \text{сек}^{-1}$ . В то же время средняя скорость молекул воздуха при комнатной температуре  $\bar{v}_L = 46 \cdot 10^3 \text{ см} \cdot \text{сек}^{-1}$ , а для водорода  $\bar{v}_H = 175 \cdot 10^3 \text{ см} \cdot \text{сек}^{-1}$  (см. фиг. 4). Средняя скорость молекул вакуумного масла, имеющих большие молекулярные веса, меньше средней скорости молекул газа, несмотря на высокую температуру. Это отношение скоростей

<sup>1)</sup> Правда, в этом случае насос не перестает совсем работать. При известных условиях он переходит в режим работы парожетторного насоса, основанного на другом физическом принципе. Так как рабочая область парожетторного насоса лежит при относительно высоких давлениях, работу насоса в этой области мы рассматривать не будем.

будет тем меньше, чем легче молекулы откачиваемого газа. Отсюда следует, что, во-первых, откачивается только часть молекул, попадающих в диффузионный зазор, и, во-вторых, эта доля тем меньше, чем легче молекулы газа. Но поскольку общее количество молекул газа, попадающих в зазор, пропорционально  $1/\sqrt{M}$ , фактическая быстрота действия диффузионного насоса для легкого газа даже несколько выше. Однако это соотношение проявляется в меньшей степени, чем в том случае, если бы оно определялось лишь числом молекул, попадающих на единицу поверхности за единицу времени. Теоретический расчет этих зависимостей приводит к следующему выражению для максимально возможной удельной быстроты откачки:

$$\bar{S} = \frac{\bar{v}}{4} \frac{1}{1 + \frac{1}{4} \frac{\bar{v}}{\bar{w}}}. \quad (23)$$

Здесь  $\bar{v}$  — средняя скорость молекул откачиваемого газа, а  $\bar{w}$  — скорость молекул рабочей жидкости. В формуле (23) член  $\bar{v}/4$  определяет количество втекающего газа, а член  $\bar{v}/\bar{w}$  показывает, насколько тяжелый газ откачивается быстрее легкого. Однако влияние второго члена слабее чем первого, так что результирующее значение быстроты откачки, отнесенное к сечению диффузионного зазора, для более легкого газа будет все же несколько выше. Для практического использования формулу (23) лучше записать в следующем виде:

$$S = H L_p, \quad (24)$$

где  $H$  — коэффициент Хо, показывающий, насколько данный насос откачивает медленнее идеального,  $L_p$  — пропускная способность впускного отверстия насоса.

**Предельный вакуум.** В паспортных характеристиках насосов часто приводятся точные значения предельного вакуума. Однако эти величины, по существу, лишены физического смысла. Если проанализировать основное уравнение вакуумной системы  $P = Q/S + P_v$ , то на первый взгляд кажется, что разумно обозначить  $P_v$  как пре-

дельный вакуум насоса. Тем не менее этого нельзя сделать по двум причинам:

1. В каждом насосе выделяется собственный поток газа  $Q_R$ . Этот поток, с одной стороны, определяется конструкцией насоса, например газовыделением конструктивных материалов насоса. С другой стороны, он определяется физической природой процессов, протекающих в насосе (например, противодиффузией газа сквозь струю пара).

2. Кроме того, уже подчеркивалось ранее, что часто гораздо важнее знать количественный состав остаточной атмосферы, а не только общее давление в вакуумной системе. Это уже иллюстрировалось на простом техническом примере. Не менее нагляден и другой пример: мощные выпрямители тока (игнитроны) обычно заполняют ртутью. Поэтому для откачки игнитронов используют парортутные насосы. В этом случае пары рабочей жидкости (ртути) не являются помехой. Поэтому в ходе откачки игнитронов совершенно бессмысленно измерять давление паров ртути, гораздо важнее следить за откачкой газов, вредных для работы игнитронов, таких, например, как пары воды. Однако в случае необходимости можно относительно легко подбирать давление паров рабочей жидкости, применяя соответствующую рабочую жидкость. Поэтому примем для дальнейшего обсуждения, что в любом случае путем подходящего выбора сочетания рабочей жидкости и соответствующей ловушки можно настолько понизить давление паров рабочей жидкости, что им можно будет пренебречь по сравнению со всеми другими параметрами, влияющими на предельный вакуум насоса.

Выясним теперь источники газовой выделения в самом насосе. Суммарный поток газовой выделения  $Q_R$  можно представить в виде

$$Q_R = Q_1 + Q_2 + \dots,$$

куда входят следующие компоненты:

1. Поток газовой выделения за счет крекинга диффузионного масла. Если в насосе используются органические масла, то часто на горячих поверхностях насоса происходит крекинг молекул диффузионного масла. В то время

как вакуумную систему можно защитить от проникновения паров самого масла (например, путем вымораживания паров), продукты крекинга (например, водород) будут беспрепятственно проникать в систему. С помощью ряда технологических мероприятий (выбор подходящего сорта диффузионного масла, например силиконового, умеренный нагрев кипятильника, подавление каталитического действия материала насоса путем соответствующего подбора конструкционных материалов) в последние годы удалось существенно уменьшить этот поток.

2. Поток, обусловленный газовыделением с внутренних стенок и арматуры насоса. В этом случае не удается существенно понизить поток за счет подбора материалов. Как будет показано в дальнейшем, этот тип газоразделения можно радикально понизить только за счет обезгаживания прогретом. Поэтому есть основания полагать, что достигнутый в настоящее время предельный вакуум паромасляных диффузионных насосов всецело определяется этим фактором. Как показал Венема [13], предельный вакуум парортутных диффузионных насосов за охлаждаемой ловушкой можно значительно улучшить путем прогрева насоса. Если в указанной области до сих пор сделано еще мало, то это объясняется прежде всего тем, что до последнего времени основное внимание уделялось устранению других, более существенных источников газоразделения, а кроме того, изготовление прогретого диффузионного насоса связано с серьезными технологическими трудностями. При этом источником натекания, родственным газоразделению с поверхностей, является выделение газов из резиновых кольцевых прокладок, применявшихся до последнего времени для уплотнения. После замены резиновых прокладок металлическими уплотнениями удалось настолько понизить выделяющийся поток газов, что этот тип газоразделения перестал быть главным. Тем не менее в паспортных характеристиках многих насосов приводятся значения предельного вакуума, определяемые почти исключительно газоразделением резиновых прокладок, которые, к сожалению, все еще часто используются при испытаниях насосов. Отсюда следует, что оценка насосов по такого

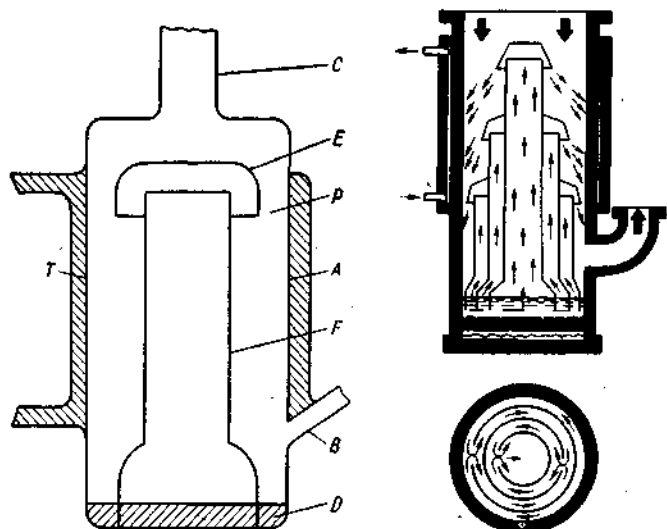
рода паспортным данным в большинстве случаев попросту бессмысленна, так как эти данные мало что говорят об истинных возможностях насоса.

3. Ограничение предельного вакуума противодиффузией. В этом случае обратный диффузионный поток со стороны предварительного разрежения уравнивает прямой поток с высоковакуумной стороны вследствие того, что молекулы имеют возможность также диффундировать сквозь струю и в обратном направлении. Этот процесс теоретически исследован Матриконом [14]; экспериментальному исследованию противодиффузии посвящены работы Дейтона [15] и Хенгелоса и Хубера [16]. Не останавливаясь подробно на этих работах, отметим лишь, что скорость обратной диффузии прежде всего должна быть прямо пропорциональна отношению  $P_V/P_H$ . Кроме того, противодиффузия в значительной мере зависит от молекулярного веса газа. Более легкие газы, имеющие более высокую среднюю тепловую скорость, могут значительно быстрее диффундировать сквозь струю пара, чем тяжелые. Отсюда следует, что допустимое отношение  $P_V/P_H$  будет минимальным в случае легких газов. По этой причине приходится соединять несколько ступеней диффузионного насоса последовательно. У серийных диффузионных насосов, имеющих обычно три ступени, влияние обратной диффузии в рабочей области высокого вакуума не сказывается. Однако, как будет показано в гл. 5, § 2, для достижения предельно высокого разрежения необходимо еще большее число ступеней, чтобы понизить противодиффузию газов (и в первую очередь водорода) до требуемого уровня.

Следует упомянуть еще об одном процессе, протекающем одновременно с противодиффузией, но имеющем совершенно иную физическую природу. Всегда существует возможность того, что некоторые органические примеси растворяются в рабочей жидкости и испаряются вместе с ней. Этот эффект нельзя отнести к истинной противодиффузии; однако экспериментально их трудно различить.

Резюмируя, можно сказать следующее: из всех характеристик диффузионного насоса (наибольшее выпускное давление, быстрота действия, давление паров

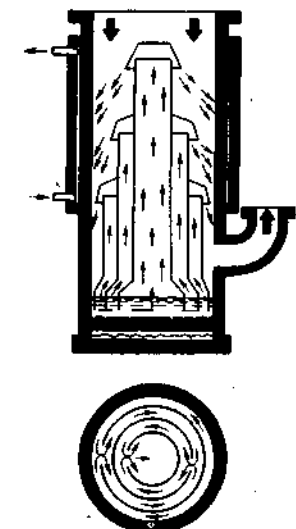
рабочей жидкости, противодиффузия и газовыделение с внутренних поверхностей) лишь наибольшее выпускное давление перестает быть ограничивающим фактором при переходе в область более низких давлений, так как насос в этом случае работает далеко в области молекулярного течения и на нем существует лишь незначительный



Фиг. 8. Принципиальная схема современного диффузионного насоса.

Зонтичное сопло поворачивает струю пара вниз. А — поверхность конденсатора; В — выпускной патрубок; С — впускной патрубок; D — кипятильник; E — зонтичное сопло; F — паропровод; T — охлаждающая вода; P — диффузионный зазор.

перепад давлений. В настоящее время едва ли еще можно увеличить удельную быстроту действия, поскольку она уже близка к теоретически предельному значению. Давление паров рабочей жидкости фактически можно понизить до сколь угодно малого значения путем подходящего выбора ловушек. Однако во избежание преждевременного насыщения ловушки желательно позаботиться о том, чтобы исходное давление пара было

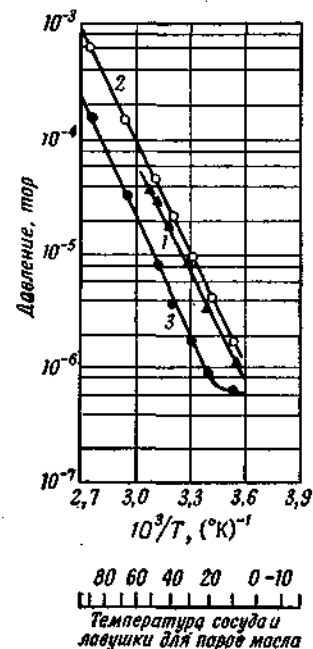


Фиг. 9. Разрез трехступенного фракционирующего паромасляного насоса (стрелками обозначены пути движения пара).

возможно низким. Наибольшие успехи в этой области за последние годы были достигнуты в результате применения силиконового масла, имеющего упругость пара при комнатной температуре около  $10^{-8}$  тор<sup>1)</sup>. Влияние обратной диффузии можно устранить при использовании возможно низкого выпускного давления; при очень высоких требованиях оказывается необходимым последовательное включение нескольких насосов. Хотя проблема снижения газовыделения со стенок теоретически разрешима, однако из-за технических трудностей прогреваемый диффузионный насос до сих пор практически

не реализован. На фиг. 8 приведена принципиальная схема современного диффузионного насоса, а на фиг. 9 — разрез паромасляного диффузионного насоса. Не останавливаясь подробно на конструктивных деталях насосов, отметим только, что самое верхнее сопло имеет наименьший диаметр для того, чтобы диффузионная щель насоса была максимально большой. Напротив, размеры нижних сопел увеличиваются от ступени к ступени, так как в этом случае зазор между краем сопла и стенкой насоса целесообразно сделать настолько малым, чтобы течение газа и при относительно высоких давлениях можно было еще рассматривать как молекулярное. Вследствие увеличения давления на этих соплах удельная быстрота откачки постепенно падает. (Аналогично уравнению  $P_1 V_1 = P_2 V_2$  для количества откачиваемого газа,

<sup>1)</sup> См. также примечание на стр. 157.



Фиг. 10. Давление паров масла во внутренней и внешней камерах двухступенного диффузионного насоса (Хефер [20]).

1 — исходное масло; 2 — проба масла из внешней камеры; 3 — проба масла из внутренней камеры.

разумеется, справедливо также и уравнение  $P_1 S_1 = P_2 S_2$  для быстроты откачки, необходимой для перемещения такого потока газа на разных ступенях давления.) Путем создания соответствующей конструкции маслопровода можно осуществить фракционирование масла, стекающего обратно в кипятильник. При этом в нижнюю ступень попадают фракции масла с максимальным давлением паров, а в верхнюю (ближайшую к стороне высокого вакуума) направляются высококипящие фракции. В эффективности этого принципа нетрудно убедиться, рассмотрев графики, приведенные на фиг. 10.

Ранее уже упоминалось, что при правильном выборе ловушки можно защитить откачиваемый объем от попадания паров рабочей жидкости. Поскольку ловушки, применяемые в области сверхвысокого вакуума, характерны только для этой области, они будут рассмотрены позднее в гл. 5, § 2.

#### 4. НАСОСЫ С ПОВЕРХНОСТНЫМ СВЯЗЫВАНИЕМ

До сих пор речь шла о типах насосов, в которых газ откачивался из сосуда за счет макроскопических или микроскопических процессов передачи импульса и в конце концов путем сжатия выбрасывался в атмосферу. Теперь будет рассмотрен тип насоса, который удаляет газы из объема путем их связывания на поверхности, обладающей особыми физико-химическими свойствами. При этом связь может быть либо только обратимой, либо также и необратимой. Насос такого типа можно считать идеальным, если все частицы, достигающие поверхности, остаются связанными на ней. Из всех описанных выше типов насосов ни один не может быть практически доведен до уровня идеального, однако в случае сорбционных насосов это иногда оказывается возможным. Так, например, конденсацию водяных паров на поверхности, охлажденной жидким азотом, можно практически рассматривать как случай идеальной откачки. Однако такая поверхность совсем не может откачивать гелий.

Рассмотренные выше примеры относятся к предельным случаям. В остальных случаях откачивается только

некоторая доля достигающих поверхности частиц газа

$$\frac{v'}{v} = \gamma,$$

причем  $\gamma$  называется вероятностью прилипания. Уже из приведенных выше примеров (водяной пар и гелий на поверхности, охлажденной жидким воздухом) следует, что для поверхностных насосов, очевидно, не существует простой связи между быстротой откачки и молекулярным весом, как это имело место для всех ранее описанных типов насосов. Любые связи на поверхности химического или физического характера в первую очередь очень сложным образом зависят как от природы связывающей поверхности и связываемого вещества, так и от состояния, в котором они находятся. Кроме того, вероятность прилипания может изменяться со временем в результате насыщения поверхности или выделения в объем ранее связанных частиц. Поэтому, по существу, невозможно обсудить общие свойства поверхностных насосов.

Прежде чем переходить к описанию отдельных типов насосов, предложим следующую их классификацию:

1. Криогенные (конденсационные) насосы, т. е. насосы, в которых газы вымораживаются на охлажденной поверхности.

2. Сорбционные насосы, в которых газы связываются путем адсорбции на поверхности и путем абсорбции в объеме вещества, способного к поглощению газа.

3. Геттерные насосы, в которых газ химически поглощается соответствующими активными веществами.

4. Ионные насосы, в которых газ вначале ионизируется, а затем в виде ионов «заколачивается» в мишень.

5. Ионно-геттерные насосы, являющиеся комбинацией насосов типов 3 и 4.

Уже эта классификация показывает, что ни один из упомянутых типов насосов не может в одинаковой мере откачивать все газы. Нет сомнений в том, что у насосов типов 2, 3, 4 и 5 в какой-то момент наступает насыщение. Насосы типов 1, 2, 3 и 5 либо вообще не откачивают некоторых газов, либо откачивают плохо. У насосов

типа 4 такая дискриминация появляется вследствие различия в сечениях ионизации для разных газов, но в данном случае этот эффект все же удается вычислить математически.

Можно считать, что насосы типов 1, 2 и 4 откачивают обратимо, т. е. их можно освободить от ранее откачанного газа, например, путем нагрева. Напротив, насосы типа 3 (и 5) работают необратимо, так как при определенных условиях могут образоваться очень устойчивые химические соединения. В заключение следует еще отметить, что в таких насосах могут протекать также и каталитические реакции. В предельном случае это может привести к тому, что общее давление газов в системе вместо того, чтобы понижаться, начинает возрастать. Поскольку уже сделано достаточно замечаний общего физического характера по поверхностным насосам, дальнейшее обсуждение свойств этих насосов целесообразно перенести в гл. 5, § 5.

#### § 4. Измерение вакуума

##### 1. ОБЩИЕ ЗАМЕЧАНИЯ

Как уже отмечалось выше, механическое давление, оказываемое на стенки сосуда молекулами остаточного газа, едва ли является приемлемой характеристикой состояния высоковакуумной системы. Измерение такого механического давления при переходе в область молекулярного течения в лабораторных условиях сопряжено с большими трудностями, а по мере уменьшения концентрации газа становится вообще невозможным<sup>1)</sup>.

Поэтому термин «измерение давления» в области молекулярного течения оправдан постольку, поскольку каждый прибор, используемый для измерения вакуума, в конечном счете (часто, правда, косвенно) калибруется путем сравнения с величиной истинного давления. В зависимости от того, важно ли знать количество молекул

<sup>1)</sup> Иное положение в случае искусственных спутников Земли. Уже незначительной плотности газа достаточно, чтобы заметно уменьшить период их обращения. Без сомнения, такой спутник является первоклассным прибором для измерения вакуума.

остаточного газа в объеме или степень покрытия поверхности, пользуются одним из двух методов измерения: либо методом измерения концентрации частиц в объеме, либо методом определения степени покрытия интересующей нас поверхности. В первом случае можно воспользоваться уравнением  $P = NkT$ , помня при этом, что концентрация частиц в объеме манометра только тогда пропорциональна давлению в системе, когда газ в измеряемом объеме имеет ту же температуру, что и в остальной системе. Однако практически это условие не столь важно: если оно и не выполняется, то, зная отношение между температурами в объеме манометра и системе, можно вычислить поправку. Поэтому при дальнейшем обсуждении ради простоты будем считать, что давление пропорционально концентрации газа.

Во втором случае можно воспользоваться формулами (7) и (8)  $v = 3,5 \cdot 10^{23} \cdot P / \sqrt{MT}$ , подсчитывая каким-либо образом число частиц, попадающих на поверхность. Рассмотрим теперь принципиальные возможности этих методов.

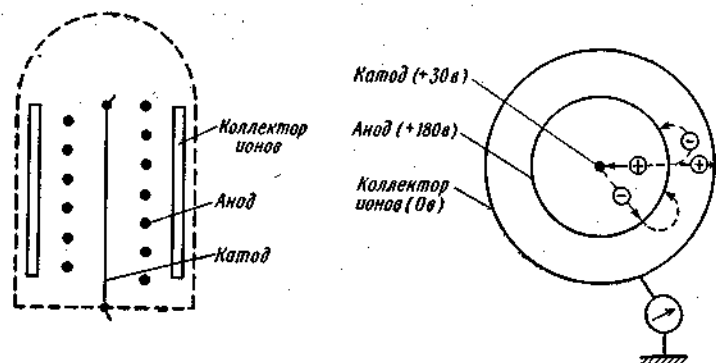
##### 2. ИЗМЕРЕНИЕ ДАВЛЕНИЯ

Любое определение концентрации частиц в области более низких давлений основано на следующем принципе: остаточный газ вначале каким-либо образом ионизуется, а затем измеряется ионный ток, который более или менее пропорционален числу молекул газа в измеряемом объеме. В общем случае тогда можно написать

$$I^+ = A \cdot B \cdot P. \quad (25)$$

Здесь  $A$  — интенсивность источника ионизации (например, потока электронов, рентгеновского, радиоактивного или ультрафиолетового излучений),  $B$  характеризует эффективное сечение ионизуемого газа. Рассмотрим в качестве примера широко используемый для измерения в области высокого вакуума ионизационный манометр (фиг. 11). Поток электронов, испускаемых накаливаемой нитью, ускоряется по направлению к коллектору электронов, имеющему форму сетки и находящемуся под потенциалом приблизительно 150 в. Большая

часть электронов вначале проскакивает между витками сетки, а затем тормозится в поле отрицательно заряженного коллектора, возвращается назад и в конце концов попадает на сетку. Имеется определенная вероятность, что электроны на своем пути ионизуют молекулы остаточного газа. Если ионизация происходит в пространстве между сеткой и катодом, образовавшиеся



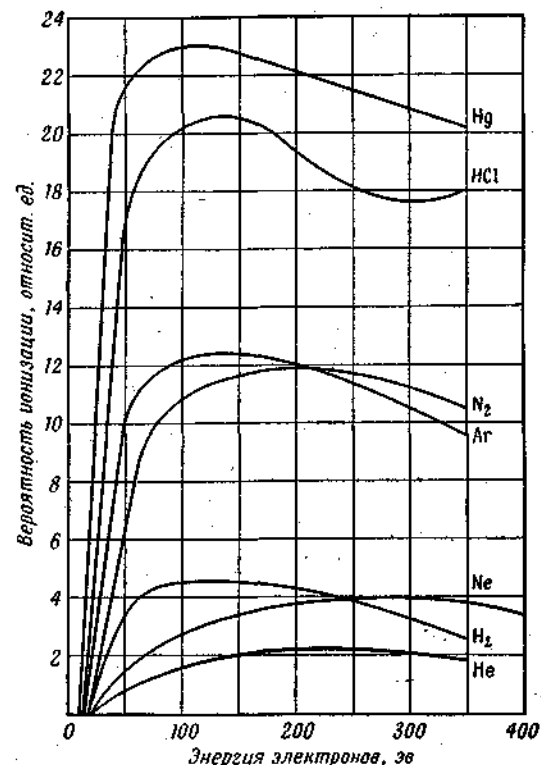
Фиг. 11. Принцип работы ионизационного манометра (Бакли [18])

ионы попадают на катод и там нейтрализуются. Если же ионизация происходит в пространстве между сеткой и коллектором, ионы летят на коллектор и разряжаются на нем, создавая ток в цепи коллектора. В этом случае выражение (25) можно переписать следующим образом:

$$-I^+ = I^- \cdot C \cdot P, \quad (26)$$

где вместо универсальной постоянной  $A$  подставлен поток электронов  $I^-$ , а универсальная постоянная  $B$  заменена постоянной манометра  $C$  для соответствующего рода газа. Очевидно, что размерность постоянной манометра  $C$  будет  $\text{тор}^{-1}$ . Уже сразу можно выявить принципиальный недостаток, свойственный всем методам измерения, которые основаны на принципе ионизации газа. Коэффициент  $B$ , или, как в нашем последнем примере,  $C$ , необходимо определять для каждого газа отдельно (фиг. 12). Следовательно, по измеренному ионному току можно точно определить эффективное давление только

в том случае, если известен количественный состав остаточного газа. Однако, как правило, он неизвестен, и поэтому обычно применяют следующий прием: давление



Фиг. 12. Значения вероятности ионизации для различных газов в зависимости от энергии электронов (Комптон и Ван-Вургис [19]).

выражают через так называемый азотный эквивалент, т. е. калибруют манометр с помощью независимого абсолютного манометра (например, манометра Мак-Леода) по азоту и считают, что весь остаточный газ состоит только из азота. Из фиг. 12 видно, что при этом допущении возникают значительные ошибки при измерении давления целого ряда простых газов. Пока остаточная

атмосфера состоит только из таких простых газов, ошибки измерения всегда меньше одного порядка величины. Однако если остаточный газ состоит главным образом из органических паров, например паров диффузионного масла, положение становится совсем неясным. Молекулы масла как на накаливаемом катоде, так и при взаимодействии с потоком электронов расщепляются на большое число осколков, которые в свою очередь способны ионизоваться, причем они имеют более высокую вероятность ионизации, чем любой обычный газ. Поэтому, если выражать давление через азотный эквивалент, ошибка может превысить один порядок. К счастью, в этом случае измеряемое манометром кажущееся давление всегда превышает истинное, т. е. нет опасности недооценить давление остаточных газов, оно всегда определяется надежно. Если остаточные газы являются только простыми, то в случае необходимости можно сравнительно легко определить состав газа с помощью масс-спектрометра и определить таким образом истинное давление. Напротив, при наличии паров масла в системе это сделать довольно трудно ввиду сложности расшифровки масс-спектра.

### 3. ИЗМЕРЕНИЕ СТЕПЕНИ ПОКРЫТИЯ ПОВЕРХНОСТИ

Еще более сложная ситуация возникает при оценке вакуума в системе по покрытию поверхности молекулами остаточного газа. Практически это осуществляется либо путем контроля определенного физического свойства поверхности, например работы выхода электрона, либо обычным взвешиванием некоторого легкого образца, поскольку и то и другое будет изменяться со временем в зависимости от степени покрытия<sup>1)</sup>. Преимуществом такого метода является его очень высокая чувствительность, обусловленная возможностью накопления адсорбируемого газа на поверхности. Недостаток метода

<sup>1)</sup> Автор не упоминает здесь о наиболее широко используемом для определения степени покрытия поверхности методе вспышки. Развитие этого метода привело к созданию Редхедом термодесорбционного спектрометра, между прочим, подробно описанного автором в гл. 4, § 5. — *Прим. перев.*

состоит в том, что, как и в случае насосов с поверхностным связыванием, для измерения необходимо знать вероятность прилипания. Как уже упоминалось, адсорбция газов на поверхности, как правило, протекает не линейно во времени. Может наступить, например, насыщение, которое более подробно будет обсуждаться в гл. 3, § 3, при изложении адсорбционных явлений. В то время как с помощью любого типа ионизационного манометра по крайней мере можно измерить верхнюю границу давления газа, преобладающего в системе, метод определения величины поверхностного покрытия не позволяет этого сделать. Приведем такой яркий пример: вероятность прилипания инертных газов на поверхности металлов при комнатной температуре практически равна нулю. По этой причине все методы измерения покрытия поверхности представляют специальный интерес и их целесообразно обсуждать здесь более подробно.

### 4. ИЗМЕРЕНИЕ БЫСТРОТЫ ОТКАЧКИ И ПРОПУСКНОЙ СПОСОБНОСТИ

Помимо определения давления в вакуумных системах, важно также знать и эффективную быстроту откачки, особенно в тех случаях, когда в вакуумной системе необходимо провести эксперимент или процесс, сопровождающийся более или менее значительным газовыделением. Методы определения быстроты откачки пригодны также и для определения пропускных способностей трубопроводов, вентилях, ловушек и т. д. В этих случаях поступают следующим образом: вначале определяют быстроту действия  $S_0$  насоса, а затем уже эффективную быстроту откачки  $S_{эфф}$  для комбинации насоса и элемента вакуумной системы. Отсюда можно вычислить искомую пропускную способность. В соответствии с уравнением [14], если

$$L = S_{эфф}, L_1 = S_0 \text{ и } L_2 = L_g,$$

получаем выражение для эффективной быстроты откачки

$$S_{эфф} = \frac{S_0 L_g}{S_0 + L_g}$$



или для пропускной способности

$$L_g = \frac{S_{\text{эф}} S_0}{S_0 - S_{\text{эф}}} \quad (27)$$

Для определения быстроты откачки фактически пригодны три различных метода: метод постоянного давления, метод сравнения, метод постоянного объема.

**Метод постоянного давления.** В методе постоянного давления исходят из общего уравнения состояния газа  $P_1 V_1 = P_2 V_2$ . Из резервуара, находящегося под более высоким (чем в системе) давлением  $P_1$ , выпускают поток газа  $Q = P_1 (dV/dt)$  через капилляр в измерительную систему и измеряют перепад давлений  $\Delta P$ , возникающий при непрерывном напуске газа. Тогда быстрота откачки определится уравнением

$$S = \frac{Q}{\Delta P} \quad (28)$$

Сложность метода состоит в том, что для определения  $S$  необходимо одновременно измерять четыре величины:  $P_1$ ,  $\Delta P$ ,  $\Delta V$ ,  $\Delta t$ . Поэтому определение  $S$  во всей области рабочих давлений насоса занимает довольно много времени. Однако этот метод все еще часто применяется, поскольку используемые для расчета величины определяются непосредственно из опыта.

**Метод сравнения.** Метод сравнения основан на том, что вначале в сосуд впускают поток газа неизвестной величины. Вследствие этого давление в сосуде возрастет от предельного значения  $P_B$  до величины  $P_1 = (Q/S) + P_B$ . Затем параллельно  $S_1$  подключается второй насос с уже известной быстротой откачки. В результате давление понизится до нового значения  $P_2 = Q/(S_1 + S_2) + P_B$ . Разумеется, этот метод можно применять лишь при условии, что  $P_1 > P_2 \gg P_B$ , так как в противном случае снижение давления от  $P_1$  до  $P_2$  нельзя будет измерить с достаточной точностью. Поэтому теперь можно пренебречь  $P_B$  и записать

$$\frac{P_2}{P_1} = \frac{Q/(S + S_1)}{Q/S} \quad (29)$$

Нетрудно видеть, что из уравнения (29) можно исключить неизвестный поток  $Q$  и, решив это уравнение относительно  $S$ , получить окончательное выражение

$$S = \frac{S_1}{(P_1/P_2) - 1} \quad (30)$$

Этим методом удобно пользоваться в том случае, если имеется в распоряжении калиброванный насос с хорошо известной быстротой действия, поскольку тогда не нужно определять величину потока втекающего газа  $Q$ . Необходимо только обеспечить, чтобы этот поток оставался постоянным во время измерения. Рассматриваемый метод позволяет быстро получать результаты, особенно тогда, когда, например, отношение  $P_1/P_2$  записывается с помощью самописца.

К недостаткам метода следует отнести, во-первых, необходимость работать при давлениях, значительно превышающих предельный вакуум насоса  $P_B$ ; во-вторых, величина  $S_1$  должна быть по меньшей мере одного порядка с быстротой откачки, подлежащей определению (с уменьшением  $S_1$  отношение  $P_1/P_2$  стремится к единице, а с увеличением  $S$  при подключении калиброванного насоса можно приблизиться к предельному вакууму).

**Метод постоянного объема.** Падение давления в вакуумной системе (объем  $V$ ), откачиваемой с постоянной быстротой откачки, можно описать следующим уравнением:

$$-V \frac{dP}{dt} = SP, \quad (31)$$

откуда следует, что

$$S = \frac{V \ln(P_1/P_2)}{t_2 - t_1} = \frac{2,303 V \lg(P_1/P_2)}{t_2 - t_1} \quad (32)$$

Здесь  $P_1$  и  $P_2$  — давления, измеренные в моменты времени  $t_1$  и  $t_2$ . Если обработать экспериментально полученную зависимость падения давления от времени по уравнению (32), т. е. отложить данные в координатах  $\lg P(t)$ , то по наклону графика можно определить

быстроту откачки. Достоинство метода состоит в том, что можно быстро определить быстроту откачки в широком интервале давлений. Однако следует помнить о том, что уравнение (32) справедливо только тогда, когда поток целиком образуется пробным газом, находящимся в сосуде в газовой фазе, и не содержит компонентов другого происхождения, например за счет течей или газовыделения стенок<sup>1)</sup>. На практике поступают следующим образом: сначала откачивают вакуумную систему до предельного вакуума  $P_v$ , затем опять заполняют ее газом и снимают данные только до тех пор, пока линия изменения давления остается прямой в полуграфическом масштабе. Иными словами, конечное измеренное давление должно еще значительно превышать предельный вакуум. Уравнение будет точным при условии, что откачка является изотермическим процессом. Однако в области молекулярного течения это условие выполняется, поскольку даже при значительной скорости откачки молекулы за счет столкновения со стенками находятся в тепловом равновесии с окружающей средой.

Недостаток метода состоит в том, что им можно пользоваться только в случае насосов, имеющих относительно небольшую быстроту действия. При скорости откачки  $S = n \cdot \text{л} \cdot \text{сек}^{-1}$  сосуд объемом  $n$  откачивается от давления  $P$  до давления  $1/eP$ , или на один порядок, за 3 сек. Другими словами, для того чтобы провести измерение в течение доступного периода времени, необходимо выбирать объем измерительного сосуда, равный объему газа, удаляемого испытуемым насосом за 1 сек. Для больших насосов с быстротой откачки порядка нескольких сот литров в секунду этот метод мало пригоден с практической точки зрения ввиду того, что требуются измерительные сосуды очень большого объема.

<sup>1)</sup> Этот метод удобно применять для измерения инертных газов.

## Глава 3

### ОСОБЕННОСТИ ФИЗИКИ СВЕРХВЫСОКОГО ВАКУУМА

#### § 1. Общие замечания

Рассмотренные до сих пор уравнения относились ко всей области молекулярного течения, предельным случаем которого и является сверхвысокий вакуум. Теперь же следует рассмотреть специфические особенности области сверхвысокого вакуума и сделать соответствующие дополнительные замечания.

С этой целью вновь обратимся к основному уравнению вакуумной системы  $P = Q/S + P_v$ , из которого однозначно вытекает, что для понижения требуемого рабочего давления в системе  $P$  необходимо уменьшить величины  $P_v$  и  $Q/S$ . В отношении  $P_v$  это очевидно. На первый взгляд кажется, что можно уменьшить член  $Q/S$  за счет повышения скорости откачки  $S$ . Однако, как уже подчеркивалось выше, даже идеальный насос по своей физической природе не может обладать беспрельдно высокой удельной скоростью откачки. (Для воздуха  $\bar{S}_{\text{макс}} = 11,7 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$  при температуре 300° K.) В соответствии с данным в гл. 2 определением идеального насоса можно теперь охарактеризовать идеальную вакуумную систему как систему, в которой откачивается каждая молекула, ударяющаяся об ее стенку. Такая система, разумеется, технически неосуществима; более того, она представляется парадоксальной<sup>1)</sup>, так как в этом случае должна откачивать вся поверхность откачиваемого сосуда. Поэтому разумнее принять, что можно

<sup>1)</sup> Это утверждение автора справедливо лишь для диффузионных насосов. Современные методы откачки позволяют в ряде случаев использовать для поглощения газов стенки самой рабочей камеры, покрытые геттерирующим материалом. Если коэффициент прилипания для какого-либо газа равен единице, то такую камеру можно рассматривать как идеальный насос. — Прим. перев.

создать такую вакуумную систему, в которой достигается 10% быстроты откачки идеальной системы. Уже это значение следует признать довольно оптимистичным. Пусть сосуд имеет, например, форму куба; в этом случае на каждую стенку приходится  $1/6$  часть всей внутренней поверхности сосуда  $F$ . Пусть теперь одна из шести стенок является впускным отверстием диффузионного насоса. Тогда эффективную удельную быстроту откачки, отнесенную ко всей площади внутренней поверхности, можно выразить следующей формулой:  $S/F = \bar{S} = (1/6 \times 11,7 \cdot H) \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$ . Здесь  $H$  — уже упомянутый в гл. 2, § 3 коэффициент Хо, величина которого всегда меньше 1. Если принять в рассматриваемом примере  $H = 0,7$ , то  $\bar{S} = 11,7 \cdot 0,7/6 = 1,33 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$ . Эта величина и составляет несколько больше 10% от быстроты откачки для идеального случая. Однако следует помнить, что столь высокую удельную быстроту откачки, как в рассмотренном выше примере, технически реализовать все еще очень трудно, поскольку быстрота откачки данного насоса значительно снижается за счет ловушек для улавливания паров рабочей жидкости, трубопроводов и в ряде случаев вентилей. Поэтому для дальнейшего обсуждения примем, что технически осуществимая верхняя граница удельной быстроты откачки вакуумной системы, отнесенная ко всей поверхности сосуда, равна  $\bar{S} = 1 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$ . (Отметим, что фактическая поверхность сосуда увеличивается по сравнению с поверхностью стенок при дополнительном монтаже внутренней арматуры.) Кроме того, для дальнейшего рассмотрения примем в первом приближении, что предельный вакуум насоса  $P_v$  можно уменьшить по сравнению с требуемым рабочим давлением  $P_A$ .

Тогда можно написать

$$\bar{Q} = \frac{Q}{F} = \bar{S}P, \quad (33)$$

или, если  $\bar{S} = 1 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$ , то для определенного давления  $P$  максимально допустимый поток натекания равен

$$\bar{Q} = 1 \cdot P_A \text{ л} \cdot \text{тор} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}. \quad (34)$$

Поскольку  $S$  невозможно увеличить, для достижения определенного давления остается только один путь — уменьшить удельный поток газа  $\bar{Q}$ .

## § 2. Источники газа

Уже упоминалось, что в реальном случае поток  $Q$  обусловлен целым рядом источников  $Q_1 + Q_2 + Q_3$  и т. д., которые в свою очередь могут зависеть от совокупности таких факторов, как время, температура, природа материала. Рассмотрим прежде всего следующие основные источники натекания:

- 1) поток за счет течей в системе  $Q_L$ ;
- 2) поток обратной диффузии из насоса  $Q_R$ ;
- 3) поток за счет проницаемости стенок  $Q_P$ ;
- 4) поток десорбирующихся газов  $Q_D$ ;
- 5) рабочий поток  $Q_A$  (поток газа, который возникает дополнительно при проведении экспериментов).

Прежде чем обсуждать различные источники натекания, необходимо сразу подчеркнуть следующие обстоятельства. Величину допустимого давления (или потока) какого-либо газа в системе следует рассматривать только в связи с определенным процессом. Так, например, определенное давление инертного газа в процессе напыления не является помехой. Точно так же и поток инертного газа, который может, например, возникнуть за счет диффузии гелия через стеклянные стенки, для такого процесса не будет иметь значения. Напротив, в опытах с плазмой инертные газы, как и другие газы, оказывают вредное действие, пропорциональное квадрату их атомного номера ( $Z^2$ ). Более детальное обсуждение источников натекания газа с точки зрения парциальных давлений и потоков отдельных компонентов могло бы увести нас слишком далеко в сторону. Поэтому здесь следует лишь еще раз подчеркнуть, что в отдельных случаях необходимо анализировать парциальный состав потока газа.

Исключим из дальнейшего обсуждения источники натекания, обусловленные наличием в системе течей  $Q_L$  и обратной диффузии газа из насоса  $Q_R$ . Это допустимо потому, что величина  $Q_L$  определяется исключительно

качеством сборки системы и может быть сведена к минимуму путем обнаружения течей и их последующего устранения. Величина же  $Q_R$  является одной из характеристик насоса и может поэтому рассматриваться как один из факторов, определяющих предельный вакуум  $P_V$ . По той же причине не будет более подробно обсуждаться рабочий поток  $Q_A$ , так как его величина зависит от условий эксперимента и, следовательно, ее можно обсуждать только для каждого конкретного случая. Однако необходимо помнить, что не следует делать величины  $Q_R$  и  $Q_D$ , а также предельный вакуум  $P_V$  крайне малыми, если в ходе проведения процесса в вакуумной системе выделяется значительный дополнительный поток газа (например, при распылении или спекании предварительно недостаточно обезгаженных материалов, при газовой выделении горячих тиглей и т. д.). В таких случаях использование сверхвысоковакуумной аппаратуры может оказаться заведомо бессмысленным. Поэтому иногда следует с помощью предварительных экспериментов в обычной высоковакуумной системе определить, насколько целесообразно применение сверхвысоковакуумной аппаратуры. При этом следует еще принять во внимание, что по техническим причинам в области сверхвысокого вакуума часто можно достичь только более низкой удельной скорости откачки, чем в высоковакуумной области<sup>1)</sup>.

Так, например, при использовании паромасляных диффузионных насосов специальные ловушки для улавливания паров масла, необходимые при получении сверхвысокого вакуума, значительно сильнее снижают эффективную скорость откачки, чем простые масляные отражатели, применяемые обычно в области высокого вакуума. Скорость действия поверхностных насосов также значительно падает при более низких давлениях. Иначе говоря, если процесс сопровождается выделением значительного потока газа  $Q_A$ , то может оказаться, что тщательно смонтированная сверхвысоковакуумная установка, несмотря на ее более высокий предельный вакуум, за

<sup>1)</sup> Это положение, однако, носит несколько общий характер и не исключает того факта, что применение сверхвысокого вакуума может диктоваться определенными требованиями, например отсутствием паров масла в остаточном газе.

счет низкой удельной скорости откачки дает худшее разрежение, чем более простая высоковакуумная система.

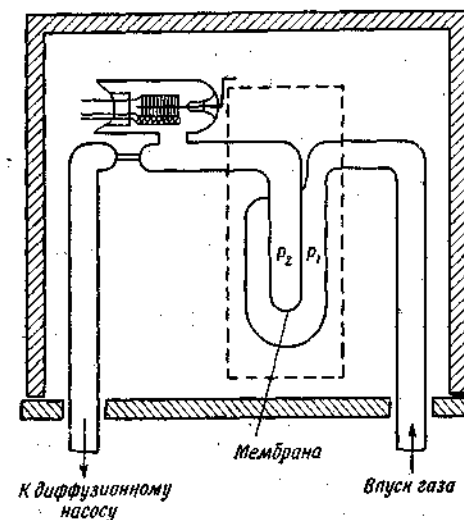
Более глубокий анализ влияния источников газов, выделяющихся со стенок,  $Q_R$  и  $Q_D$ , позволяет делать вполне определенное заключение. Поскольку уже в применяемых в настоящее время насосах скорость откачки почти доведена до предельно достижимой границы и (как будет показано ниже) может быть достигнут чрезвычайно высокий предельный вакуум  $P_V$ , существует только один путь дальнейшего усовершенствования вакуумных систем — снижение газовой выделенности (разумеется, при выполнении прочих указанных условий). Это обстоятельство требует, чтобы проблеме газовой выделенности была посвящена значительная часть данного раздела, тем более, что именно в этой области опубликовано довольно большое число работ, правда очень различных по качеству. Однако этому не следует удивляться, поскольку область взаимодействия газов с поверхностью очень сложна для исследования, что объясняется не только трудностями, связанными с проведением измерений, но часто и очень малыми возможностями для теоретической интерпретации. Если уже для чисто качественного анализа требуются немалые знания физико-химических и химических свойств как поверхностей, так и газов, то для количественного анализа необходимо иметь, кроме того, очень большое число экспериментальных данных. Читателю, интересующемуся только наиболее рациональным способом получения сверхвысокого вакуума, может показаться мало целесообразным более подробное изложение этого вопроса. Процессы, протекающие на границе раздела, очень интересны и важны теоретически, однако из их рассмотрения можно почерпнуть немного таких сведений, которые действительно можно использовать на практике. Поэтому из всей имеющейся обширной литературы мы более подробно будем обсуждать те процессы газовой выделенности, которые преобладают в сверхвысоковакуумных установках. Тем же читателям, которые желают более подробно ознакомиться с этой областью, можно рекомендовать соответствующую литературу. Оговоримся далее, что даже там, где приводятся численные значения, их нужно рассматривать только как

указание на порядок величины, поскольку даже небольшое изменение граничных условий, при которых испытывался материал, может вызвать значительное изменение скорости газовой выделенности. Поэтому сооружению больших установок должно обязательно предшествовать проведение предварительных опытов, в которых при возможно более постоянных условиях определяется скорость газовой выделенности.

### 1. ПРОНИЦАЕМОСТЬ

Вопрос о натекании, обусловленном проницаемостью стенок, сравнительно прост. Проницаемость всегда имеет место в тех случаях, когда внешняя атмосфера содержит газ, способный диффундировать через стенки при температуре, необходимой для проведения эксперимента. Однако понятие «внешняя атмосфера» здесь используется в более широком смысле, чем это обычно принято. Так, например, вследствие протекания коррозионных процессов (скажем, из-за наличия охлаждающей воды в диффузионном насосе) на наружных стенках вакуумной системы может возникнуть значительная концентрация водорода. Это накопление водорода влечет за собой его диффузию в систему, хотя сам наружный воздух содержит очень немного водорода. Однако прежде всего необходимо рассмотреть, какие газы могут диффундировать в систему непосредственно из атмосферы. Примерная схема экспериментального определения скорости диффузии изображена на фиг. 13. Через мембрану, находящуюся при температуре  $T_1$ , можно осуществить диффузию газа со стороны большего давления  $P_1$  в сторону меньшего давления  $P_2$ . До начала опыта путем тщательного обезгаживания необходимо убедиться в том, что в перегородке не было растворено сколько-нибудь заметного количества исследуемого газа. Затем с высоковакуумной стороны устанавливают постоянную быструю откачку и контролируют изменение  $P_2$  во времени. В начале опыта давление возрастает до тех пор, пока в перегородке не установится постоянное значение градиента концентрации. После того как давление  $P_2$  перестанет увеличиваться, можно определить количество диффунди-

рующего газа по уравнению  $Q_P = S \cdot (P_2 - P_V)$ , где  $P_V$  — предельное разрежение со стороны высокого вакуума. Часто почти невозможно определить проницаемость (она связана с постоянной диффузии известным соотношением  $K = D \partial L / \partial x$ , где  $L$  — растворимость диффундирующего вещества в материале перегородки), так как для



Фиг. 13. Схема измерения проницаемости (Эшбах [19]).

Штриховкой показана печь для обезгаживания; пунктиром — печь для нагрева экспериментальных образцов.

установления равновесия потребовалось бы очень много времени. В этих случаях можно воспользоваться сильной температурной зависимостью процесса диффузии, описываемой уравнением  $D = D_0 e^{-E/RT}$ , где  $E$  — энергия активации процесса,  $T$  — абсолютная температура, а  $R$  — универсальная газовая постоянная. Для этого проводят измерения при более высоких температурах, а затем экстраполяцией определяют значение, соответствующее комнатной температуре. Однако, если такие измерения проводятся при повышенных температурах, следует соблюдать большую предосторожность, чтобы не получить неверные результаты измерений, поскольку при более

высоких температурах начинается выделение газов из других источников. Поэтому часто в опытах по измерению проницаемости необходимо использовать в качестве регистрирующего прибора масс-спектрометр, настроенный на массу определяемого газа. Далее важно установить, не маскируется ли истинная проницаемость кажущейся проницаемостью, т. е. диффузией через макроскопические отверстия. Такой эффект легко обнаруживается, так как в случае течи при внезапном изменении  $P_1$  изменяется также сразу и  $P_2$ . В то же время в случае истинной проницаемости при таком изменении  $P_1$  новое значение  $P_2$  устанавливается очень медленно.

В табл. 1 приведены парциальные давления газов, составляющих земную атмосферу, и результирующие потоки этих газов (когда их вообще удалось измерить) через некоторые материалы толщиной 1 мм (кварц, нержавеющая сталь, обычная сталь) в результате диффузии при  $T=25^\circ\text{C}$  (по Нортону [1]).

Таблица 1

ПРОНИЦАЕМОСТЬ ПО НОРТОНУ

Газ	Парциальные давления газов в атмосфере при общем давлении 760 тор, тор	$\bar{Q}_p, \text{тор} \cdot \text{л} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$		
		кварцевое стекло	нержавеющая сталь	обычная сталь
$\text{N}_2$	$5,95 \cdot 10^2$	$1,7 \cdot 10^{-27}$	Не обнаруживается	Не обнаруживается
$\text{O}_2$	$1,6 \cdot 10^2$	$2,1 \cdot 10^{-27}$	То же	То же
Ar	7,05	$1,9 \cdot 10^{-29}$	» »	» »
$\text{CO}_2$	$2,5 \cdot 10^{-1}$	Не обнаруживается	» »	» »
Ne	$1,8 \cdot 10^{-2}$	$4,8 \cdot 10^{-17}$	» »	» »
He	$4 \cdot 10^{-3}$	$2,7 \cdot 10^{-14}$	» »	» »
Kr	$8,4 \cdot 10^{-4}$	Не обнаруживается	» »	» »
$\text{H}_2$	$3,8 \cdot 10^{-4}$	$1,3 \cdot 10^{-18}$	$\sim 10^{-15}$	$\sim 10^{-12}$

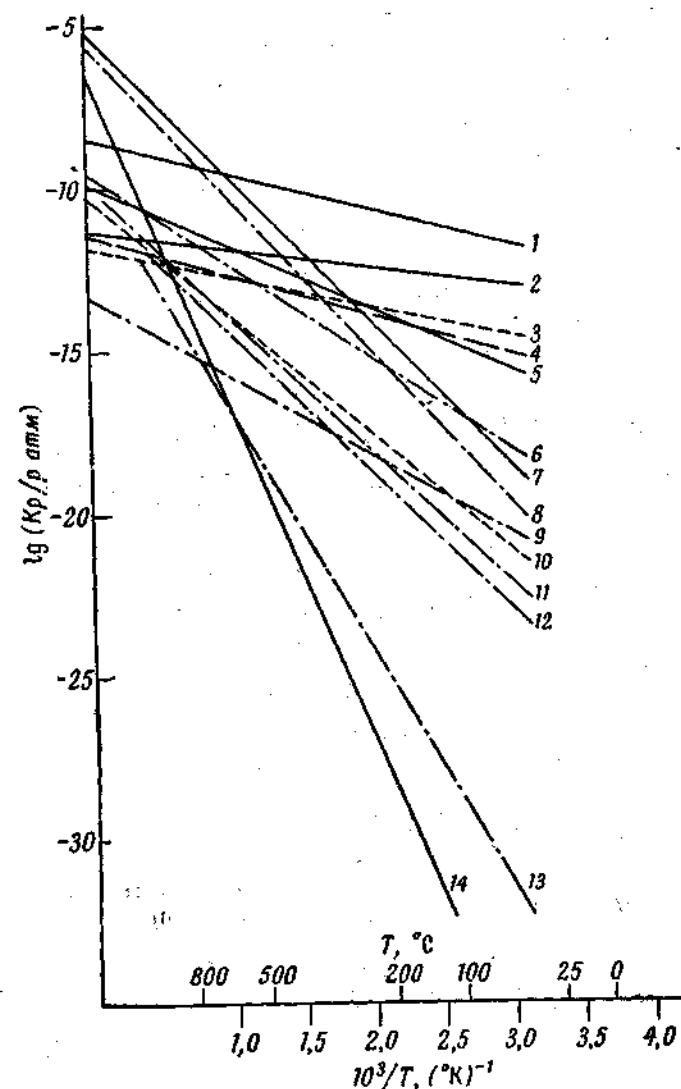
Чтобы оценить теперь действительное влияние проницаемости на предельный вакуум, рассмотрим два граничных случая. Первый случай — сверхвысоковакуумная установка, имеющая высокую удельную быстроту откачки ( $\bar{S}=1 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$ ), и второй — система с предельно низкой удельной быстротой откачки ( $\bar{S}=10^{-3} \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$ ), вполне пригодной для лабораторной практики. (Следует учитывать, что количественные оценки в рассматриваемых примерах проведены для стенки толщиной 1 мм; обычно же стенки вакуумных систем толще, и ситуация, следовательно, более благоприятна.) В первом случае получается, что при использовании кварцевого стекла диффузия гелия ухудшила бы предельное разрежение в соответствии с формулой  $P=Q/\bar{S}$  лишь до  $3 \cdot 10^{-14} \text{ тор}$ . Проницаемость других газов фактически не играет никакой роли. Для стенок, применяемых в технике, это значение на 1—10 порядков ниже. (Однако в связи с требованиями высокой термостойкости для сверхвысоковакуумных систем применяются только тугоплавкие стекла, такие, как пирекс, которые обладают относительно высокой проницаемостью. С более детальными подробностями можно ознакомиться по работе Нортон.) Данные для обычной стали приведены только для сравнения, так как она почти не используется в качестве конструкционного материала сверхвысоковакуумных систем. В случае нержавеющей стали давление возросло бы в рассматриваемом примере только до  $1 \cdot 10^{-15} \text{ тор}$  за счет диффузии водорода.

Во втором случае — случае сверхвысоковакуумной системы с предельно низкой быстротой откачки — в результате диффузии гелия через кварцевое стекло давление повысилось бы уже до  $3 \cdot 10^{-11} \text{ тор}$ , а за счет диффузии водорода через нержавеющую сталь — до  $1 \cdot 10^{-12} \text{ тор}$ . Но и эти значения все еще довольно малы, и поэтому можно сделать вывод, что проницаемость при современном уровне техники сверхвысокого вакуума не играет существенной роли. Однако следует проявлять осторожность, если часть наружных стенок аппаратуры находится при повышенной температуре. В этом случае вследствие экспоненциальной температурной зависимости пропускаемость может оказаться довольно высокой.

Тогда следует воспользоваться предложением Эшбаха и Яккеля [2], которые рекомендуют делать стенки сверхвысоковакуумных сосудов из многослойных материалов. Можно, например, сделать двухслойную стенку из металла и стекла. Тогда гелий мог бы диффундировать через стекло, но практически отсутствовала бы диффузия водорода. Напротив, металл будет проницаем для водорода, но не пропустит никакого инертного газа. Таким образом можно полностью устранить проникновение газа.

Необходимо еще кратко упомянуть об одном уже затронутом вопросе. При протекании коррозионных процессов часто выделяется водород. Поскольку концентрация такого образующегося на поверхности водорода очень велика (она эквивалентна давлению газообразного водорода в несколько тысяч атмосфер), скорость его диффузии оказывается очень высокой [3]. В этом проявляется еще одно преимущество нержавеющей стали как конструкционного материала сверхвысоковакуумных систем. Если к охлаждающей воде добавить химические вещества, например карбонат натрия, можно еще больше понизить слабую коррозию нержавеющей стали.

Следует еще отметить, что проницаемость часто также используется в экспериментальных целях. Хорошо известно использование проникновения водорода через палладий для напуска чистого водорода в вакуумную систему. Это особенно важно в опытах по термоядерному синтезу, где необходимо использовать дейтерий чрезвычайно высокой чистоты. Высокая проницаемость гелия через стекло может также использоваться для изготовления калиброванных течей гелиевых теческателей. На фиг. 14 приведены пропускаемости для ряда систем, рассчитанные при разности давлений в 1 атм. При этом необходимо учитывать, что в тех случаях, когда механизм пропускаемости не связан с предварительной диссоциацией молекул на поверхности, пропускаемость будет прямо пропорциональна разности давлений (диффузия через стекло или полимерные материалы). Напротив, в случае металлов скорость диффузии прямо пропорциональна корню квадратному из разности



Фиг. 14. Проницаемости различных газов (Редхед [20]).

$K$  — проницаемость в  $\text{см}^3$  на  $1 \text{ см}^2$  твердой поверхности за 1 сек при толщине поверхности  $1 \text{ см}$ .

1 — $\text{H}_2$ — Pd;	5 — $\text{H}_2$ — Fe;	10 — $\text{H}_2$ — Cu;
2 — $\text{H}_2$ — $\text{SiO}_2$ ;	6 — $\text{H}_2$ — Ni;	11 — $\text{H}_2$ — Pt;
3 — Ne — $\text{SiO}_2$ ;	7 — $\text{O}_2$ — Ag;	12 — $\text{H}_2$ — Mo;
4 — He — стекло „Корнинг 7740“;	8 — $\text{N}_2$ — Fe;	13 — $\text{H}_2$ — Al;
	9 — He — стекло „Корнинг 1720“;	14 — $\text{N}_2$ — Mo.

давлений. Это объясняется тем, что молекула, ударяющаяся о поверхность, вначале диссоциирует, затем уже в виде атомов диффундирует через решетку и наконец атомы вновь рекомбинируют на поверхности. На этом можно закончить изложение выбранного нами круга вопросов, тем более что в монографии Дэшмана эти вопросы изложены очень обстоятельно.

Прежде чем перейти к анализу десорбционных процессов, резюмируем все изложенные выше рассуждения следующим образом:

$$P = \frac{Q_L + Q_R + Q_P + Q_D}{S} + P_B. \quad (35)$$

В этом уравнении  $Q_L$  — постоянная величина (если не удалось устранить все течи). Поток газов, проникающих сквозь стенки,  $Q_P$ , после некоторого переходного процесса также достигает постоянной величины. Напротив, поток обратной диффузии  $Q_R$  — не постоянная величина. У сорбционных насосов он почти всегда зависит от времени откачки. В случае диффузионных и молекулярных насосов он может быть постоянным. Иная ситуация возникает в тех случаях, когда для защиты от потока противодиффузии используют специальные ловушки, характеристики которых изменяются со временем. Поэтому целесообразнее описать состояние сверхвысоковакуумной системы следующим уравнением:

$$P = \frac{Q_D + Q_R}{S} + P'_B. \quad (36)$$

где

$$P'_B = \frac{Q_L + Q_P}{S} + P_B. \quad (37)$$

Иными словами, все постоянные газовые потоки объединены в параметре  $P'_B$ , который следует назвать предельным вакуумом системы. При этом предполагается, что все конструкционные материалы вакуумной системы имеют столь незначительное давление паров, что им можно пренебречь. Из общего анализа в первую очередь следует исключить поток противодиффузии, поскольку

речь идет о процессе, который в значительной мере зависит от типа насоса и для которого, следовательно, нельзя выявить общие физические закономерности. К этому вопросу целесообразно вернуться при описании использования различных типов насосов в области сверхвысокого вакуума.

## 2. ДЕСОРБЦИЯ

Если перейти теперь к анализу процессов десорбции, то следует сразу отметить, что в реальной вакуумной системе эти процессы взаимосвязаны сложным образом. Поэтому мы считаем полезным провести следующую классификацию процессов десорбции<sup>1)</sup>:

1) диффузия из материала без последующего взаимодействия с поверхностью (например, диффузия инертных газов, растворенных в стекле);

2) диффузия из материала, сопровождающаяся взаимодействием с поверхностью (например, физическая или химическая десорбция, рекомбинация);

3) десорбция физически адсорбированных частиц газа с поверхности (например, десорбция инертных газов, адсорбированных на металлах при низких температурах);

4) десорбция хемосорбированных частиц газа с поверхности (например, десорбция кислорода с поверхности вольфрама).

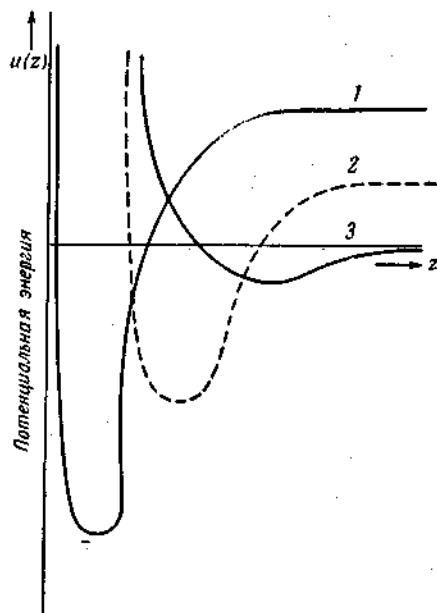
На фиг. 15, заимствованной из работы Даудена [4], схематически изображены диаграммы потенциальной энергии. Первая потенциальная яма на этой диаграмме соответствует случаю физической адсорбции, вторая — слабой хемосорбции, третья — прочной хемосорбции на поверхности.

Если адсорбция сопровождается диссоциацией, на диаграмме следует добавить еще одну потенциальную яму. Не останавливаясь более подробно на различии

<sup>1)</sup> Учитывая диффузионный характер процессов, перечисленных в п. 1 и 2, их, разумеется, следовало бы с точки зрения физической природы рассмотреть в параграфе, посвященном проницаемости. Однако феноменологически целесообразнее разделить процессы, изменяющиеся во времени, от процессов, не зависящих от времени, и рассмотреть этот вопрос в данном разделе.



между физической адсорбцией и хемосорбцией, отметим лишь, что между ними невозможно провести четкую границу, если рассматривать их с макроскопической точки



Фиг. 15. Диаграмма потенциальной энергии для различных адсорбционных состояний на поверхности (Дауден [4]).

1 — прочная хемосорбция; 2 — слабая хемосорбция; 3 — физическая адсорбция.

зрения. Вообще принято<sup>1)</sup>, что физической адсорбции соответствуют энергии связи от 100 до 1000 ккал/моль, а выше этих значений начинается область хемосорбции. Весьма упрощенно можно сказать, что физическая адсорбция — это слабая связь, обусловленная силами Ван

<sup>1)</sup> Верхняя граница физической адсорбции и, следовательно, нижняя граница хемосорбции указаны автором неверно. Энергии связи многих физически адсорбированных газов достигают 3–4 ккал/моль, а для системы Хе—W измеренное значение  $E$  равно 8 ккал/моль. Эту величину большинство исследователей (Эрлих, Редхед, Хобсон и др.) и принимают за условную границу между хемосорбцией и физической адсорбцией. — *Прим. перев.*

дер Ваальса, а хемосорбция — прочная связь с решеткой твердого тела.

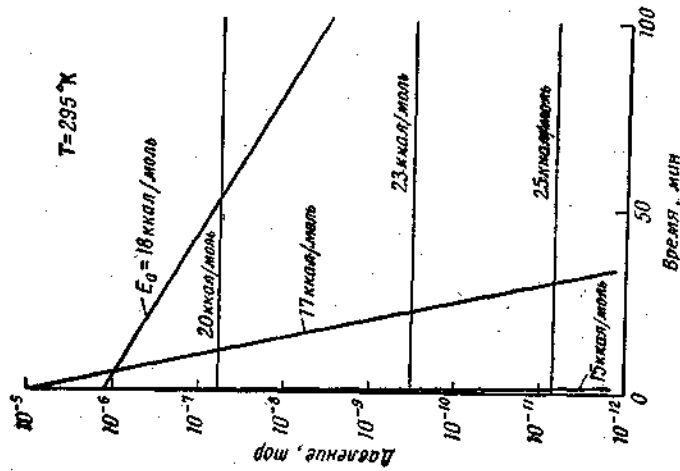
Поскольку все процессы, перечисленные в п. 1–4, требуют энергии активации, всегда должна наблюдаться сильная экспоненциальная зависимость скорости десорбции от температуры. Отсюда следует, что при сравнительно небольшом повышении температуры может быть достигнуто значительное увеличение скорости десорбции. Поэтому вместо того, чтобы проводить длительную откачку, более целесообразно (а точнее, просто необходимо) прогревать обезгаживаемую аппаратуру в течение некоторого времени при повышенной температуре, а затем снова охлаждать. На практике обычно приходится иметь дело с большим числом одновременно протекающих процессов десорбции всех видов, перечисленных в п. 1–4. Кроме того, вполне возможно, что при определенной температуре газ  $A$  десорбируется, а газ  $B$ , имеющий другое равновесное давление, адсорбируется.

Влияние температуры на скорость десорбции можно проиллюстрировать с помощью модели, предложенной Хобсоном [5]. Согласно Хобсону, скорость десорбции описывается простым экспоненциальным уравнением

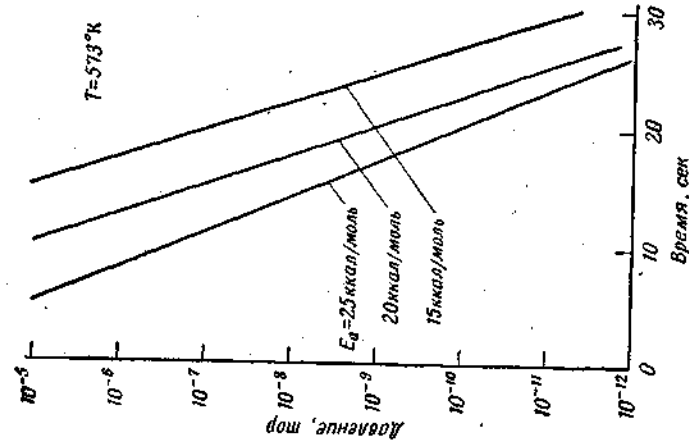
$$\frac{dNa}{dT} = \frac{Na}{\tau_0} e^{-Ea/RT}, \quad (38)$$

где  $Na$  — количество адсорбированных частиц,  $\tau_0$  — период колебания адсорбированной молекулы,  $Ea$  — энергия активации десорбции,  $R$  — универсальная газовая постоянная,  $T$  — абсолютная температура.

Хобсон рассматривает в своей работе следующий практический случай: поверхность площадью 100 см<sup>2</sup> покрыта монослоем газа ( $Na = 1,5 \cdot 10^{-5}$  л · тор · см<sup>-2</sup>); десорбирующийся газ откачивается системой, имеющей быстроту откачки  $S = 1$  л · сек<sup>-1</sup> (удельная быстрота откачки  $\bar{S} = 10^{-2}$  л · сек<sup>-1</sup> · см<sup>-2</sup>). Для этих условий при комнатной температуре рассчитаны графики, приведенные на фиг. 16. Их можно интерпретировать следующим образом: частицы с энергией связи  $Ea < 17$  ккал/моль десорбируются столь быстро, что они уже через короткий отрезок времени не будут препятствовать достижению очень низких давлений. С другой стороны, частицы



Фиг. 16. Теоретические кривые десорбции для различных энергий связи при 295° К (Хобсон [5]).



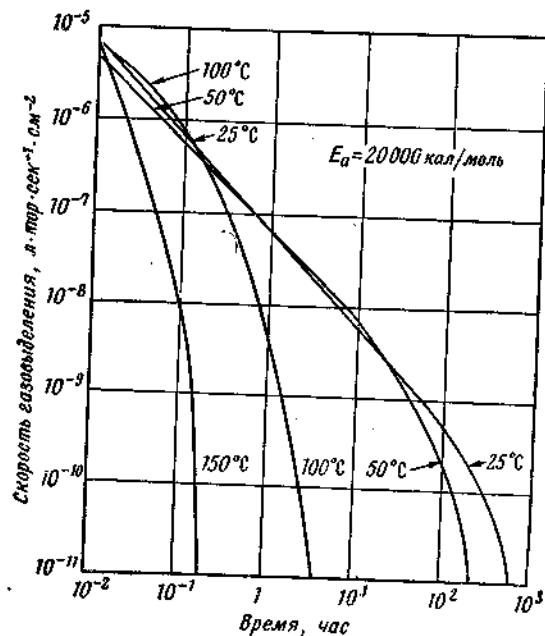
Фиг. 17. Теоретические кривые десорбции для различных энергий связи при 573° К (Хобсон [5]).

с энергией связи  $E_a > 25$  ккал/моль десорбируются настолько медленно, что они не мешают получению вакуума  $10^{-11}$  тор. Но в промежуточной области от 17 до 25 ккал/моль достижение сверхвысокого вакуума становится практически невозможным. Так, например, при  $E_a = 18$  ккал/моль достаточно низкого значения десорбции удастся достичь лишь после очень длительной откачки. При  $E_a = 20$  ккал/моль скорость десорбции остается практически постоянной, но слишком высокой. Следовательно, необходимо позаботиться о том, чтобы газы с энергиями связи, соответствующими этой промежуточной области, были десорбированы при повышенной температуре. Фиг. 17 иллюстрирует это положение. При выбранной температуре 300°С в области энергии 17–25 ккал/моль уже за очень короткое время достигается весьма низкая скорость десорбции. При последующем охлаждении до комнатной температуры десорбция уже не препятствует достижению низких давлений. Рассмотренная модель, разумеется, может претендовать лишь на качественное объяснение явления, поскольку, в частности, не учитывается возможность одновременного протекания процессов, перечисленных в п. 1–4. Можно полагать, что вначале газ диффундирует из металла в атомарном состоянии, а затем связывается химически на поверхности. Последующий переход из хемосорбированного состояния в физически адсорбированное сопровождается рекомбинацией атомов. Наконец, уже в виде молекул газ десорбируется из физически адсорбированного состояния. Такой процесс должен описываться целым рядом сложных экспоненциальных функций, зависящих как от времени, так и от температуры. Поэтому его теоретическое рассмотрение чрезвычайно сложно.

Дейтон [6] недавно вывел полуэмпирическое уравнение десорбции водяного пара. Рассчитанные по этому уравнению зависимости приведены на фиг. 18. Анализ графиков показывает, что величина скорости газовой выделенности менее  $1 \cdot 10^{-10}$  л · тор · сек<sup>-1</sup> · см<sup>-2</sup>, которая еще допустима для сверхвысоковакуумных установок с очень высокой скоростью откачки, при 25°С устанавливается только после длительной откачки ( $t > 500$  час). При

температуре  $150^{\circ}\text{C}$  скорость газовой выделения снижается до такого же уровня уже через несколько минут.

Однако следует подчеркнуть, что и эта модель лишь качественно описывает процессы в реальных установках. Это утверждение подтверждается хорошо известным экспериментальным фактом: для понижения скорости

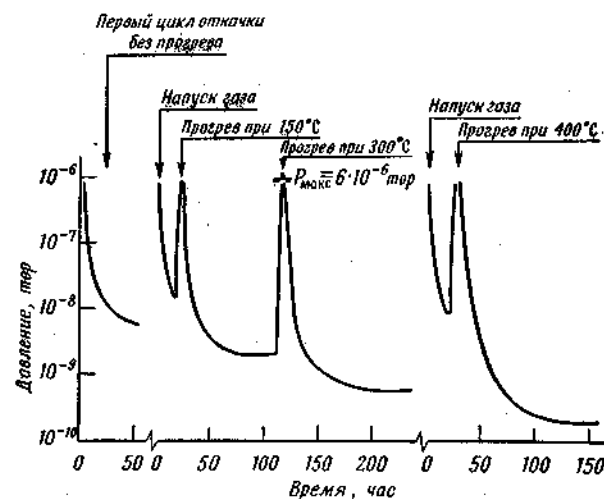


Фиг. 18. Кривые десорбции водяного пара при различных температурах (Дейтон [6]).

газовыделения водяных паров в сверхвысоковакуумной системе до приемлемого уровня необходимо прогреть систему до температуры не менее  $350^{\circ}\text{C}$ . Отсюда очевидно, что в данной области существует еще большой разрыв между теорией и практикой. Поэтому целесообразно закончить тему рассмотрением нескольких практических примеров.

Упомянутое выше обстоятельство, что достижение сверхвысокого вакуума при технически осуществимой

быстроте откачки связано с необходимостью прогрева до температуры не менее  $350^{\circ}\text{C}$ , хорошо иллюстрируется фиг. 19 [7], где приведены циклы прогрева при разных температурах большого металлического сосуда, откачиваемого насосом с предельным вакуумом порядка  $2 \cdot 10^{-10}$  тор. Совершенно очевидно, что для снижения



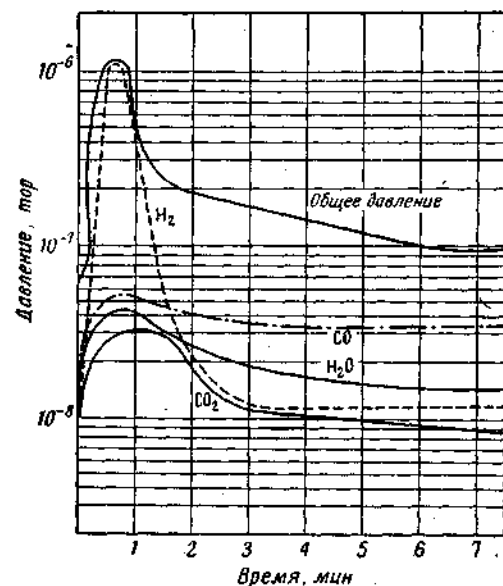
Фиг. 19. Давление в сверхвысоковакуумной системе в зависимости от времени прогрева при различных температурах (Фишхоф и др. [7]).

скорости газовой выделения до уровня, не препятствующего достижению предельного вакуума системы откачки, необходима температура выше  $300^{\circ}\text{C}$ .

Различные авторы изучали также поведение отдельных газовых компонентов в ходе десорбции. Результаты одного из таких исследований приведены на фиг. 20 [8]. Анализ кривых парциального давления может дать определенную информацию о характере связи десорбирующего газа.

Однако с практической точки зрения больший интерес часто представляет вопрос о том, насколько рациональна та или иная предварительная обработка материалов, применяемых в сверхвысоковакуумных установках.

Изучением этого вопроса занимались Флекен и Нёллер [9]. На фиг. 21 графически представлена кинетика процесса десорбции для различных сортов стали в зависимости от предварительной обработки при температуре прогрева 450° С. Результаты показывают, что

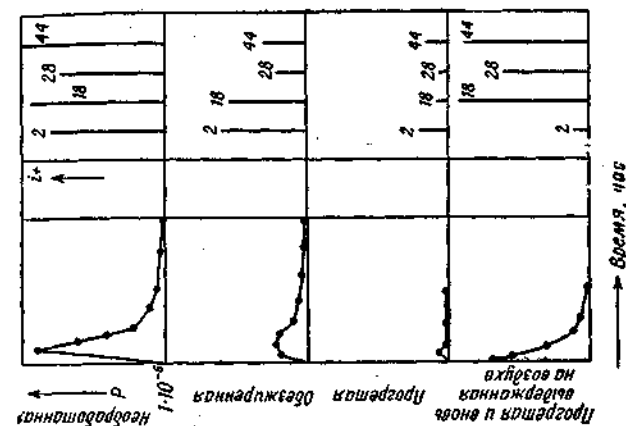


Фиг. 20. Газовыделение никеля при 850° С (Варади [8]).

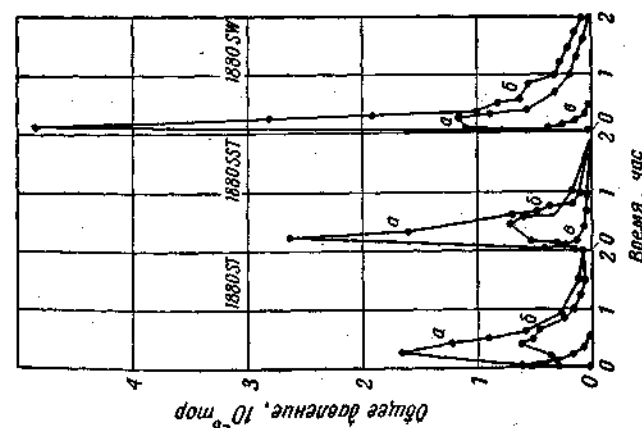
Падение давления различных компонентов остаточного газа происходит с различной скоростью.

использование в области сверхвысокого вакуума обезжиривания материалов, часто применяемого в вакуумной технике, совершенно нерационально с точки зрения снижения десорбции<sup>1)</sup>. Из графиков видно, что, хотя вначале прогрева предварительно обезжиренные материалы имеют меньшую скорость газовыделения, уже через

<sup>1)</sup> Заметим, однако, что при соединении металлических фланцев следует обязательно производить тщательное обезжиривание уплотняющих поверхностей, поскольку иначе нельзя получить удовлетворительного контакта между прокладкой и фланцем.



Фиг. 22. Газовыделение нержавеющей стали и спектры масс, снятые при максимальных давлениях для 450° С в зависимости от рода предварительной обработки (Флекен и Нёллер [9]).



Фиг. 21. Газовыделение сталей разных сортов, подвергшихся различной обработке при 450° С (Флекен и Нёллер [9]). а — обезжиренная сталь; б — сталь, обезжиренная в паре; в — прокатанная сталь.

2 час скорости десорбции как для обезжиренных, так и для необезжиренных сталей практически одинаковы. В то же время, как следует из графиков, приведенных на фиг. 22, по-видимому, целесообразно предварительно обезгаживать стальные детали перед их монтажом. Однако такая обработка дает преимущество лишь в том случае, если сталь используется сразу же после прогрева. Если же после обработки материал в течение нескольких месяцев находился в соприкосновении с атмосферным воздухом, то процессы газовой выделения необработанного и предварительно обработанного материалов слабо различаются. Количественно результат предварительной обработки можно оценить по максимумам пиков приводимых масс-спектров. Однако следует подчеркнуть, что состав остаточного газа при максимальном давлении с практической точки зрения не представляет большого интереса. Из-за упомянутой выше сложной взаимосвязи процессов десорбции нельзя привести справочные данные для скорости обезгаживания в зависимости от температуры, времени и материала. Весьма приблизительно можно сказать только следующее: практические исследования показывают, что скорости обезгаживания непрогретых, но тщательно очищенных в высоком вакууме материалов после длительной откачки находятся в пределах от  $\bar{Q}=1 \cdot 10^{-7}$  л·тор·сек<sup>-1</sup>·см<sup>-2</sup> до  $\bar{Q}=1 \cdot 10^{-8}$  л·тор·сек<sup>-1</sup>·см<sup>-2</sup>. С другой стороны, после очень продолжительного обезгаживания поверхности стекла при 450°С достигается значение  $\bar{Q}=1 \cdot 10^{-14}$  л·тор·сек<sup>-1</sup>·см<sup>-2</sup>. Для металлов минимальным значением можно считать  $\bar{Q}=1 \cdot 10^{-12}$  л·тор·сек<sup>-1</sup>·см<sup>-2</sup>.

Это различие и является причиной того, что для лабораторных систем с малой удельной быстротой откачки в качестве конструкционного материала охотно используют стекло. Если в случае металлической системы принять минимальное значение  $\bar{Q}=1 \cdot 10^{-8}$  л·тор для непрогретой поверхности и  $\bar{Q}=1 \cdot 10^{-12}$  л·тор для поверхности, прогретой при 450°С, то оказывается, что в результате прогрева скорость газовой выделения снижается на 4 порядка. Прогрев при еще более высокой температуре сопряжен с серьезными техническими трудностями. Если же аппаратура, как это бывает в большинстве случаев,

состоит не только из металлических, но и из стеклянных деталей (манометры, соединительные трубки и т. д.), этого вообще нельзя делать. Если теперь, согласно Хобсону [5], упрощенно принять, что скорость газовой выделения связана с температурой простым экспоненциальным законом, то приближенно можно сказать, что скорость газовой выделения понизится почти на 10 порядков после обезгаживания при 100°С по сравнению со скоростью газовой выделения при комнатной температуре. О том, что эта модель не достаточно точно особенно для воды, уже было упомянуто.

На этом следует закончить главу. Обсуждение изложенных в следующем разделе процессов адсорбции несколько углубит наши знания о взаимодействии газов с поверхностью.

### § 3. Адсорбция

По своей физической природе адсорбция и десорбция различаются только тем, что они означают противоположные направления одного и того же процесса. Если в книге оба процесса все-таки рассмотрены порознь, то это объясняется тем, что в соответствии с принятым с самого начала методом изложения необходимо проводить разграничение между выделением газа  $Q$  и его удалением, обозначаемым термином «быстрота откачки»  $S$ . В соответствии с этим основному уравнению  $P=Q/S$  можно теперь придать более общую форму  $P=Q/(S+S_A)$ , где под  $S_A$  будем понимать любой адсорбционный процесс, способствующий повышению быстроты откачки вакуумной системы. Величина  $S_A$  не является константой; аналогично рассмотренному выше процессу десорбции она зависит от целого ряда таких факторов, как давление, время, температура, материал и структура адсорбирующей поверхности, природа и температура адсорбированных газов и т. д.

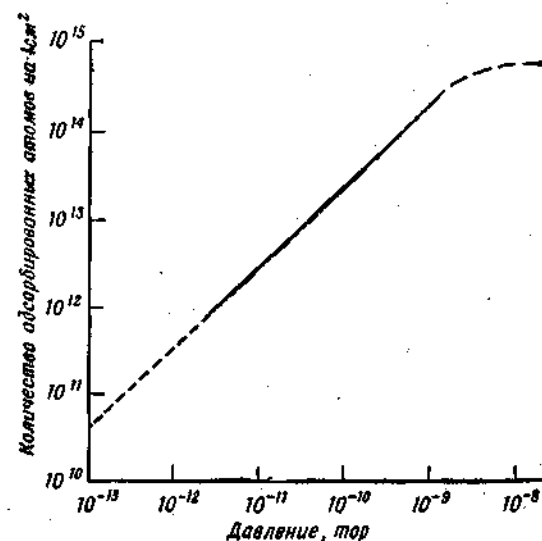
В соответствии с моделью, приведенной на фиг. 15, десорбированные частицы могут опять адсорбироваться на поверхности в состояниях с различными энергиями связи. Можно выделить два крайних случая: 1) инертные газы либо вообще не адсорбируются на поверхности, либо адсорбируются очень слабо; 2) химически активные

газы на переходных металлах удерживаются очень сильно. Отметим далее, что адсорбция протекает поразному на чистой поверхности и на поверхности, покрытой одним или несколькими слоями. При степени заполнения  $\eta < 1$  любая частица, падающая на поверхность, тотчас же находит незанятый участок, способный к образованию связи. Иное положение при степени заполнения  $\eta > 1$ <sup>1)</sup>. В этом случае либо адсорбционный центр освобождается в результате вторичного процесса, либо частицы адсорбируются поверх уже ранее связанных частиц (например, при физической адсорбции происходит образование второго слоя с меньшей энергией связи и, следовательно, с меньшей вероятностью прилипания). Вторичные процессы могут заключаться, например, в том, что адсорбированные на поверхности частицы будут диффундировать в более глубокие слои адсорбента. В любом случае понятно, что при степени заполнения  $\eta = 1$  должен появляться излом на изотерме адсорбции. Это хорошо видно на заимствованной из работы Редхеда [10] фиг. 23, где приведена изотерма адсорбции гелия на стекле пирекс при 4,2° К. Вначале при низких давлениях количество адсорбированного газа увеличивается строго пропорционально давлению. При достижении степени покрытия  $\eta = 1$ , т. е. при образовании монослоя, кривая довольно резко изгибается, становясь параллельной оси абсцисс. Это означает, что дополнительной адсорбции больше не происходит. Из анализа этого графика можно заключить следующее: максимально возможным покрытием при высоком давлении для системы гелий — пирекс, очевидно, является монослой, однако при давлениях ниже определенной величины наступает равновесное состояние при степени покрытия значительно меньшей, чем монослой. Отсюда можно заключить, что связь в данном случае должна быть очень слабой. Уже при незначительной степени заполнения, очевидно, наступает настолько сильная десорбция адсорбированных атомов, что она уравнивает адсорбцию. В равновесных условиях количество адсорбированного газа возрастает прямо пропорционально давлению до тех пор,

<sup>1)</sup> Случай  $\eta = 1$  соответствует покрытию, равному монослою.

пока при полном покрытии не наступит истинное насыщение поверхности, что делает невозможной увеличение адсорбции при дальнейшем увеличении давления.

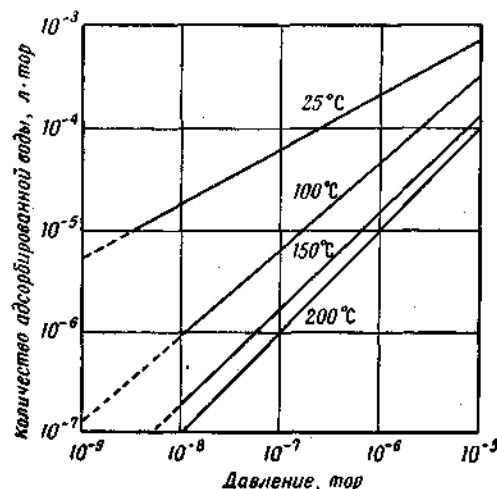
Иное положение возникает в случае процессов адсорбции, характеризующихся более прочной связью.



Фиг. 23. Изотерма адсорбции гелия на стекле пирекс при 4,2° К (Редхед [10]).

Десорбцией здесь можно пренебречь, т. е. можно считать, что адсорбционное равновесие практически сдвинуто в сторону адсорбции. В этом случае независимо от давления будет происходить непрерывное заполнение поверхности до образования монослоя. Другими словами, изотерма адсорбции с самого начала должна быть параллельна оси абсцисс. На фиг. 24 приведены изотермы адсорбции водяного пара, полученные Клоппером [11]. Они наглядно демонстрируют изменение наклона изотерм в зависимости от температуры. В предельном случае, т. е. в случае горизонтального хода изотермы, нагляднее представлять результаты измерений в виде зависимости вероятности прилипания от заполнения, как

это сделано на фиг. 25 для системы азот — вольфрам (по Беккеру [12]). Как видно из графика, скорость адсорбции (скорость откачки) в определенной области остается постоянной до тех пор, пока не образуется монослой. Затем она быстро падает до небольшого значения или даже до нуля. Ордината на этом графике, впрочем, характеризует не саму скорость адсорбции, а отношение

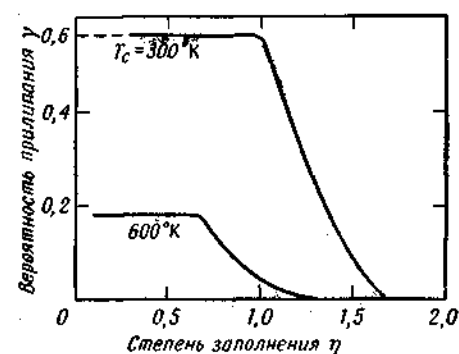


Фиг. 24. Изотермы адсорбции водяного пара на стекле для различных температур (Клоппер [11]).

числа адсорбированных частиц к числу ударившихся о поверхность, которое отложено в виде уже упомянутой вероятности прилипания  $\gamma$ .

Обсудим теперь влияние обоих предельных случаев адсорбции на вакуум в системе, допустив при этом, что степень заполнения  $\eta < 1$ . В случае слабой связи при каждом изменении давления устанавливается новое адсорбционное равновесие. Это означает, что при таких условиях после изменения давления в вакуумной системе всегда необходимо выждать определенное время, пока не установится новое адсорбционное равновесие. Поэтому в системах сверхвысокого вакуума не удается зарегистрировать быстро протекающие процессы даже в

тех случаях, когда чувствительность измерительной аппаратуры позволяет это сделать. Пропорциональная зависимость адсорбции от давления в случае слабой связи также означает, что время установления адсорбционного равновесия при изменении давления должно оставаться неизменным. В случае прочной связи ситуация непосредственно после изменения давления оказывается несколько более благоприятной, поскольку в этом случае даже



Фиг. 25. Вероятность прилипания азота на вольфраме при различных температурах (Беккер [12]).

после изменения давления дополнительную быстроту откачки, обусловленную адсорбцией, можно считать постоянной до тех пор, пока не образуется монослой.

Иное положение возникает в том случае, когда монослой уже образован. (При вероятности прилипания  $\gamma = 1$  даже при давлении  $10^{-10}$  тор это происходит всего за 3 час.) В этом случае роль адсорбции как при слабой, так и при прочной связи значительно уменьшается. Однако случаи слабой и прочной связи по-прежнему будут различаться по их отношению к изменению давления. При прочной связи процесс адсорбции необратим, т. е. при новом снижении давления адсорбированный слой не будет влиять на вакуум в системе. Напротив, при слабой связи изменение давления в системе лишь до тех пор не влияет на адсорбцию, пока оно не упадет ниже

определенной границы. После этого возникает та же ситуация, что и в рассмотренном выше случае обратимой адсорбции.

Здесь необходимо отметить еще следующее: число частиц, образующих монослой, можно вычислить только с точностью до порядка величины. Для получения более точного значения необходимо знать, адсорбированы ли частицы только на атомах, находящихся в узлах решетки, или можно применить принцип плотной упаковки шаров. Даже если предположить, что частицы связаны только с нормальными атомами решетки, расчет все равно невозможен, поскольку в реальных условиях редко приходится иметь дело с идеальной гранью кристалла, для которой число нормальных поверхностных атомов можно вычислить, исходя из постоянной решетки. Реальной поверхности свойственны шероховатость и термический беспорядок, и поэтому число поверхностных атомов всегда оказывается завышенным на величину, не поддающуюся точному подсчету. Не вдаваясь в подробности, отметим здесь, что для металлов отношение теоретической поверхности к эффективной в зависимости от вида обработки может достигать в предельном случае 1:1830 (слой платины, гальванически нанесенный на платиновую подложку); меньшая, но все еще значительная разница наблюдается в случае свежeproкатанной Ni-жести 1:5,8 и для старенной Ni-жести 1:3,5 (по Дэшману [13]). По этой причине снятие изотерм и изобар адсорбции в отдельных случаях оказывается очень удобным методом определения количества частиц, образующих реальный монослой. Помимо этого, в некоторых случаях можно сделать заключение о том, на каких именно участках поверхности связываются адсорбированные частицы. В реальной вакуумной системе, как правило, одновременно протекает несколько параллельных процессов адсорбции. Поэтому зачастую необходимо в предварительных опытах определять условия адсорбции, чтобы избежать ошибочной интерпретации результатов измерения. В тех случаях, когда адсорбционные явления играют определенную роль при измерении или получении сверхвысокого вакуума, они будут еще раз обсуждаться в соответствующих разделах гл. 3 и 4.

#### § 4. Пропускная способность в области сверхвысокого вакуума

Формулы Кнудсена для пропускной способности в том виде, в каком они приведены в гл. 2 § 2, применимы в области сверхвысокого вакуума лишь в ограниченной степени. Здесь прежде всего следует обратить внимание на два явления:

- 1) на влияние так называемого просачивающегося потока, описанного Клаузингом [14] и Кирхнером [15],
- 2) на отклонение от вытекающей из формулы (15) пропорциональности между пропускной способностью  $\sqrt{T}$  и  $1/\sqrt{M}$ ; это явление, известное под названием эффекта Блирса [17], было изучено Хефером и Хенгефосом [16].

Прежде всего сделаем несколько замечаний об эффекте просачивающегося потока. Это явление имеет место уже в обычной вакуумной системе в тех случаях, когда молекулы вещества, имеющего предельно низкую упругость пара при температуре вакуумной системы, попадают в трубопровод в виде молекулярного пучка (например, из кипятильника). Вследствие низкой упругости пара молекулы после столкновения со стенкой не отскакивают обратно в пространство, а остаются на стенке, т. е. конденсируются. В этом случае через трубопровод могут пройти только те молекулы, которые пролетают без соударения со стенкой. Все частицы, столкнувшиеся со стенкой, уже не будут участвовать в процессе переноса. В результате пропускная способность оказывается значительно меньше, чем это следует из формулы Кнудсена. Если, например, трубопровод имеет всего лишь одно колено, то пропускная способность может быть даже равна нулю. В обычной вакуумной системе подобный случай довольно тривиален. Гораздо большее значение имеет аналогичный эффект в области сверхвысокого вакуума. Уже отмечалось, что вероятность прилипания газа на стенках можно считать равной  $\gamma=1$ , пока степень заполнения  $\eta < 1$ . Это означает, что молекулы газа, для адсорбции которых выполнены указанные условия, просто будут прилипать к стенкам, оставаясь там до достижения критической степени заполнения. (Хотя их равновесное давление над собственной



конденсированной фазой может быть при этом очень значительным.) Лишь когда вероятность прилипания упадет до нуля, такие молекулы смогут перемещаться по трубопроводу, подчиняясь закону Кнудсена. Отсюда необходимо сделать заключение, что пропускная способность в области сверхвысокого вакуума может значительно отличаться от теоретического значения и будет, как и в рассмотренном выше разделе адсорбции, зависеть от типа адсорбции на стенках трубопровода до тех пор, пока в системе не установится адсорбционное равновесие. Если до сих пор речь шла о процессах, носящих переходный характер и не сказывающихся заметным образом на конечном результате, то постоянное отклонение течения высокомолекулярных соединений от течения, описываемого формулой Кнудсена, представляет серьезные затруднения. Можно без всякого преувеличения сказать, что речь пойдет о важнейшем эффекте, оказывающем влияние на получение и измерение сверхвысокого вакуума в таких системах, где в состав остаточных газов входят и высокомолекулярные соединения. Мы отложим подробное описание экспериментов Хефера и Хенгефоса до гл. 4, § 2, так как для их понимания необходимо предварительно ознакомиться с принципом действия манометра Байярда — Альперта. Пока же отметим только два наиболее существенных результата:

1. Пропускная способность трубопровода круглого сечения для паров масла может быть на несколько порядков меньше пропускной способности для обычных газов, чем это следует из отношения  $\sqrt{M_{\text{газ}}}/\sqrt{M_{\text{масло}}}$ . До настоящего времени еще не удалось количественно определить величину этого отклонения в зависимости от соотношения между диаметром и длиной трубопровода и его формой. Поэтому ее необходимо определять экспериментально в каждом отдельном случае.

2. Хефер и Хенгефос [18] вывели для пропускной способности трубопровода при потоке высокомолекулярных соединений общий температурный закон следующего вида:  $L = L_0 e^{-Q/RT}$ . Отсюда следует, что за этот процесс, очевидно, ответственны определенные процессы взаимодействия на поверхности трубопровода, которые всегда требуют энергии активации  $Q$ . Правда, о самом меха-

низме процесса на основании этих данных еще ничего нельзя сказать. Хотя полученные до сих пор результаты и передают надежно суть явления, теоретически они еще до конца не исследованы.

Поскольку обсуждение рабочих гипотез выходит за рамки данной монографии, подчеркнем только, что этот эффект имеет большое значение для определения размеров масляных ловушек. Этот эффект важен также и при измерении давления в присутствии паров масла. Эта проблема будет подробно рассматриваться в гл. 4, § 2.

## Глава 4

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ  
СВЕРХВЫСОКОГО ВАКУУМА

## § 1. Общие замечания

В области сверхвысокого вакуума необходимо измерять следующие параметры:

1. Полное давление в диапазоне от  $10^{-8}$  до  $10^{-12}$  тор.
2. Парциальные давления газов в указанном диапазоне полных давлений. Для определения примеси газа в 1% предел измерения парциальных давлений должен достигать  $10^{-14}$  тор, а для определения примеси в 0,1% —  $10^{-15}$  тор.
3. Степень покрытия поверхности адсорбированными газами (когда покрытие значительно меньше чем 1 монослой).
4. Молекулярные пучки, количественное определение которых необходимо в некоторых частных случаях, например при измерении направленных потоков масла или определении скорости испарения. Специальные методы измерений молекулярных пучков, применяющиеся при изготовлении тонких пленок, исключены из обсуждения, так как они относятся к особой проблеме, выходящей за рамки данной книги.
5. Течи в аппаратуре, отыскание которых является очень важной задачей. Обычно требуется чувствительность до  $10^{-12}$  л·тор·сек<sup>-1</sup>, а в некоторых случаях необходимо находить еще меньшие течи.

Из перечисленных вопросов остановимся только на методах измерения сверхвысокого вакуума. Рассмотрение вопроса течеискания перенесено в гл. 7. После описания важнейшего прибора, применяющегося в сверхвысоком вакууме, так называемого манометра Байярда — Альперта, обсудим факторы, влияющие на точность измерений в сверхвысоком вакууме.

## § 2. Методы измерения полного давления

## 1. МАНОМЕТР БАЙЯРДА — АЛЬПЕРТА

Принцип действия ионизационного манометра описан в гл. 2, § 4. На практике уравнение (26)  $-I^+ = I^- \cdot C \cdot P$  решают относительно давления

$$P = \frac{-I^+}{I^- \cdot C} \quad (39)$$

и затем по данному электронному току  $I^-$  и данной постоянной манометра  $C$  определяют давление, измеряя ионный ток. Уже отмечалось, что ионизационный манометр обычно калибруется по азоту. Если действительный состав газов, находящихся в аппаратуре, неизвестен, то приходится удовлетворяться выражением давления только в азотном эквиваленте. Если же природа остаточных газов известна, то для определения истинного давления можно использовать коэффициент  $1/C' = d \cdot 1/C$  вместо величины, обратной постоянной манометра,  $1/C$ . В табл. 2 приведены величины пересчетного коэффициента  $d$  для различных газов, полученные для ионизационных манометров при ускоряющем электроны напряжении 150 в и потенциале коллектора (относительно катода) около —30 в. На фиг. 26 показано изменение чувствительности манометра Байярда — Альперта в зависимости от рода газа и энергии электронов (см. также фиг. 12). Было показано, что при снижении давления до известного предела ионизационные манометры перестают подчиняться закону  $-I^+ = I^- \cdot C \cdot P$ , и на

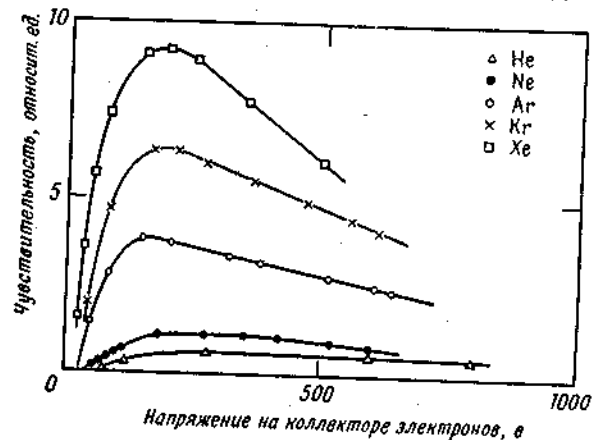
Таблица 2  
ПЕРЕСЧЕТНЫЕ КОЭФФИЦИЕНТЫ  
ДЛЯ ИОНИЗАЦИОННЫХ МАНОМЕТРОВ

H <sub>2</sub>	2,38	CO <sub>2</sub>	0,72
He	4,77	H <sub>2</sub> O	1,13
Ne	3,10	O <sub>2</sub>	1,18
N <sub>2</sub>	1,00	Kr	0,52
Ar	0,67	Xe	0,37
CO	0,92	Hg	0,28

ионный ток накладывается постоянный ток того же направления. Этот ток пропорционален электронному току, но не зависит от давления, существующего в системе. И поэтому действие манометра точнее описывается уравнением

$$-I^+ = I^- (CP + \alpha). \quad (40)$$

Впервые рабочую гипотезу, объясняющую это явление, выдвинул Ноттингем [1], затем ее подтвердили



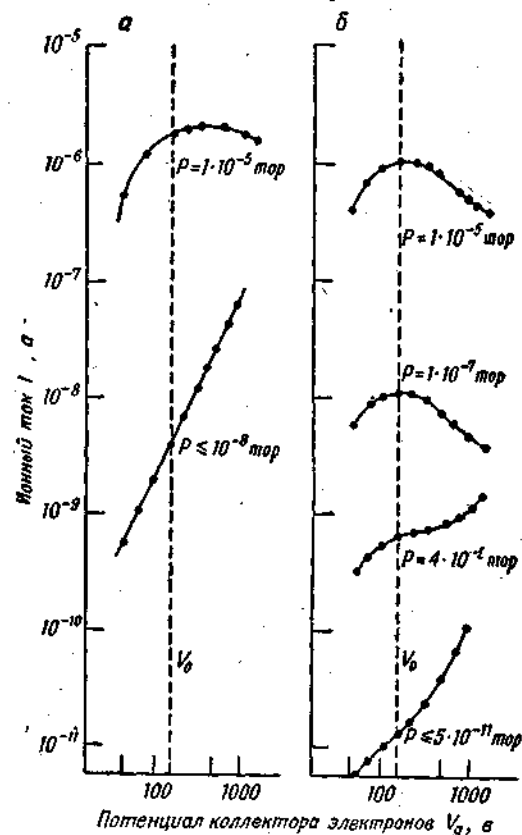
Фиг. 26. Зависимость чувствительности по инертным газам манометра Байярда — Альперта от напряжения на коллекторе электронов (Кобик и др. [18]).

Байярд и Альперт [2]. По представлению Ноттингема, электроны, эмиттированные катодом, вызывают на аноде мягкое рентгеновское излучение, которое распространяется в пространстве симметрично во всех направлениях. Возникшие кванты рентгеновского излучения попадают на коллектор ионов, находящийся под отрицательным потенциалом по отношению к остальным электродам, и вызывают ток фотоэлектронов, стекающий на анод. Измерительный прибор, включенный в цепь коллектора, не может отличить ток, возникающий за счет ионов, падающих на коллектор, от фотоэлектронного тока, появляющегося под действием рентгеновских квантов. При низ-

ких давлениях это приводит к слишком большому кажущемуся ионному току. Создаваемый фотоэлектронами ток должен сильно зависеть от энергии первичных электронов. Если повысить эту энергию, то увеличится энергия рентгеновского излучения, а с ней экспоненциально возрастет число освобождаемых электронов. Следовательно, если в ионизационном манометре при давлении ниже «рентгеновской границы» постепенно увеличивать энергию электронов, то на графике  $\lg I^+ / \lg U_A$  ( $I^+$  — ток коллектора,  $U_A$  — напряжение на аноде) мы должны получить прямую линию, характерную для рентгеновского процесса, в то время как при высоких давлениях ток  $I^+$  на таком графике должен выражаться кривой, типичной для процесса ионизации (см. фиг. 26).

Байярд и Альперт высказали следующее соображение: если в ионизационном манометре уменьшить геометрическую поверхность коллектора, обеспечив при этом фокусировку на коллекторе того же числа ионов, то должно улучшиться соотношение между фотоэлектронным током и ионным током при данном давлении, так как для рентгеновского излучения, распространяющегося в пространстве с круговой симметрией, коллектор будет иметь намного меньшее сечение, а для ионного тока действующее сечение не изменится. Байярд и Альперт применили электродную систему ионизационного манометра, показанную на фиг. 28. Коллектором ионов служила вольфрамовая проволока малого поперечного сечения ( $\sim 0,2$  мм), благодаря чему поверхность коллектора оказалась примерно в  $10^3$  раз меньше, чем в манометрах с обычным расположением электродов. Полученные в результате этого преимущества очевидны из графиков фиг. 27. Слева показан для обычного ионизационного манометра график  $I^+/U_A$  в зависимости от давления. При  $P = 1 \cdot 10^{-5}$  тор вид кривой еще соответствует вероятности ионизации, представленной на фиг. 26. При давлении  $P < 1 \cdot 10^{-8}$  тор ход кривой определяется исключительно рентгеновским эффектом. Для манометра Байярда — Альперта (правая часть фиг. 27) при давлении  $10^{-7}$  тор влияние рентгеновского излучения еще не заметно. При  $P = 4 \cdot 10^{-9}$  тор этот эффект становится заметен при больших энергиях электронов;

Для энергии порядка 100 эв, соответствующей максимальной ионизации (см. фиг. 26) и поэтому применяющейся на практике, влиянием рентгеновского эффекта

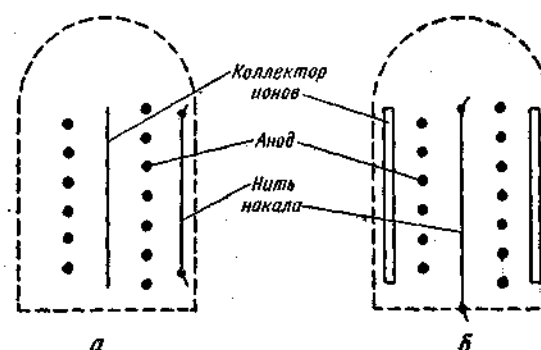


Фиг. 27. Зависимость ионного тока ионизационного манометра от напряжения на коллекторе электронов для различных давлений (Байярд и Альперт [2]).

а — обычный ионизационный манометр; б — манометр Байярда — Альперта.

еще можно пренебречь. Наконец, при давлении  $5 \cdot 10^{-11}$  тор ход кривой определяется в основном фотоэлектронным током, но все-таки и здесь можно до некоторой степени оценить давление, так как график в этой области еще

не прямолинеен. По результатам измерений, показанным на фиг. 27, определяют фототок ионизационного манометра, экстраполируя прямолинейную часть кривой в области более низких энергий электронов. Точное определение этого тока требует более низких давлений, чем те, которые достигались в описанных измерениях. Исследования Хубера [3] показали, что при экстраполяции следует проявлять известную осторожность. По

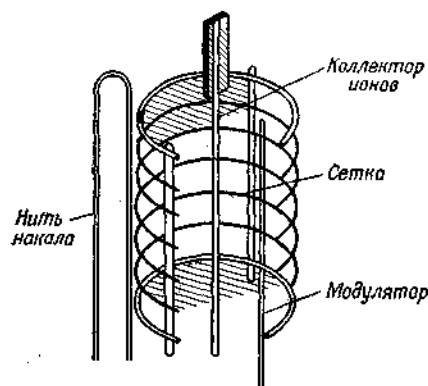


Фиг. 28. Геометрическое устройство манометра Байярда — Альперта (а) и обычного ионизационного манометра (б) (Байярд и Альперт [2]).

не установленной до сих пор причине манометр Байярда — Альперта вместо ожидаемой по методу экстраполяции рентгеновской границы порядка  $5 \cdot 10^{-11}$  тор показал на практике величину  $3 \cdot 10^{-10}$  тор, т. е. предел измерений манометра лежит почти на порядок выше, чем следовало ожидать. Это было установлено путем сравнения показаний манометра Байярда — Альперта с показаниями манометра Лафферти, описанного в гл. 4, § 2, п. 3. Точно объяснить это явление пока не удалось, но можно высказать следующие соображения.

Рентгеновский предел вызывается появлением вторичных электронов. Следовательно, он должен зависеть от работы выхода материала коллектора. Известно, что работа выхода резко зависит от чистоты поверхности, а именно: для загрязненной поверхности работа выхода

часто меньше, чем для чистой. Но меньшая работа выхода означает большую эффективность, а в нашем случае — более высокий рентгеновский предел. Следовательно, вполне возможно, что рентгеновский предел, измеренный ранее в предельно чистых условиях, при других условиях лежит выше, чем следовало ожидать. В настоящее время считается, что тщательный прогрев перед измерениями, приводящий к очистке поверхности



Фиг. 29. Манометр Байярда — Альперта с модуляцией для исключения рентгеновского эффекта (Редхед [4]).

коллектора, снижает этот паразитный эффект. Однако, как показал Хубер, может иметь место совершенно противоположный случай. При прогреве загрязнения, находящиеся внутри материала коллектора, могут, по-видимому, выходить на поверхность и этим снижать работу выхода. Такими загрязнениями могут быть, например, щелочные металлы, используемые для сообщения вольфрамовой провололке требуемых механических свойств. Со временем щелочные металлы, вынесенные на поверхность, испаряются, и рентгеновский предел вновь понижается.

Возможный путь устранения влияния рентгеновского излучения предложил Редхед [4]. Манометр, показанный на фиг. 29, снабжен вспомогательным коллектором, который непосредственно для измерений не используется, но на него подается либо потенциал основного кол-

лектора, либо потенциал сетки. Этот вспомогательный коллектор называют «модулятором». Если модулятор находится под потенциалом сетки, то манометр ведет себя как обычный манометр Байярда — Альперта. На основной коллектор течет ток

$$-I^+ = I^- (CP + a). \quad (40)$$

Если же модулятор находится под потенциалом коллектора, то часть ионного тока, попадающего раньше на основной коллектор, течет теперь на модулятор. Фототок  $\alpha I^-$ , уходящий с основного коллектора, при этом не меняется, так как на рентгеновское излучение модуляция не влияет. Если принять, что во время измерений значения  $I^-$  и  $P$  остаются постоянными, то для состояния до модуляции можно записать

$$-I^+ = I_p + I_x. \quad (41)$$

где  $I_p$  — ионный ток, зависящий от давления;  $I_x$  — фототок. При модуляции на основной коллектор будет попадать ток

$$-I_1^+ = I_p + I_x - I_M. \quad (42)$$

где  $I_M$  — часть ионного тока, ушедшего на модулятор. (Ток модулятора не проходит через измерительный прибор.) Если подсчитать разность токов основного коллектора для двух случаев включения модулятора, то при этом исключится фототок, уходящий с коллектора. Таким образом появляется возможность измерять ионный ток модулятора, прямо пропорциональный давлению, без фототока, возникающего на самом модуляторе. Возникает мысль, нельзя ли, подав на модулятор переменное напряжение, получить  $\Delta I^+ = I_M$  в виде переменного тока и усилить его, чтобы избавиться от обременительной необходимости образовывать разность? Однако практически это невозможно, так как измерение возникающего малого переменного тока приводит к недопустимому усложнению аппаратуры. Кроме того, применение переменного модулирующего напряжения приводит к помехам за счет наводок на коллекторе. Итак, в связи с тем, что в манометре с модулятором приходится изме-

рять разность двух значений постоянного тока, этот метод неудобен для практических измерений.

Казалось бы, что рентгеновский предел манометра Байярда — Альперта можно снизить путем дальнейшего уменьшения геометрических размеров коллектора. В модели, предложенной Байярдом и Альпертом, возможности уменьшения диаметра нити коллектора ограничены соображениями механической прочности. Предел лежит при диаметре коллектора около 0,1 мм. Венема [5] показал, что можно перейти к предельно малому диаметру нити ( $\sim 25$  мк), если коллектор закреплять не консольно, а подвесить на обоих концах. С таким манометром Венема достиг рентгеновского предела порядка  $10^{-12}$  тор. Шютце и Шторк [6] укоротили консольно закрепленный коллектор, что позволило использовать нить меньшего диаметра. Они показали, что чувствительность манометра при этом меняется незначительно, а рентгеновский предел снижается до давления ниже  $10^{-11}$  тор. Этим в основном исчерпываются возможности манометра Байярда — Альперта. При более низких давлениях следует прибегать к принципиально другим способам измерений.

## 2. ФАКТОРЫ, ВЛИЯЮЩИЕ НА ТОЧНОСТЬ ИЗМЕРЕНИЙ ИОНИЗАЦИОННОГО МАНОМЕТРА

Прежде чем перейти к описанию других методов измерений, целесообразно рассмотреть на примере манометра Байярда — Альперта эффекты, влияющие на точность и воспроизводимость измерений в сверхвысоком вакууме. Некоторые из этих эффектов типичны только для манометра Байярда — Альперта и других подобных ему манометров. Другие, напротив, имеют более принципиальное значение и должны быть приняты во внимание при использовании описанных ниже приборов для измерения полных и парциальных давлений. Эти факторы, влияющие на точность измерений, могут быть классифицированы следующим образом:

- 1) откачивающее действие манометра за счет электрического поглощения газа;
- 2) адсорбционные явления;
- 3) газовыделение и процессы крекинга в манометре;
- 4) изменение свойств манометра со временем.

**Поглощение газа ионизационным манометром.** Проблему электрического поглощения следовало бы рассматривать в разделе, посвященном откачивающим устройствам. Однако влияние этого фактора на измерения в сверхвысоком вакууме настолько велико, что его необходимо рассмотреть здесь. Еще в 1858 г. Плюккер [7] наблюдал, что давление в газовом разряде со временем падает за счет проникновения положительных ионов в материал катода и их адсорбции после нейтрализации. В манометре Байярда — Альперта не все ионы попадают на коллектор: значительная часть ионов может попасть на внутренние поверхности колбы манометра, поскольку это позволяет их потенциал. Проблемой газопоглощения в манометре впервые занимался Мейерен [8]. Затем много количественных измерений провели Варнерин и Кармайл [9] и в последнее время — Кобик, Картер и Лекк [10].

Ионный ток на стенку колбы манометра  $I_{\text{ш}}^+$  пропорционален току на коллектор  $I_{\text{к}}^+$ . Следовательно, пренебрегая фототоком, который, конечно, появляется и в манометре Байярда — Альперта, можно записать

$$-I_{\text{ш}}^+ = I^- \cdot \bar{C}P, \quad (43)$$

где  $\bar{C}$  — постоянная манометра, характерная для процесса поглощения данного газа. Часть ионов, ударившихся о поверхность колбы, связывается на ней; этот процесс характеризуется коэффициентом прилипания  $\gamma$  (фиг. 30). Следовательно, для этой части ионов справедливо следующее уравнение:

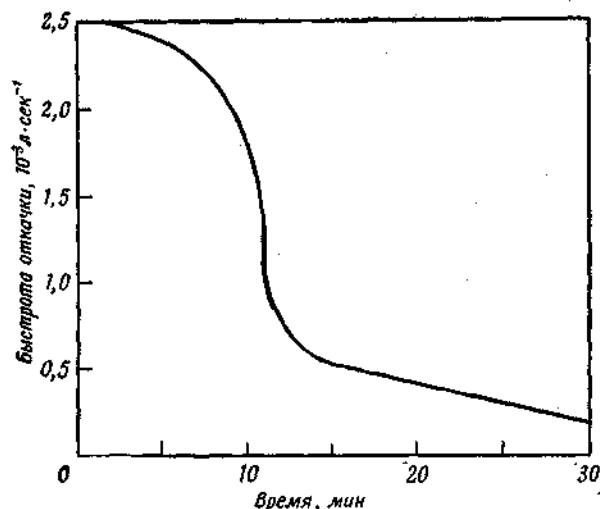
$$-\frac{dn}{dt} = Q = \gamma I^- \bar{C}P. \quad (44)$$

Если быстроту откачки обозначить через  $S = Q/P$ , то для описанного процесса

$$S_{\text{ш}} = \gamma I^- \bar{C}. \quad (45)$$

Из этого соотношения следует, что для уменьшения влияния газопоглощения на результаты измерений ионизационный манометр должен работать с возможно малыми электронными токами. Это можно пояснить на

численном примере. Если манометр присоединен к вакуумной системе через трубку диаметром 1 см и длиной 10 см, то пропускная способность такого соединения составляет примерно  $1 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$ . При электронном токе 10 ма скорость поглощения газа может составлять около  $0,2 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$ . Следовательно, в этом примере давление



Фиг. 30. Изменение во времени скорости откачки гелия манометром Байярда — Альперта (Варнерин и Кармайкл [54]).

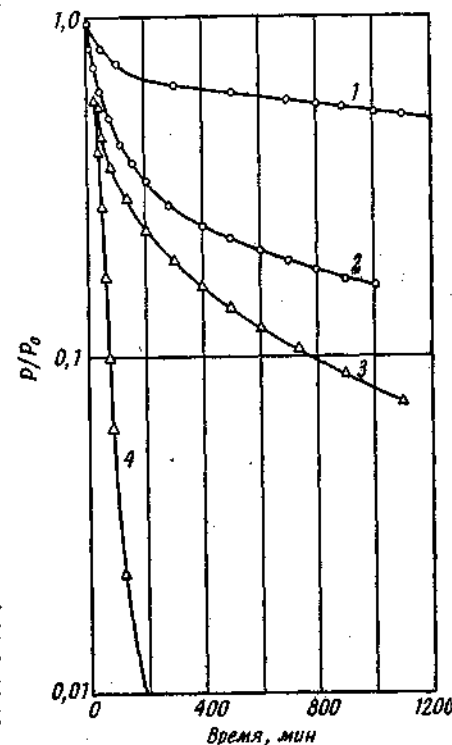
Объем системы 2 л;  $I^- = 10 \text{ ма}$ ,  $P_0 = 1 \cdot 10^{-7} \text{ тор}$ .

в манометре будет на 20% ниже, чем в откачиваемом сосуде. Это не было бы опасно, если бы величина  $\gamma$  была постоянной и ее можно было бы определить однократным замером. На практике же эта величина фактически неконтролируемым образом зависит от целого ряда параметров, как показывает фиг. 31 (из работы Варнерина и Кармайкла). На этом графике приведены кривые изменения во времени давления гелия в ионизационном манометре, отделенном вентилем от откачной системы, в зависимости от возраста манометра. Кривая 1 относится к новому манометру. Между всеми последовательно проводимыми измерениями 1, 2, 3 и 4 сетка каждый

раз обезгаживалась путем нагрева до высокой температуры за счет электронной бомбардировки. Оказалось, что быстрота откачки манометра, по-видимому, повышается благодаря этой процедуре обезгаживания. Авторы следующим образом объяснили этот эффект: новый манометр имеет практически чистые внутренние поверхности стеклянной колбы, которые, очевидно, обладают очень малой вероятностью прилипания ударяющихся ионов. При обезгаживании сетки стеклянные стенки запываются слоем металла. При наличии этой тонкой пленки, вначале еще невидимой, ионы связываются с гораздо большей вероятностью прилипания. Эта вероятность

повышается с увеличением толщины пленки, а затем приходит к асимптотическому значению, когда толщина пленки (около 200 Å) соответствует примерно глубине проникновения ионов с данной энергией (180 эв). Описанный эффект образования тонких металлических пленок неизбежен, так как ионизационные манометры должны систематически тщательно обезгаживаться.

К неконтролируемым параметрам относятся также изменяющиеся во времени эффекты насыщения и обратного выделения газа. Эти эффекты приводят к временным

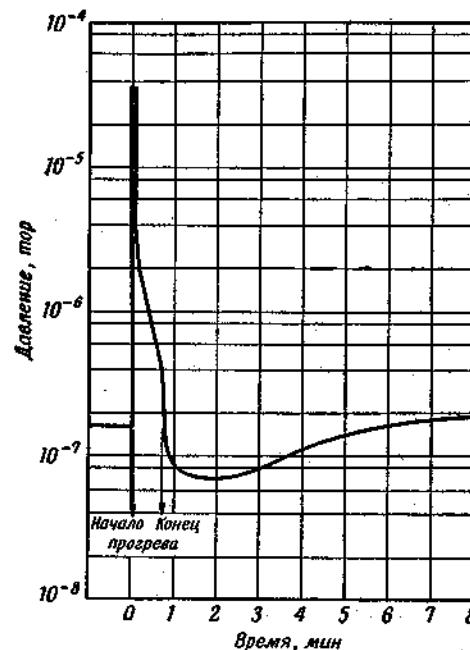


Фиг. 31. Влияние старения манометра Байярда — Альперта на быстроту откачки (Варнерин и Кармайкл [54]).

изменениям коэффициента прилипания, что ясно видно на фиг. 30. Этот вопрос будет обсуждаться более подробно при рассмотрении ионных насосов. Итак, невозможно указать постоянный коэффициент поглощения газа ионизационным манометром. Во многих случаях необходимо оценить возможность пренебрежения влиянием газопоглощения в манометре, особенно при наличии соединительного трубопровода с малой пропускной способностью. Оценку осуществляют следующим образом: последовательно определяют давление при разных электронных токах (например, 10, 1 и 0,1 *ма*) и проверяют, изменяются ли полученные показания с уменьшением тока. Если изменений нет, то можно быть уверенным, что при данных электронных токах поглощением газа можно пренебречь. (На практике это соответствует электронному току 0,1 *ма*, если соединительные трубки не слишком длинные и узкие.)

**Адсорбционные явления в ионизационных манометрах.** Недавно Редхед [11], а также Альперт и сотр. [12] обратили внимание на второй эффект, который в известных условиях может влиять на показания ионизационного манометра сильнее, чем электрическое газопоглощение. В примере, показанном на фиг. 32, манометр Байярда — Альперта прогревался электронной бомбардировкой сетки на откачном посту с постоянной скоростью откачки. По окончании прогрева давление явно падало ниже величины, установившейся до прогрева. Затем оно проходило через минимум и в течение нескольких минут опять асимптотически повышалось до прежнего значения. Сам манометр в этих измерениях был выключен, давление измерялось другим манометром, включенным параллельно. Это значит, что уменьшение давления после прогрева не могло быть вызвано электрическим газопоглощением. Следовательно, можно сделать вывод, что поверхности электродов, освобождающиеся при прогреве от загрязнений, в течение некоторого времени представляют собой хороший адсорбционный насос для остаточных газов, а затем со временем насыщаются. (При коэффициенте прилипания  $\gamma=1$  и показанном на графике давлении  $7 \cdot 10^{-8}$  *тор* время образования моно-

слоя составляет примерно 10 *сек*. Насыщение наступает гораздо медленнее.) Возможность появления в данном случае значительной быстроты откачки вытекает из следующих соображений: поверхность сетки манометра

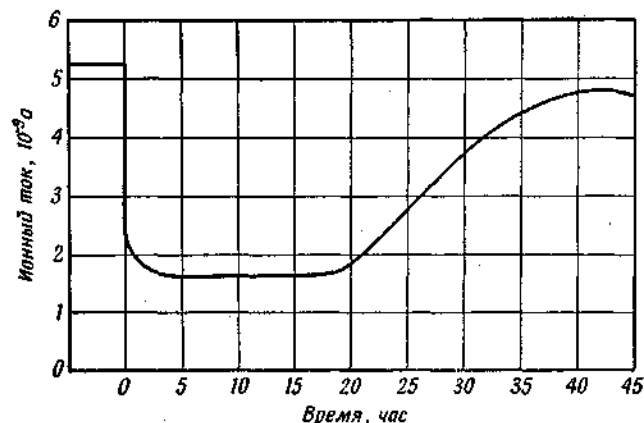


Фиг. 32. Влияние прогрева манометра Байярда — Альперта на показание давления (Рейх [55]).

Байярда — Альперта составляла около 10 *см*<sup>2</sup>. Если принять коэффициент прилипания  $\gamma$  равным всего лишь 0,1, то сетка такой конструкции до насыщения будет иметь быстроту откачки примерно 10 *л · сек*<sup>-1</sup>. Следовательно, свежееобезгаженный манометр, соединенный с сосудом трубкой, имеющей пропускную способность 1 *л · сек*<sup>-1</sup>, до прихода в состояние адсорбционного равновесия может показать давление, отличающееся от истинного в 10 и более раз. Чем ниже давление в системе, тем дольше происходит откачка до повторного насыщения обезга-



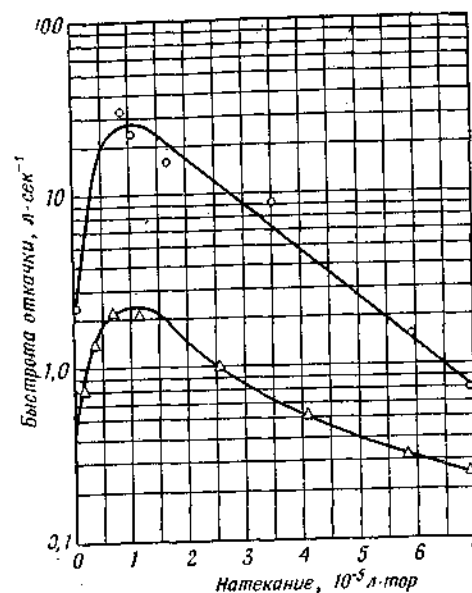
женных поверхностей. Это хорошо видно на графике фиг. 33, где представлено исследование, аналогичное предыдущему, но проведенное при давлении  $10^{-10}$  тор. Манометр был включен параллельно электроразрядному насосу типа «ваккон», и давление определялось по ионному току, протекающему в насосе. После выключения



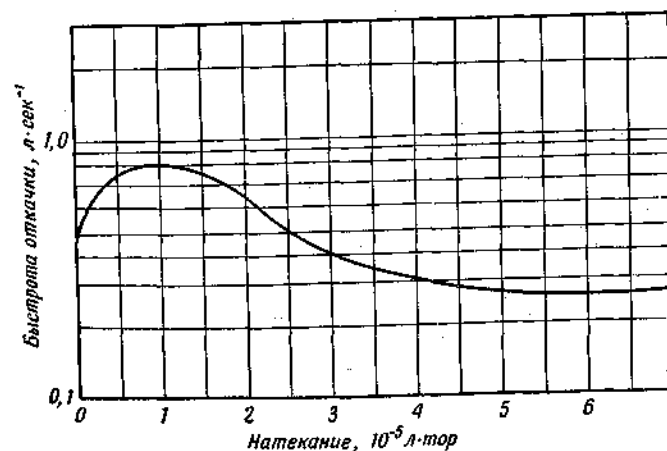
Фиг. 33. Откачивающее действие предварительно прогретой нити накала ионизационного манометра (Эймс и Христенсен [56]).

Нить накала включена при  $t = 0$ .

питания ионизационного манометра холодная нить накала производила, очевидно, значительное откачивающее действие на остаточный газ. При установившемся затем давлении порядка  $1,5 \cdot 10^{-11}$  тор откачка продолжалась примерно 40 час. Только после этого времени нить накала настолько насытилась, что сорбция прекратилась и установилось прежнее давление. С помощью специального эксперимента Ли, Томашке и Альперт [12] определили быстроту откачки свежееобезгаженного манометра по ряду газов. На фиг. 34 и 35 приведены примеры для  $N_2$  и  $CO$ . Измерения дали два неожиданных результата. Первый состоит в том, что скорость адсорбции достигает максимума только после достижения определенной степени покрытия ( $\eta \approx 0,2$ ) и затем при  $\eta = 1$  падает до нуля. Альперт и сотр., сравнивая эти результаты с измерения-

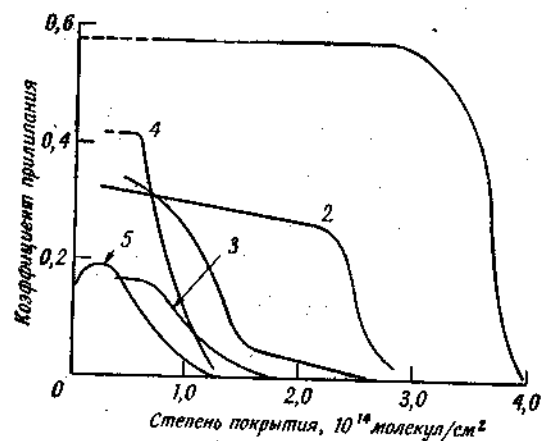


Фиг. 34. Быстрота откачки  $CO$  свежееобезгаженной сеткой манометра Байярда — Альперта в зависимости от натекания газа (Ли, Томашке и Альперт [12]).



Фиг. 35. Быстрота откачки  $N_2$  свежееобезгаженной сеткой манометра Байярда — Альперта в зависимости от натекания газа [12].

ми других авторов (фиг. 36), установили, что прежде никакие измерения с такой низкой степенью покрытия не проводились. Впрочем, фиг. 36 показывает, что результаты измерений разных авторов очень далеки друг от друга, но это не удивительно, если учесть затруднения, всегда возникающие при определении монослоя, о чем



Фиг. 36. Коэффициент прилипания азота на вольфраме (составлено Альпертом [12] по данным разных авторов [57—61]).

1 — данные Беккера [57]; 2 — данные Айзингера [58]; 3 — данные Эранха [59]; 4 — данные Шлира [60]; 5 — данные Иллинойса-Ли и др. [61].

уже упоминалось в гл. 3. Причины увеличения коэффициента прилипания в начале адсорбции еще не найдены.

Из фиг. 34 видно также, насколько трудно получить воспроизводимые результаты даже в экспериментах, следующих друг за другом. Несмотря на то что обе кривые были получены в совершенно одинаковых условиях, скорости поглощения отличались примерно в 10 раз. Так как возможность ошибки измерений здесь совершенно исключена, это является, пожалуй, ярким примером того, как трудно добиться воспроизводимых результатов эксперимента при взаимодействии между чистыми поверхностями и газами. Тем не менее этот пример показывает, что в особенно неблагоприятных условиях в манометре Байярда — Альперта быстрота откачки за счет

адсорбции может в отдельные промежутки времени достигать  $40 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$ . Из сказанного можно сделать следующий практический вывод: если манометр Байярда — Альперта обезгажен, то до начала измерений следует выждать время, соответствующее по меньшей мере образованию монослоя при данном давлении. После этого можно быть уверенным, что адсорбционный эффект не будет влиять на результаты измерений. Добавим, что по этой причине величину давления в сверхвысоком вакууме целесообразно записывать на ленте самопишущего прибора, так как часто лучшее доказательство надежности измерений можно получить при рассмотрении  $P-t$ -диаграммы.

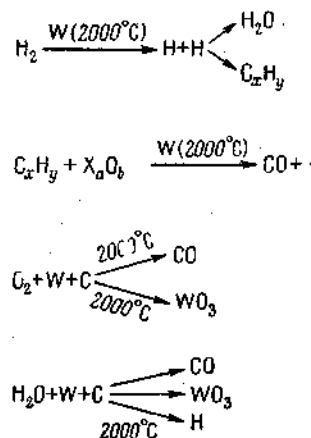
**Газовыделение и процессы крекинга в ионизационных манометрах.** Известно, что в ионизационном манометре выделяются газы за счет сравнительно высокого давления паров конструкционных материалов или недостаточного обезгаживания электродов и это приводит к повышению давления в манометре. Мы упоминаем об этом лишь для полноты изложения. Более сложна проблема изменения состава остаточных газов за счет явлений крекинга и возможного появления при этом новых сортов молекул. Крекинг может иметь две причины:

- 1) диссоциацию молекул на горячей нити накала и
- 2) расщепление молекул ионизирующими электронами.

Альперт [13] схематически изобразил процессы, которые могут протекать на вольфрамовой нити при температуре  $2000^\circ\text{C}$  в присутствии только таких простых газов, как  $\text{H}_2$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{O}_2$  и  $\text{H}_2\text{O}$  (фиг. 37). Особенно важна возможность образования групп  $\text{C}_x\text{H}_y$  (вторая строка), поскольку соединения, такие, например, как  $\text{CN}_4$  (метан), имеют высокое давление пара.

Уже этот пример показывает, что состав газов в ионизационном манометре может сильно меняться за счет горячей нити накала. Попытаемся оценить влияние диссоциации на катод с помощью простого примера. Обычно употребляемые нити накала имеют поверхность около  $0,2 \text{ см}^2$ . Такая нить взаимодействует примерно с  $2 \text{ л}$  воздуха в секунду, если газ находится при комнатной температуре и коэффициент взаимодействия  $\beta=1$ , т. е. ка-

ждая молекула, попавшая на горячую поверхность, каталитически изменяется. Коэффициент взаимодействия определяется аналогично коэффициенту прилипания. Это можно объяснить на примере модели, очень упрощенной по сравнению с действительным положением вещей. Предположим, что остаточные газы состоят только из паров воды  $H_2O$ . Каждая молекула воды, попавшая на



Фиг. 37. Химические процессы на вольфрамовой нити при  $2000^\circ C$  (Альперт [13]).

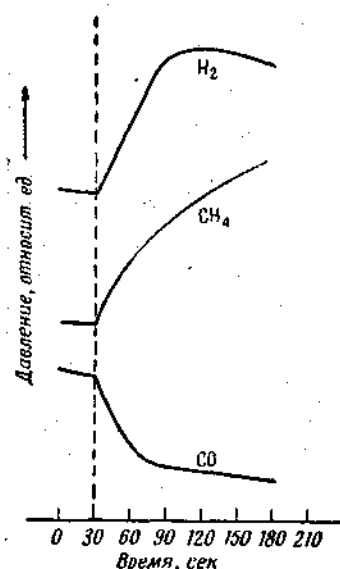
нить накала, разлагается на  $H_2$  и  $O$ , причем атомы кислорода немедленно соединяются с вольфрамом, образуя  $WO_3$ , и вследствие этого выбывают из объема манометра. Полное давление в колбе манометра в результате этого процесса значительно уменьшается, так как образованный водород быстрее откачивается за счет большей пропускной способности соединительных трубок по водороду, чем по воде. Далее, вероятность ионизации для водорода значительно меньше, чем для паров воды. И хотя атмосфера остаточных газов в манометре состоит теперь лишь частично из паров воды, измеряется фактически только парциальное давление паров воды, т. е. в этом примере измеренное давление значительно ниже, чем давление в сосуде. В действительности, конечно, по-

ложение с парами воды гораздо сложнее, так как на более холодных частях манометра опять возникает рекомбинация, которая частично компенсирует описанный процесс. В приведенном примере показано лишь качественное влияние диссоциации воды на результаты измерения давления. С количественной трактовкой проблемы паров воды можно познакомиться в работе Ленгмюра [14].

Ионизирующий электронный ток в манометре также вызывает расщепление молекул. Так, например, каждая молекула  $CH_4$  может расщепляться с известной вероятностью ионизации на два или три осколка  $CH_n$  ( $n$  от 0 до 3) и  $H_m$  ( $m=1$  или 2). Следовательно, под действием электронного тока метан образует частицы с массами 16 ( $CH_4$ ), 15 ( $CH_3$ ), 14 ( $CH_2$ ), 13 ( $CH$ ), 12 ( $C$ ), 2 ( $H_2$ ) и 1 ( $H$ ). Расщепление молекул электронным ударом в манометре едва ли можно отделить от процесса диссоциации на накалинной нити, поэтому воздержимся от других примеров. В рассмотренном здесь случае в манометре происходит повышение давления по сравнению с сосудом, так как осколочные частицы из процесса не выбывают и общее число молекул в манометре увеличивается.

Чтобы количественно описать явления, приводящие к изменению давления в манометре, необходимо было бы провести весьма обстоятельное рассмотрение взаимосвязи процессов адсорбции, десорбции, крекинга и рекомбинации. Мы вынуждены отказаться от этого и ограничиться двумя примерами, показывающими, что эти процессы действительно могут иметь существенное значение. На фиг. 38 показано измеренное масс-спектрометром изменение парциальных давлений остаточных газов в смеси  $H_2 - CO - CH_4$  после выключения горячей нити накала. На фиг. 39 представлено изменение содержания  $CO$  в смеси остаточных газов в зависимости от присутствия горячих нитей накала и паров масла в измерительной системе. Эта проблема ввиду ее чрезвычайной важности должна быть обсуждена несколько подробнее.

Влияние горячей нити накала и электронного тока на состояние молекул масла очевидно из фиг. 40. Здесь при-



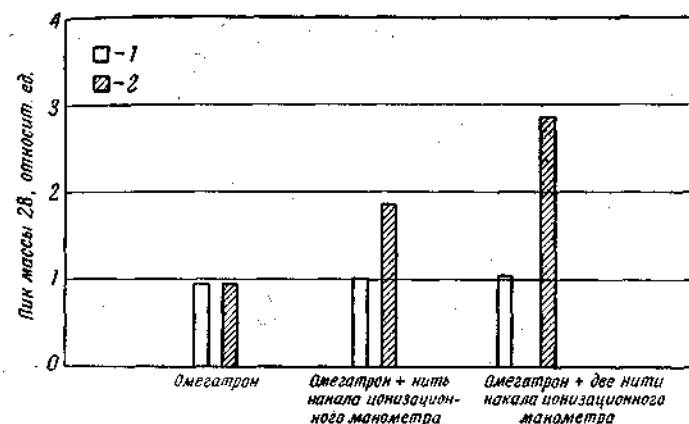
Фиг. 38. Влияние нити накала ионизационного манометра на различные напускаемые газы (Римерсма и др. [62]).

Пунктиром обозначено время выключения накала вольфрамовой нити.

тонно падает примерно в 10 раз.) Во-вторых, ясно видно влияние температуры катода на состав спектра масс. Сплошная линия  $M/e \approx 450$  с вольфрамовым катодом примерно в 8 раз меньше, чем с более холодным катодом из гексаборида лантана. Зато интенсивность ряда осколочных линий больше с горячим катодом. Такой спектр очень трудно понять даже специалисту в области масс-спектрометрии. Мы же приводим его только как пример того, что в результате крекинга масла в манометре возникает очень сложная картина. В связи с этим до настоящего времени невозможно указать для ионизационного манометра хотя бы приблизительно правильный градуировочный коэффициент для паров масла. Давление паров масла приходится выражать в азотном эквиваленте, имея в виду, что из-за большого числа осколков и высокой ве-

веден спектр масс силиконового масла DC 704, снятый в первый раз с вольфрамовым катодом ( $T=2300^\circ\text{C}$ , сплошные линии), а во второй раз — с катодом, покрытым гексаборидом лантана ( $T=1500^\circ\text{C}$ , заштрихованные линии). Молекулярный вес масла DC 704 около 450 (самая правая линия в спектре). Обращают на себя внимание два обстоятельства: во-первых, появление чрезвычайно большого количества осколков, причем для оценки относительной доли частиц в полном давлении следует принять во внимание логарифмический масштаб по оси ординат. (Необходимо иметь в виду, что чувствительность использованного масс-спектрометра в диапазоне масс от  $M/e=100$  до  $M/e=500$  моно-

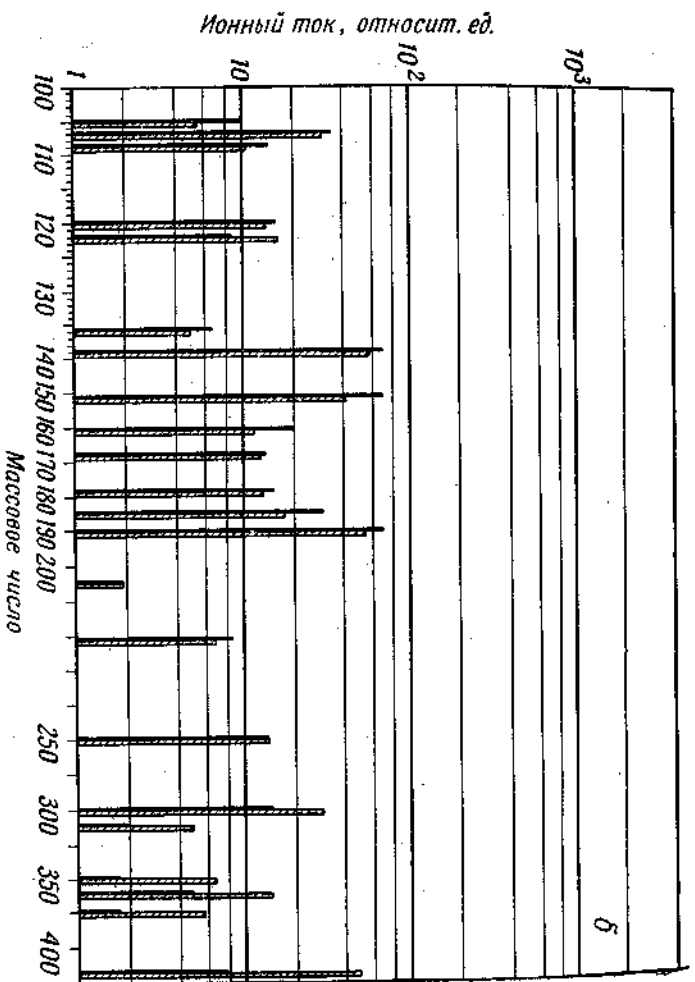
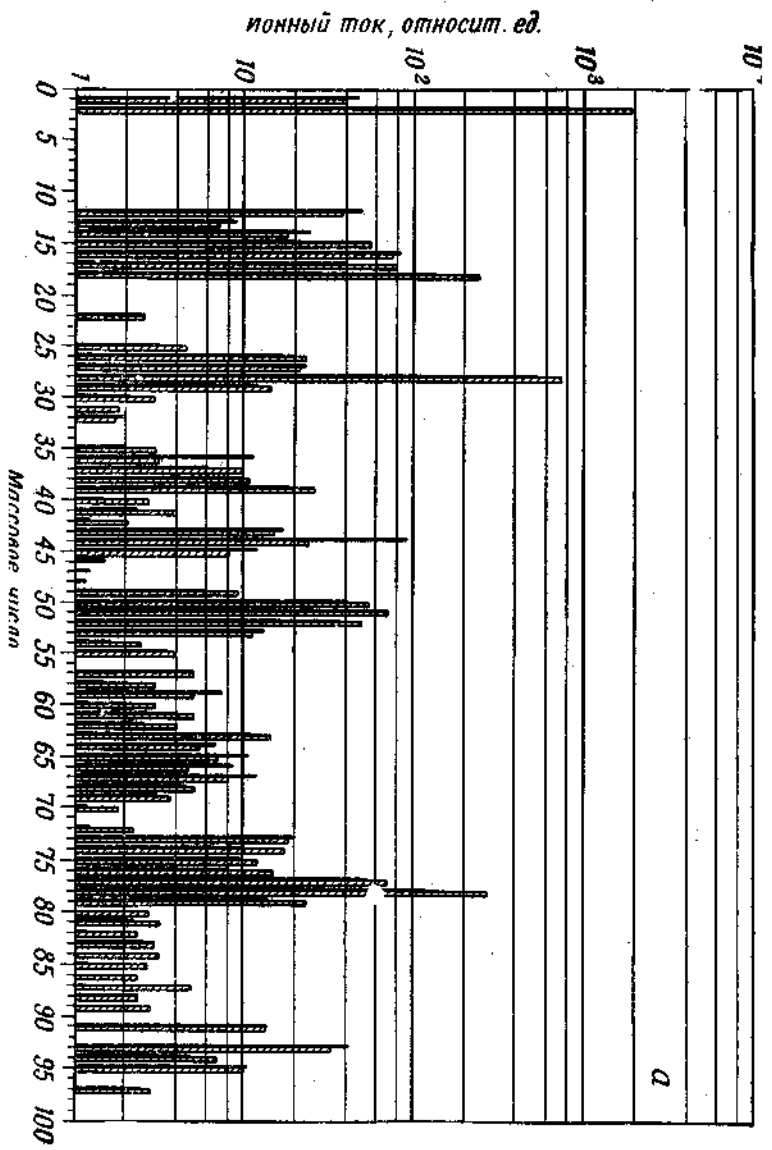
ростности ионизации высокомолекулярных соединений истинное давление значительно ниже давления, выраженного в азотном эквиваленте. Однако это относится только к тем случаям, когда можно пренебречь так называемым «эффектом Блирса», к рассмотрению которого мы переходим.



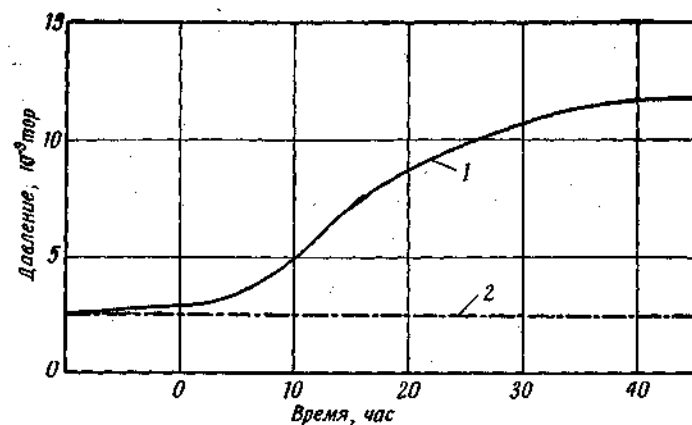
Фиг. 39. Изменение парциального давления CO в присутствии горячей нити накала при откачке системы геттеро-ионным и паромасляным диффузионным насосами (Амес и Христенсен [56]).

1 — геттеро-ионный насос; 2 — паромасляный диффузионный насос.

Блирс [15] первый нашел, что показания ионизационного манометра в присутствии паров органических соединений очень сильно зависят от его расположения в вакуумной установке. Для примера обратимся к фиг. 41. Здесь один манометр (открытый) вводился непосредственно в сосуд, подобно показанному на фиг. 42, а другой (обычный манометр) присоединялся через трубку. Сосуд, откачиваемый паромасляным диффузионным насосом, вначале прогревался для удаления паров масла, а затем, после отключения, охлаждался. В первый период измерений показания обоих манометров совпадали. Затем показания открытого манометра начали возрастать из-за возобновившегося проникновения паров масла в сосуд, а обычный манометр продолжал показывать

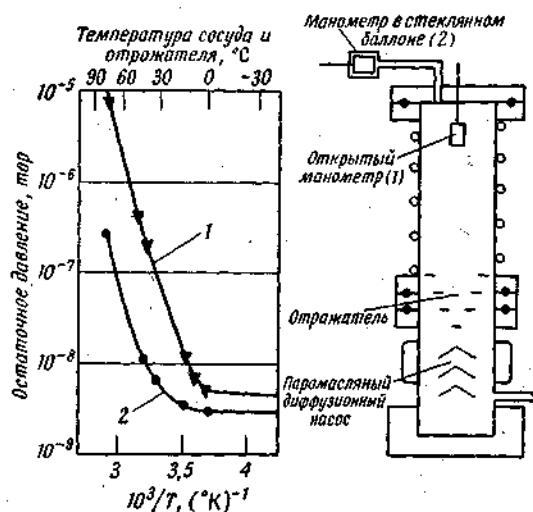


Ф и г. 40. Спектр масс масла ДС 704, применяемого в диффузионных насосах (Хубер и Тренденбург [63]).  
 Сплошные линии сняты масс-спектрометром с волфрамовым катодом; заштрихованные — с катодом на гексабориде лантана. а — пики отдельных масс; б — пики групп масс.



Фиг. 41. Эффект Бирса для ионизационного манометра в зависимости от его присоединения к системе (Рейх [55]).

Кривые сняты через два дня после прогрева. 1 — открытый манометр; 2 — манометр в стеклянном баллоне.



Фиг. 42. Зависимость показаний обычного и открытого ионизационных манометров от температуры в присутствии паров масел в равновесном состоянии (Хефер и Хенгефос [17]).

1 — открытый манометр; 2 — обычный манометр.

неизменное низкое давление. Прежде всего попытались объяснить этот переходный процесс ограниченной пропускной способностью соединительной трубки между манометром и сосудом по Клаузингу [16]. Но, как показали Хефер и Хенгефос [17], этому противоречило то обстоятельство, что показания манометра, присоединенного обычным способом, не повышались даже после большого отрезка времени; напротив, несоответствие между показаниями обоих манометров являлось, очевидно, стационарным состоянием. На фиг. 42 показано это стационарное состояние в зависимости от температуры вакуумной системы. Кривые фиг. 42 позволяют сделать следующий вывод.

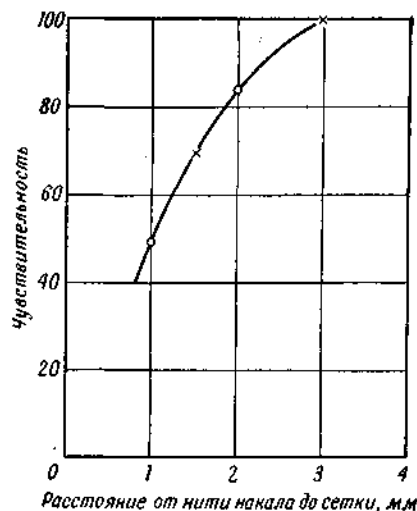
При очень низкой температуре ( $T \leq 0^\circ\text{C}$ ) показания обоих манометров практически совпадают. Давление паров масла при этом пренебрежимо мало по сравнению с давлением, создаваемым другими источниками газовой выделения. Другими словами, масло практически выморажено и ничего не добавляет к полному давлению. Существующее небольшое различие показаний обоих манометров может быть обусловлено эффектами, описанными выше. При  $T > 0^\circ\text{C}$  показания резко расходятся. Так, например, при  $T = 30^\circ\text{C}$  они отличаются более чем в 10 раз. Хефер и Хенгефос следующим образом объяснили этот эффект:

1. Пропускная способность соединительной трубки для молекул масла резко отклоняется от величины, рассчитанной по формулам Кнудсена, о чем уже упоминалось в гл. 3, § 4. Она в 10 раз меньше, чем для гипотетического постоянного газа с таким же молекулярным весом.

2. Из-за очень малой пропускной способности трубки в манометр проникает только небольшое количество молекул масла, которые разрушаются накаливаемым катодом и электронным током на осколки с меньшим молекулярным весом. Надо полагать, что сначала давление в манометре повышается за счет большого числа новых молекул. Но, поскольку эти молекулы, очевидно, подчиняются формулам Кнудсена, пропускная способность соединительной трубки для них во много десятков раз выше, чем для проникших паров масла. Следовательно, осколочные частицы так быстро откачивают-

ся, что в итоге отмечается понижение давления. Этот эффект настолько значителен, что проникшие молекулы масла практически не регистрируются манометром.

Для наглядности аргументация объяснения эффекта Блирса дана здесь в обратном порядке. В действительности Хефер и Хенгефос, анализируя результаты своих измерений, сначала пришли к заключению, что для объяснения эффекта Блирса необходимо предположить существование предельно малой пропускной способности для молекул масла, отклоняющейся от нормальных соотношений. В последующих опытах было выяснено, что при изменении температуры соединительной трубки давление во времени изменяется до достижения нового равновесия. На основании этого стало возможным прямое доказательство существования эффекта малой пропускной способности. Однако, как уже отмечалось в гл. 3, § 4, до настоящего времени еще не получено математического обоснования эффекта Блирса и, более того, отсутствует исчерпывающее физическое объяснение этого эффекта.

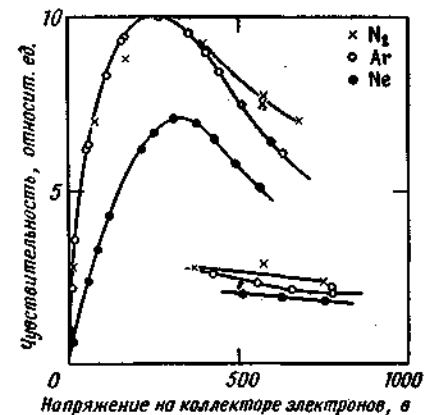


Фиг. 43. Влияние положения нити накала на чувствительность манометра Байярда — Альперта (Ноттингем [59]).

Во всяком случае, проведенные исследования позволяют сделать следующее заключение: помимо того, что ионизационным манометром нельзя измерить «истинное» давление паров масел, даже в азотном эквиваленте это давление можно измерить только открытым манометром, встроенным непосредственно в сосуд.

**Нестабильности показаний манометра Байярда — Альперта.** Рассмотрим еще два эффекта, носящих более технологический характер, которые могут оказывать влияние на воспроизводимость по-

казаний манометра Байярда — Альперта. Прежде всего на чувствительность манометра могут оказывать воздействие изменения геометрии электродной системы. На фиг. 43 показано влияние расстояния между нитью накала и сеткой манометра Байярда — Альперта на чувствительность прибора. Исследования показали, что



Фиг. 44. Зависимость чувствительности манометра Байярда — Альперта от ускоряющего напряжения для различных газов при разных потенциалах на стенках колбы манометра (Кобик и др. [18]).

На нижних кривых потенциал стенок равен потенциалу анода, на верхних — потенциалу катода.

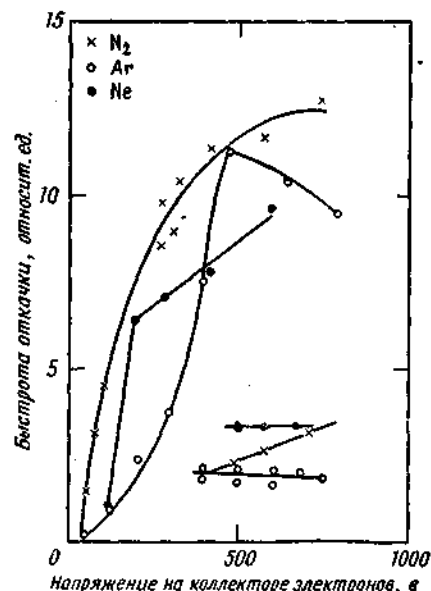
1) манометры Байярда — Альперта могут иметь большой разброс чувствительности, если при их монтаже расстояние между сеткой и катодом выдержано неточно;

2) чувствительность отдельного манометра может изменяться, если это расстояние меняется со временем из-за недостаточно жесткого крепления.

Следующий эффект, о котором следует упомянуть, — это появление нестабильностей в манометрах со стеклянными стенками. В таких манометрах потенциал внутренней поверхности колбы неопределен и зависит от случайностей. Так, например, на потенциал стенок оказывает большое влияние уже рассмотренный выше процесс покрытия стекла тонкими металлическими пленками при прогреве электродов. Кобик, Картер и Лекк [18] в своих

экспериментах наносили на внутренние стенки манометра Байярда — Альперта проводящий слой и подавали на него (по выбору) потенциал катода или сетки.

На фиг. 44 представлено изменение чувствительности манометра для различных газов и при разных напряже-



Фиг. 45. Зависимость скорости откачки манометра Байярда — Альперта от напряжения на коллекторе электронов при различных потенциалах на стенках колбы манометра (Кобик и др. [18]).

На нижних кривых потенциал стенок равен потенциалу анода, на верхних — потенциалу катода.

ниях на аноде в зависимости от потенциала стенок. По кривым, приведенным на фиг. 45, видно, что поглощение газа манометром при этом очень сильно меняется. Исследования показывают, что для большей стабильности работы стеклянные колбы ионизационных манометров необходимо покрывать изнутри проводящим слоем, который должен находиться под определенным потенциалом.

**Заключительные замечания по ошибкам измерений.** Прежде чем перейти к описанию других измерительных устройств, необходимо подытожить результаты обсуждения различных факторов, вызывающих ошибки измерений.

1. Все измерительные устройства, основанные на принципе ионизации, изменяют состав газа и качественно, и количественно. Влияние различных факторов на точность измерений не поддается удовлетворительному теоретическому обоснованию и не может быть учтено без экспериментального определения в каждом конкретном случае.

2. В вакуумных системах, не содержащих высокомолекулярных соединений, после достижения адсорбционного равновесия ошибка измерений лежит в пределах одного порядка величины в случае, если соединительная трубка между манометром и сосудом не слишком длинная. При этом предполагается, что манометр работает с возможно малым током эмиссии.

3. Измерение абсолютного давления паров масла едва ли возможно. Даже в азотном эквиваленте давление паров масла можно определить только открытым манометром, встроенным непосредственно в сосуд или, если это невозможно, обычным манометром при поддержании достаточно высокой температуры соединительной трубки, так как пропускная способность трубки для масла экспоненциально увеличивается с температурой.

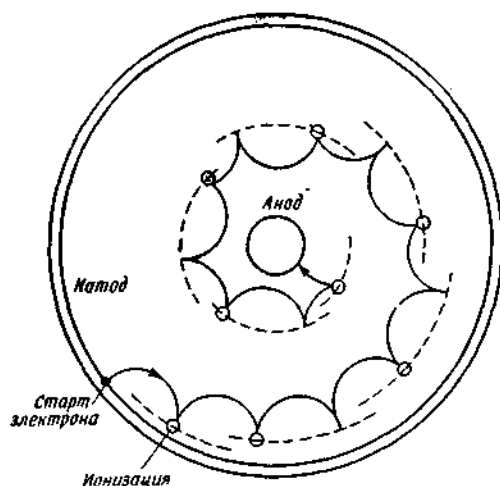
Перейдем к рассмотрению некоторых других устройств для измерения полного давления. Эти устройства не обладают простотой манометра Байярда — Альперта, но по принципу своей работы менее подвержены некоторым из его погрешностей вследствие меньшего взаимодействия со средой измеряемого газа. Кроме того, следует обсудить устройства, в которых либо вообще нет рентгеновского эффекта, либо он незначителен<sup>1)</sup>.

<sup>1)</sup> Шуман [67] предложил новое расположение электродов ионизационного манометра, значительно подавляющее фототок.



### 3. МАНОМЕТР С ХОЛОДНЫМ КАТОДОМ, ПРЕДЛОЖЕННЫЙ РЕДХЕДОМ

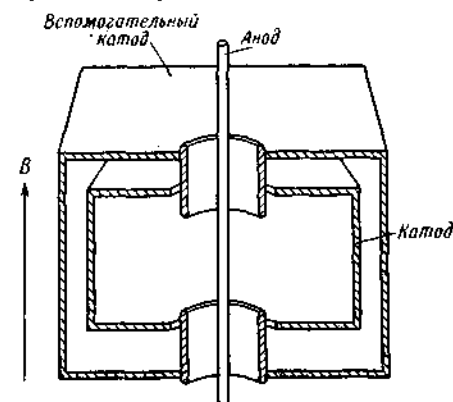
Принцип измерения давления с помощью газового разряда в магнитном поле впервые был предложен Пеннингом [19]. Хефер [20] разработал устройство, показанное на фиг. 46, позволяющее измерять давление примерно до  $10^{-7}$  тор. Действие этого манометра можно описать следующим образом.



Фиг. 46. Ионизационный манометр с холодным катодом и магнитным полем, перпендикулярным плоскости рисунка (Хефер [20]).

Свободные электроны, содержащиеся в остаточном газе, под действием приложенного сильного магнитного поля вынуждены двигаться по циклоидальным путям. В процессе движения электроны совершают многочисленные акты ионизации за счет высокого рабочего напряжения. При ионизации возникает лавинообразный процесс: появляются вторичные электроны, которые в свою очередь способствуют усилению ионного тока. (Такой манометр называют инверсно-магнетронным, так как в принципе он устроен как магнетрон, но анод и катод поменялись местами.) При каждом акте ионизации электроны теряют энергию, вследствие чего переходят на окружности меньшего диаметра и, наконец, достигают

анода. Ионы, попавшие на катод, могут вызывать эмиссию вторичных электронов, что также усиливает описанный процесс. Вследствие лавинообразного характера такой газовый разряд в принципе не пропорционален давлению. Однако Хефер показал, что при соответствующей геометрии электродной системы можно создать до



Фиг. 47. Ионизационный манометр Редхеда [21] с холодным катодом.

Магнитное поле  $B \sim 2000$  э; рабочее напряжение  $\sim 6$  кв. Вспомогательный катод служит для экранировки и предотвращения автоэлектронной эмиссии с краев отверстий основного катода, используемого в качестве коллектора ионов.

некоторой степени линейную область зависимости разрядного тока от давления. С помощью устройства, показанного на фиг. 47, Редхед [21] расширил линейную область примерно до  $10^{-9}$  тор. При дальнейшем уменьшении давления градуировочная кривая манометра несколько изгибается и переходит в прямую большей крутизны, так что для давлений ниже  $10^{-9}$  тор требуется особая калибровка. Причина этого явления до сих пор не объяснена<sup>1)</sup>. Предел измерений манометра Редхеда лежит примерно при  $10^{-12}$  тор.

<sup>1)</sup> Излом градуировочной кривой в двойном логарифмическом масштабе имеет место только для магнетронного манометра. Инверсно-магнетронный манометр имеет в указанных координатах линейную характеристику во всем диапазоне рабочих давлений [21, 68\*]. — Прим. ред.

В манометре с холодным катодом конструкции Редхеда также возникает рентгеновское излучение, но преимущество этого манометра состоит в том, что фототок не мешает измерениям, так как он пропорционален давлению вследствие линейной зависимости между полным током и давлением. Кроме того, преимуществом манометра Редхеда является отсутствие горячей нити накала, вызывающей диссоциацию молекул. Правда, из-за чрезвычайно высокой чувствительности манометра, равной  $10 \text{ а/тор}$ , манометру свойственна очень высокая быстрота откачки газа (до нескольких литров в секунду) [22]. Действительно, по принципу действия этот манометр мало отличается от современных электроразрядных насосов. Диссоциация под действием ионного тока очень велика. Следовательно, манометр Редхеда в еще большей степени, чем манометр Байярда — Альперта, измеряет давление, создаваемое им самим путем изменения состава газов. В связи с этим он едва ли подходит для количественных измерений давления в вакуумных системах.

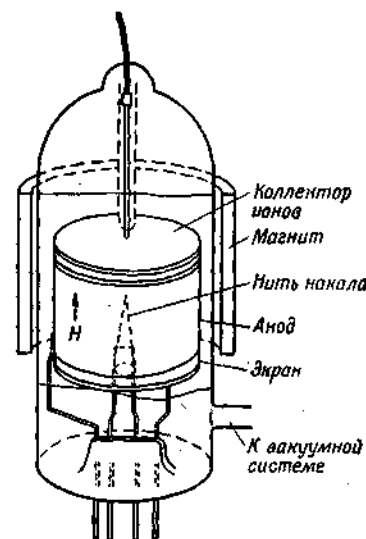
#### 4. МАГНЕТРОННЫЙ МАНОМЕТР С НАКАЛЕННЫМ КАТОДОМ, ПРЕДЛОЖЕННЫЙ ЛАФФЕРТИ

Лафферти [23] предложил оригинальный способ объединения преимуществ манометра с холодным катодом (высокая чувствительность) и ионизационного манометра (постоянный электронный ток). Манометр Лафферти, показанный на фиг. 48, в принципе устроен подобно обычному ионизационному манометру. На электрическое поле манометра накладывается аксиально симметричное магнитное поле. Электроны, эмиттируемые катодом, движутся по спиралевидным путям, как и в инверсно-магнетронном манометре, но рабочие напряжения выбираются столь малыми, что несамостоятельный разряд возникнуть не может, а разряд за счет эмиттируемых катодом электронов управляется только температурой катода. (Технический недостаток манометра состоит в невозможности регулирования эмиссии по анодному току, так как эмиттированный катодом электронный ток на своем пути лавинообразно усиливается за счет вторичных электронов, возникающих при многочисленных

процессах соударений, и поэтому анодный ток зависит не только от электронного тока с катода, но и от давления. На практике поступают следующим образом: при выключенном магнитном поле, фиксируя температуру катода, устанавливают определенный ток эмиссии. Затем температуру катода поддерживают постоянной, считая при этом, что во время измерения эмиссия остается неизменной. Следовательно, перед каждым измерением рабочий режим манометра должен устанавливаться вновь.)

Лафферти показал, что при выборе соответствующих рабочих условий показания манометра пропорциональны давлению в очень широком диапазоне давлений. Достоинством этого манометра по сравнению с манометром Байярда — Альперта является значительно большая чувствительность. Манометр Лафферти имеет чувствительность около  $10^6 \text{ тор}^{-1}$ , а манометр Байярда — Альперта — около  $10 \text{ тор}^{-1}$ . Отсюда вытекают два преимущества:

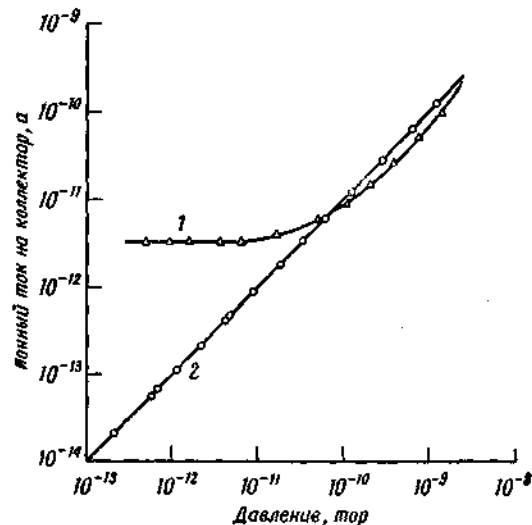
1. Если при равных давлениях, сопоставляя показания манометров Лафферти и Байярда — Альперта, измерять одинаковые ионные токи, то электронный ток манометра Лафферти можно уменьшить в число раз, равное отношению чувствительностей этих манометров, то есть примерно в  $10^5$  раз. Это значит, что можно существенно снизить температуру катода. При токе эмиссии  $10^{-7} \text{ а}$  температура вольфрамового катода составляет только  $\sim 1500^\circ \text{C}$ , что эквивалентно эмиссии манометра Байярда — Альперта  $10 \text{ ма}$  при температуре  $2300^\circ \text{C}$ . Благодаря экспоненциальной зависимости всех



Фиг. 48. Магнетронный манометр Лафферти [23] с горячим катодом.

Магнитное поле около  $250 \text{ в}$ .

процессов взаимодействия на катоде от температуры такое понижение температуры означает весьма значительное уменьшение процессов крекинга на катоде, что нашло выражение в спектре масс, приведенном на фиг. 40. Процесс крекинга под действием электронного тока остается примерно таким же, как и в манометре Байярда—Альперта, так как он пропорционален ионному току.



Фиг. 49. Сравнение показаний магнетронного манометра с горячим катодом и манометра Байярда—Альперта при низких давлениях (Лафферти [23]).

1 — манометр Байярда—Альперта; 2 — манометр Лафферти.

2. Так как электронный ток в манометре Лафферти на много порядков величин меньше, чем в манометре Байярда—Альперта, то и рентгеновский эффект тоже должен быть меньше на много порядков. Следовательно, с помощью манометра Лафферти можно проникнуть в область более низких давлений. Пример этого показан на фиг. 49. В то время как характеристика манометра Байярда—Альперта, используемого для сравнения, уже при давлении  $10^{-9}$  тор начинает явно отклоняться от линейности, зависимость ионного тока от давления в ма-

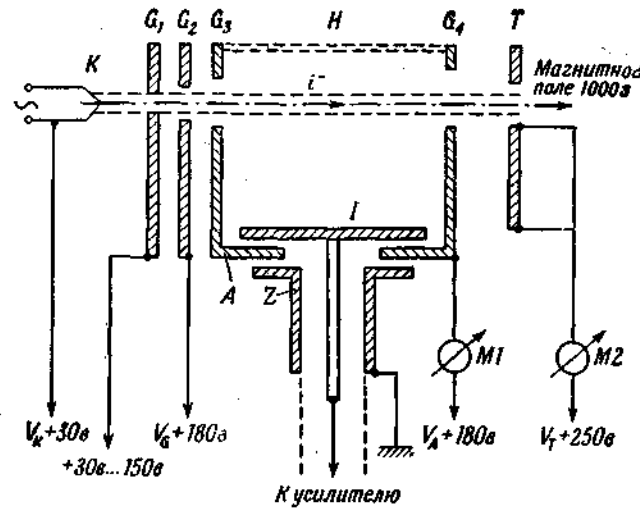
нометре Лафферти остается совершенно линейной до давления  $10^{-13}$  тор. Оценка показала, что рентгеновский предел этого манометра лежит ниже  $10^{-14}$  тор. Прямое определение этого предела в настоящее время невозможно, так как такое низкое давление пока еще не получено.

Теперь рассмотрим кратко методику определения линейности характеристики манометра при таких низких давлениях, когда в распоряжении экспериментатора нет никаких калибровочных стандартов, как это было, например, в случае, показанном на фиг. 49. При этом поступают следующим образом.

Сначала откачивают систему до предельного давления, затем с помощью вентиля отделяют от насоса и в изолированную измерительную систему подают постоянный поток газа, равный  $n \text{ л} \cdot \text{тор} \cdot \text{сек}^{-1}$ . Тогда давление в системе должно повышаться линейно во времени со скоростью  $n/V \text{ тор} \cdot \text{сек}^{-1}$ , где  $V$  — объем системы. Изменение давления во времени регистрируют по испытуемому манометру до тех пор, пока не входят в область измерений другого, уже калиброванного прибора, и по этим показаниям проводят градуировку. Экстраполяцию в область более низких давлений проводят на основании рассмотрения  $P-t$  диаграммы, которая должна быть линейна. Даже в тех случаях, когда показания манометра нарастают нелинейно во времени, как, например, в случае манометра с холодным катодом, можно составить калибровочную кривую следующим образом: записанное изменение показаний манометра сравнивают с действительным, пропорциональным времени повышением давления и вводят соответствующую поправку.

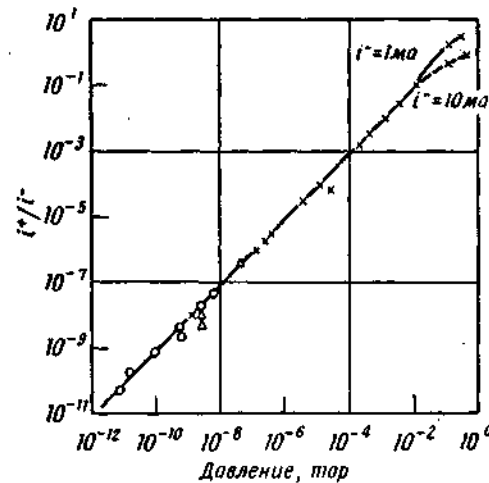
### 3. ИОНИЗАЦИОННЫЙ МАНОМЕТР КОНСТРУКЦИИ КЛОПФЕРА

Клоппер [24] предложил конструкцию ионизационного манометра, в котором устранен рентгеновский эффект (фиг. 50). Устройство манометра соответствует геометрии ионных источников, применяемых в масс-спектрометрах. Ионизирующий электронный луч проходит через область образования ионов. Благодаря магнитному полю, приложенному в направлении луча, электроны движутся



Фиг. 50. Ионизационный манометр с подавлением рентгеновского эффекта, устроенный по типу ионного источника масс-спектрометра (Клопфер [24]).

Магнитное поле служит для фокусировки ионного луча.  $G_1 - G_4$  — пластины с коллекторными отверстиями; Z — экран; I — коллектор ионов; H — сетка; T — коллектор электронов; K — катод.



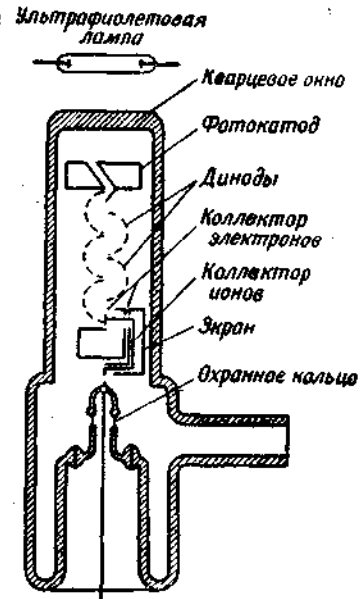
Фиг. 51. График зависимости ионного тока от давления для ионизационного манометра Клопфера [24].

$V_K = +30$  в;  $V_T = +250$  в;  $V_G = V_A = +180$  в;  $H = 1000$  в.

по прямолинейной траектории и не попадают на электроды, с которых оптически виден коллектор ионов. Следовательно, кванты рентгеновского излучения, создаваемые на приемнике электронов, тоже не достигают коллектора ионов и фототок возникнуть не может. Благодаря тому что магнитное поле здесь параллельно электронному лучу, а не перпендикулярно ему, как в манометре Байярда — Альперта. Электронные токи здесь должны быть того же порядка, что и в манометре Байярда — Альперта. Отсутствие рентгеновского эффекта даже при предельно низких давлениях демонстрируется графиком фиг. 51. Недостатком манометра является, несомненно, сложность устройства электродной системы.

#### 6. МАНОМЕТР С ФОТОУМНОЖИТЕЛЕМ КОНСТРУКЦИИ РИМЕРСМА, ЛАНГЕ И ФОКСА

Следующее предложение по ликвидации влияния накаливаемой нити манометра на измерения в сверхвысоком вакууме принадлежит Римерсма и др. [25]. В их манометре электронный ток образуется за счет освещения фотокатода (фиг. 52). Так как этот ток слишком мал, его сначала усиливают фотоумножителем, а затем используют для ионизации. Соответствующая геометрия пространства ионизации обеспечивает практически полную экранировку коллектора ионов от рентгеновского излучения. Благодаря этому манометр имеет линейную характеристику до давлений ниже  $10^{-10}$  тор. Правда, его чувствительность



Фиг. 52. Манометр Римерсма и др. [25] с фотоумножителем.

составляет лишь около  $1/5$  чувствительности манометра Байярда — Альперта.

#### 7. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Манометр Байярда — Альперта пока является наиболее удобным измерительным прибором для повседневного применения благодаря принципиальной простоте его устройства. При использовании в открытом варианте этот манометр дает надежные, воспроизводимые показания, выраженные по меньшей мере в азотном эквиваленте. В области давлений, лежащих ниже предела измерений манометра Байярда — Альперта, проявляются достоинства магнетронного манометра Лафферти. Все другие рассмотренные устройства представляют интерес только для специальных исследований. Однако для получения действительно точной информации об условиях в сверхвысоковакуумной системе невозможно обойтись без масс-спектрометрических методов, к рассмотрению которых мы и переходим.

### § 3. Измерение парциальных давлений

#### 1. ОБЩИЕ ЗАМЕЧАНИЯ

Для исследования состава остаточных газов в сверхвысоковакуумных системах пригодны только масс-спектрометрические методы. Исключение составляет описанный в § 4 этой главы десорбционный спектрометр, применяемый лишь для специальных целей. Описание общих основ методов масс-спектропии выходит за рамки данной книги, поэтому сошлемся на соответствующую литературу [70].

Рассмотрим кратко параметры, характеризующие масс-спектрометры. К ним относятся:

1. Минимальное регистрируемое давление  $P_{\min}$ , определяемое как наименьшее парциальное давление, которое может быть зарегистрировано данным прибором. Это давление определяется величиной выходящего из источника тока ионов данного газа (эффективность источника), коэффициентом пропускания масс-анализатора и уровнем шумов применяемого регистрирующего прибора. Оно зачастую уменьшается в сторону больших масс,

так как коэффициент пропускания во многих случаях становится меньше с увеличением массы.

2. Верхний предел давлений  $P_{\max}$ , определяемый как наибольшее давление, при котором отклонение от линейной зависимости между давлением и ионным током достигает наибольшей допустимой величины, равной 1% (как исключение 10%).

3. Газоаналитическая чувствительность  $(P_p/P_t)_{\max}$  в %, определяемая как наименьшее парциальное давление  $P_p$ , которое может быть зарегистрировано при данном полном давлении  $P_t$ . В предельном случае для очень хороших приборов эта величина равна отношению  $P_{\min}/P_{\max}$ . Однако обычно газоаналитическая чувствительность снижается за счет фонового тока, вызываемого полным давлением, т. е. отношение  $P_p/P_t$  оказывается больше чем  $P_{\min}/P_{\max}$ .

4. Диапазон регистрируемых масс от  $(M/e)_{\min}$  до  $(M/e)_{\max}$ .

5. Разрешающая способность, определяемая процентной долей тока ионов массы  $M$ , налагающейся на ток ионов массы  $M + \Delta M$ . Допустимое наложение составляет обычно 1% для количественных измерений, когда требуется хорошее разрешение, и 50% — для качественных измерений. В зависимости от типа прибора для данного разрешения могут быть постоянными величины  $\Delta M$ ,  $\Delta M/M$  или  $\Delta M/M^2$ . Первый случай идеален с точки зрения разрешения, так как при этом и большие, и малые массы разрешаются одинаково хорошо.

Теперь остановимся на требованиях, предъявляемых к сверхвысоковакуумному масс-спектрометру.

1. Минимальное регистрируемое давление. Обычно в сверхвысоковакуумных системах достаточно измерять парциальное давление, составляющее 1% от наименьшего полного давления, достигаемого в установке. Если полное давление равно  $10^{-10}$  тор, то минимальное регистрируемое давление должно составлять  $10^{-12}$  тор.

2. Верхний предел давлений. Для чисто сверхвысоковакуумных применений верхний предел давлений всех масс-спектрометров лежит далеко за рабочей областью

давлений. Этот предел следует принимать во внимание в тех случаях, когда может произойти увеличение давления, например при изучении газовой выделенности в процессе прогрева. Для обычных масс-спектрометров этот предел лежит между  $10^{-5}$  и  $10^{-4}$  тор.

**3. Газоаналитическая чувствительность к парциальному давлению.** Как уже отмечалось, обычно достаточно обнаруживать примеси в 1% во всем диапазоне давлений. Однако бывают исключения. Так, например, в исследованиях по термоядерному синтезу, о которых упоминалось в гл. 1, § 2, необходимо обнаруживать очень малые примеси к дейтерию при относительно высоком рабочем давлении. Второй пример: в процессе напыления, проводимого в окисляющей среде при добавлении предельно чистого кислорода, важно регистрировать очень малые примеси других газов. Аналогичный случай представляет проблема теченскания, обсуждаемая в гл. 7, § 2.

**4. Диапазон масс.** В безмасляных сверхвысоковакуумных системах обычно появляются только газы с массами от 1 (H) до 44 ( $\text{CO}_2$ ). В присутствии паров масел образуется множество осколочных ионов в диапазоне масс от  $M/e=50$  до  $M/e=100$  (см. фиг. 40), которые можно исследовать лишь качественно. Для осуществления количественных измерений в такой газовой среде необходим прибор с диапазоном масс до  $M/e=500$ .

**5. Разрешающая способность.** В спектре масс, полученном для предельно чистой сверхвысоковакуумной системы, обычно появляются отдельные пики, относительно далеко отстоящие друг от друга, такие, как  $\text{H}_2$  (2), C (12), N (14),  $\text{H}_2\text{O}$  (18), CO и  $\text{N}_2$  (28),  $\text{CO}_2$  (44) и сопутствующие им пики дважды ионизированных частиц с половинной величиной  $M/e$ . В связи с этим разрешение может быть хуже чем  $\Delta M=1$ . При наличии молекул органических веществ необходимо иметь  $\Delta M \leq 1$ , причем качество разрешения (1 или 50%) зависит от требуемой точности измерений.

В настоящее время для сверхвысоковакуумных исследований применяется большое число разных типов масс-спектрометров в зависимости от целей эксперимента и затрат, которые могут быть оправданы в каждом отдельном случае. В связи с этим необходим критический подход к выбору прибора. При обсуждении следует иметь в виду только те приборы, которые:

- 1) достигли известной степени совершенства;
- 2) нашли достаточно широкое применение;
- 3) имеют минимальное регистрируемое давление  $P_{\text{мин}}$  не более  $10^{-10}$  тор;
- 4) не были изготовлены исключительно для специальных целей;
- 5) дают до некоторой степени воспроизводимые количественные результаты.

Этим требованиям удовлетворяют четыре основных типа приборов. К ним относятся:

- 1) классический секторный масс-спектрометр в варианте, разработанном Ниром [26] и модифицированном впервые Рейнольдсом [27] для сверхвысокого вакуума;
- 2) циклоидальный масс-спектрометр конструкции Бликни и Хиппла [28] (для сверхвысокого вакуума применен впервые Ланге [29], а также Редхедом и Корнельсеном [30]);
- 3) омегатрон, предложенный Соммером и др. [31] (для сверхвысокого вакуума применен впервые Альпертом и Буритцем [32]);
- 4) масс-фильтр Пауля и Штейнведела [33] (для сверхвысокого вакуума применен впервые Гюнтером [34]).

Для облегчения ориентации читателя оптимальные величины отдельных обсуждаемых параметров, достигаемые различными типами приборов, сведены в табл. 3, составленной Хубером. Для каждого типа приборов численные данные были взяты по вариантам исполнения, наиболее подходящим для сверхвысоковакуумного применения, а именно: для секторного масс-спектрометра — по 60-градусному прибору Рейнольдса [27], а также сильно упрощенному 90-градусному прибору Девиса и Вандерслайса [35]; для циклоидального масс-спектрометра — по прибору Хубера и Тренделенбурга [36], для омегатрона — по прибору Клоппера [37] и для масс-фильтра — по

Таблица 3

## ПАРАМЕТРЫ СВЕРХВЫСОКОВАКУУМНЫХ МАСС-СПЕКТРОМЕТРОВ

Тип масс-спектрометра	Предельное регистрируемое давление и разрешение	Диапазон масс	Газоаналитическая чувствительность $P/P_0$ , %	Прибор, регистрирующий ионы	$\Delta M$ , % при максимальной чувствительности, $10^{-3}$ единицы массы		
					M-2	M-28	M-78
Секторный 60°	$1 \cdot 10^{-13}$ тор $\Delta M/M \approx 1/250$	1—200	$\sim 10^{-3}$	Умножитель	8	112	312
Секторный 90°	$1 \cdot 10^{-13}$ тор $\Delta M/M \approx 1/150$	1—50	$\sim 10^{-3}$	Умножитель	13	187	520
Циклоидальный	$1 \cdot 10^{-12}$ тор $\Delta M/M \approx 1/160$	1—500	$\sim 10^{-6}$	Электрометрический усилитель	12	175	488
Омегатрон	$1 \cdot 10^{-12}$ тор $\Delta M/M^2 \approx 1/1800$	1—100	$\sim 10^{-2}$	То же	2	436	3380
Масс-фильтр	$1 \cdot 10^{-10}$ тор $\Delta M \approx 1$	1—100	$\sim 10^{-3}$	То же	1000	1000	1000

прибору Гюнтера [34]. Следует заметить, что величины чувствительности и разрешения связаны друг с другом, т. е. меньшее разрешение означает большую чувствительность, и наоборот. В связи с этим при указании предельного значения одного из этих параметров приводят обычно и другой параметр. В связи с тем что простое сравнение приборов по разрешающей способности невозможно из-за разной зависимости разрешения от массы (может быть, постоянной  $\Delta M$ ,  $\Delta M/M$  или  $\Delta M/M^2$ ), в табл. 3 приведены максимальные значения разрешения в единицах  $\Delta M$  (на уровне 1% от основания пика) для пиков разных масс: 2 ( $H_2$ ), 28 ( $CO$ ,  $N_2$ ) и 78 ( $C_6H_6$ ). Пик массы 78 был выбран как типичный продукт крекинга широко применяемого силиконового масла DC 704. Следует сказать, что предельное регистрируемое давление для циклоидального масс-спектрометра и масс-фильтра может быть принципиально улучшено за счет применения умножителя. В омегатроне же применение умножителя невозможно.

Выбор прибора нельзя производить только по анализу параметров, приведенных в таблице, так как, помимо весьма существенной стоимости масс-спектрометров, могут играть роль еще и следующие соображения:

1) возможность введения ионного источника непосредственно в сосуд для исключения эффекта Блирса (это возможно только для секторного масс-спектрометра и масс-фильтра);

2) величины объема и поверхностей электродов датчика, если необходимо регистрировать не только малые парциальные давления  $P_p$ , но и малые количества газа  $P_p V$  (особенно малые в омегатроне);

3) необходимость избегать приборов с магнитным полем, так как последнее может мешать работе (например, в процессе напыления железо-никелевых сплавов) (масс-фильтр);

4) высокая скорость регистрации: это может быть достигнуто путем применения умножения вместо электрометрического усилителя (для секторного масс-спектрометра это уже в настоящее время сделано, для масс-фильтра и циклоидального масс-спектрометра — принципиально возможно, для омегатрона — невозможно).

Разрешающая способность прибора может быть найдена из следующего соотношения:

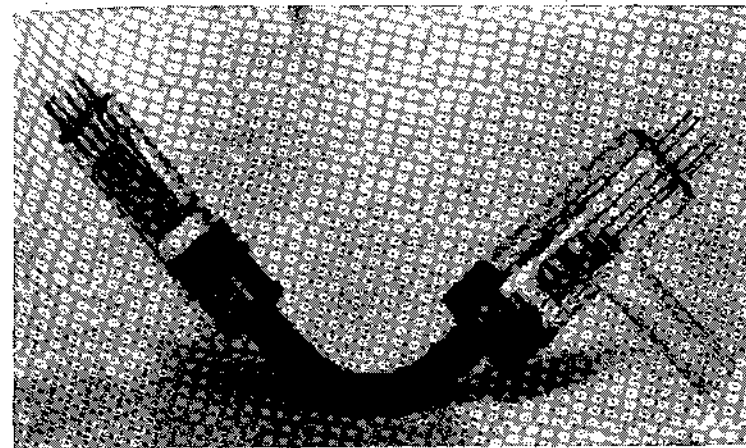
$$\frac{M}{\Delta M} = \frac{1}{(\Delta U_B/U_B) + (S_1 + S_2)/r_m} \quad (50)$$

Здесь  $\Delta U_B$  — разброс ионов по скоростям,  $S_1$  и  $S_2$  — величины ширин входной и выходной щелей. Из этого соотношения видно, что при развертке спектра масс изменением  $U_B$  (электростатическая развертка) ухудшается разрешение при больших массах (малое  $U_B$ ). По этой причине электростатическую развертку применяют только в тех случаях, когда желательна быстрая развертка спектра. Скорость магнитной развертки ограничивается большой собственной индуктивностью электромагнита.

Шестидесятиградусный секторный масс-спектрометр, впервые примененный Рейнольдсом [27] для целей сверхвысокого вакуума (см. табл. 3, строка 1), устроен в принципе подобно прибору, показанному на фиг. 53. Трубка анализатора изготовлена из стекла, покрытого изнутри проводящим слоем для уменьшения влияния помех. В качестве приемника ионов использован умножитель Аллена [39]. Преимущество умножителя по сравнению с электрометрическим усилителем состоит в снижении уровня шумов в  $10^3$  раз и в существенном уменьшении постоянной времени. Однако имеется и недостаток, состоящий в том, что параметры умножителя, особенно в случае предварительного прогрева, со временем сильно изменяются, так как коэффициент умножения зависит от адсорбции газов на динодах. По этой причине умножитель должен калиброваться перед каждым измерением.

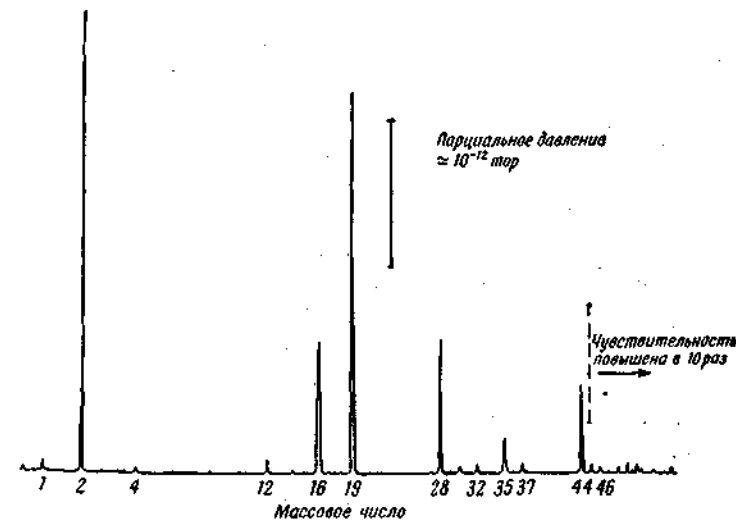
Приборы подобного устройства неоднократно применялись для анализа очень малых количеств газа при радиоактивном методе определения возраста. Так, например, с помощью прибора Рейнольдса можно зарегистрировать  $5 \cdot 10^5$  атомов ксенона ( $1,8 \cdot 10^{-14}$  тор · л). Кроме того, этот прибор применялся для исследования спектра остаточных газов в сверхвысоковакуумных системах с паромасляными диффузионными насосами [38].

Более простой 90-градусный секторный масс-спектрометр описан Девисом и Вандерслайсом [35] (см. табл. 3,



Фиг. 54. 90-градусный масс-спектрометр конструкции Девиса и Вандерслайса [35].

Изготовитель — фирма „Дженерал электрик“.



Фиг. 55. Участок масс-спектра, снятый прибором Девиса и Вандерслайса [35].

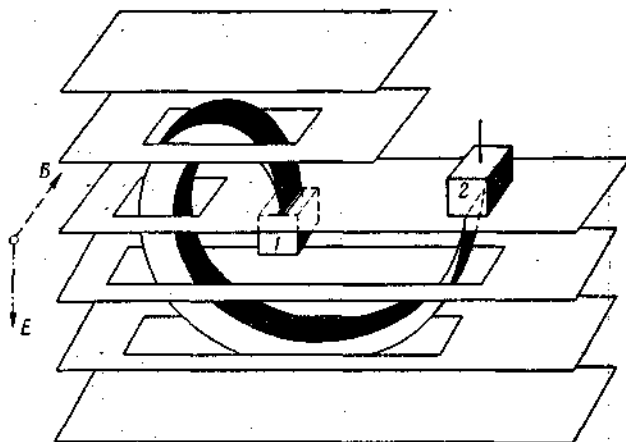
Полное давление порядка  $5 \cdot 10^{-12}$  тор.



строка 2). Авторы отдают предпочтение быстрой развертке спектра масс, вследствие чего в приборе применена электростатическая развертка и он снабжен постоянным магнитом. Спектр масс в диапазоне от 1 до 50 можно снять примерно за 50 мксек с регистрацией показаний на экране осциллографа. Однако ионы с большими массами прибор не регистрирует. Трубка анализатора в этом приборе металлическая, а камеры для ионного источника и приемника ионов с встроенным умножителем изготовлены из стекла. Общий вид прибора показан на фиг. 54, а на фиг. 55 представлен участок спектра масс, зарегистрированный этим прибором.

### 3. ЦИКЛОИДАЛЬНЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР

На фиг. 56 представлен циклоидальный масс-спектрометр, впервые построенный Бликни и Хипплом [28]. Ионы,

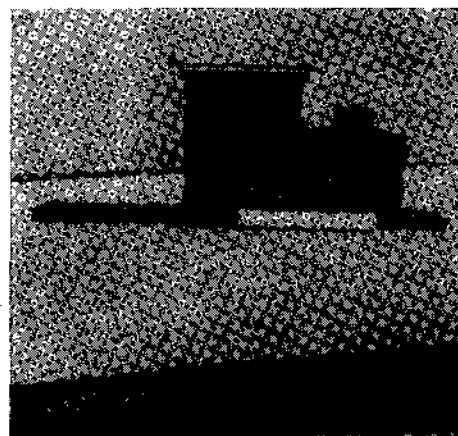


Фиг. 56. Принципиальная схема циклоидального масс-спектрометра.

$B$  — магнитное поле;  $E$  — электрическое поле; 1—2 — положения ионного источника и коллектора ионов (ионный источник и коллектор можно менять местами).

образованные в ионном источнике, вводятся в анализатор, где действуют магнитное поле  $B$ , направленное перпендикулярно плоскости чертежа, и отклоняющее элек-

трическое поле  $E$ . Бликни и Хиппл показали, что при использовании такого рода скрещенных полей получается совершенный прибор с двойной фокусировкой, в котором ионы фокусируются как по энергиям, так и по углам выхода из источника. Ионы в анализаторе движутся по циклонде, причем ионы, обладающие разными скоростями



Фиг. 57. Электродная система циклоидального масс-спектрометра (Хубер и Тренделенбург [36], фирма „Бальцерс“).

и углами входа, вначале расходятся, а затем опять сходятся в фокусе, лежащем в одной плоскости с входной щелью. Расстояние  $d$  между входной щелью и фокусом определяется из соотношения

$$d = \text{const} \frac{ME}{B^2}, \quad (51)$$

откуда для однозарядных ионов

$$M = \text{const} \frac{B^2}{E}. \quad (52)$$

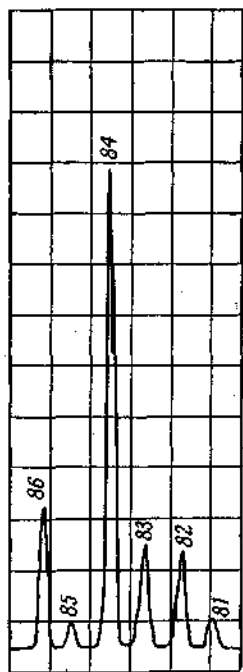
Видно, что в противоположность формуле для секторного масс-спектрометра ускоряющее напряжение не входит в условие фокусировки. Развертку спектра масс в циклоидальном масс-спектрометре можно производить

путем изменения либо магнитного, либо электрического поля. Вопрос о выборе метода решается на основе тех же соображений, что и в случае секторного масс-спектрометра, причем следует обратить внимание на то, что здесь фигурирует отклоняющее электрическое поле  $E$ , а там в аналогичных условиях — ускоряющее напряжение  $U_B$ . Разрешающая способность циклоидального масс-спектрометра определяется соотношением

$$\frac{M}{\Delta M} = \frac{d}{S_1 + S_2}, \quad (53)$$

где  $S_1$  и  $S_2$  — величины ширин входной и выходной щелей. Абсолютное разрешение  $\Delta M$ , как и в секторном масс-спектрометре, увеличивается пропорционально массе ( $\Delta M \sim M$ ). То обстоятельство, что разрешающая способность инвариантна относительно начальной энергии и углового расхождения ионного луча, позволяет применять здесь ионные источники значительно большей эффективности, чем в секторном масс-спектрометре. Благодаря этому полная эффективность прибора составляет примерно  $10^{-4}$  а · тор<sup>-1</sup>. Полученный выигрыш в выходе ионов позволяет работать при меньшем усилении ионного тока, т. е. циклоидальный масс-спектрометр с обычным электрометрическим усилителем может регистрировать такие малые парциальные давления газов, какие в секторном масс-спектрометре фиксируются лишь с применением умножителя.

Небольшой прогреваемый циклоидальный масс-спектрометр в стеклянной оболочке описан Корнельсеном [30]. Более совершенный вариант прибора, упомянутый в табл. 3 на строке 3, построили Ху-

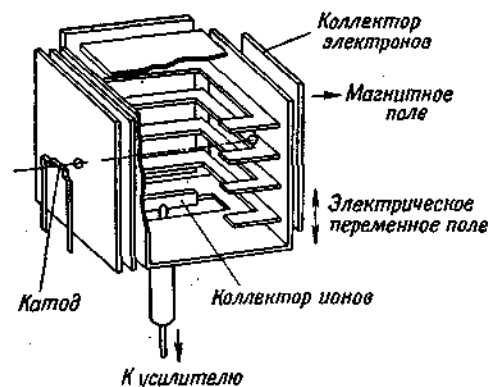


Фиг. 58. Спектр масс криптона, снятый прибором Хубера и Тренделенбурга [36].

бер и Тренделенбург [36] (примеры спектров показаны на фиг. 40 и 80). На фиг. 57 показана система электродов этого масс-спектрометра, а на фиг. 58 приведен участок спектра масс. Циклоидальный масс-спектрометр сконструирован таким образом, чтобы он мог не только прогреваться до 450° С, но и работать при температуре 200° С. Это особенно важно потому, что в таком приборе ионный источник не может быть отделен от анализатора и, следовательно, невозможно введение его в сосуд в открытом виде. Эксплуатация при повышенной температуре позволяет уменьшить влияние эффекта Блирса.

#### 4. ОМЕГАТРОН

Омегатрон конструкции Соммера, Томаса и Хиппла [31] применялся Альпертом и Буритцем [32] уже в первые годы развития сверхвысоковакуумной техники. Но из-за недостатков, присущих первым образцам прибора, оме-



Фиг. 59. Принципиальное устройство омегатрона (Клопфер [37])

гатрон смог получить дальнейшее распространение только после того, как Клопфер [37] и его сотрудники провели его усовершенствование (см. табл. 3, строка 4). Омегатрон по принципу действия является миниатюрным циклотроном (фиг. 59). Электроны проходят через элек-

тродную систему в направлении магнитного поля. Образующиеся при этом ионы подвергаются воздействию магнитного поля и высокочастотного электрического поля, создаваемого пластинами, имеющими форму рамок. Ионы, для которых выполняется условие циклотронного резонанса, движутся по раскручивающейся спирали. Это условие имеет вид

$$f = \frac{eB}{2\pi M}, \quad (54)$$

где  $f$  — частота приложенного переменного напряжения. Решая относительно  $M$ , для однозарядных ионов получаем

$$M = \text{const} \frac{B}{2\pi f}. \quad (55)$$

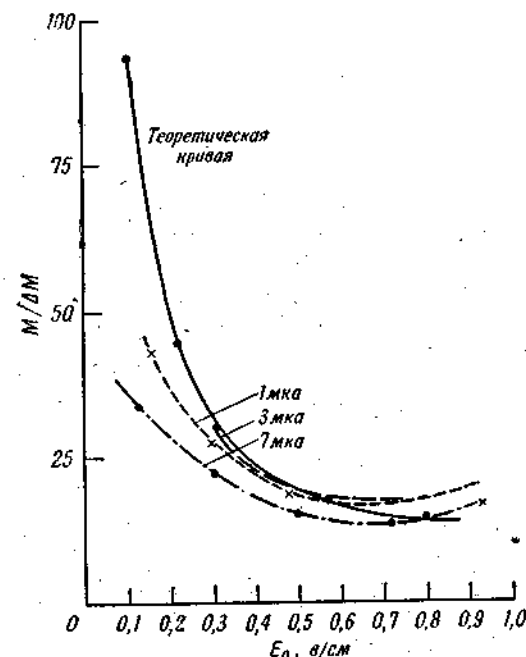
Развертку спектра масс можно осуществлять изменением  $B$  или  $1/f$ , что в принципе равноценно. Но поскольку в диапазоне одной шкалы высокочастотного генератора можно изменять частоту только в соотношении 1:4, то иногда изменяют величину  $B$ . Разрешение омегатрона определяется выражением

$$\Delta M = \text{const} M^2 \frac{E}{rB^2}. \quad (56)$$

Здесь  $E$  — напряженность высокочастотного поля,  $r$  — расстояние от оси до коллектора ионов. Отсюда очевидно, что разрешение для больших масс падает еще сильнее, чем в выше описанных приборах.

Таким образом, для достижения высокого разрешения необходимо уменьшать напряженность высокочастотного поля  $E$ . На первый взгляд это звучит неожиданно, однако это обусловлено тем, что число обращений ионов по спирали, определяющее разделение масс, увеличивается с уменьшением напряженности. Это отчетливо видно из кривых фиг. 60, показывающих зависимость разрешения омегатрона от напряженности приложенного высокочастотного поля при разных токах в электронном луче. Следует заметить, что повышение разрешения путем уменьшения высокочастотного напряжения ограничивается существенным уменьшением чув-

ствительности прибора. Для более глубокого изучения этого вопроса следует обратиться к соответствующей литературе. Далее, из фиг. 60 видно, что даже при очень малых токах эмиссии разрешение уже ухудшается вслед-



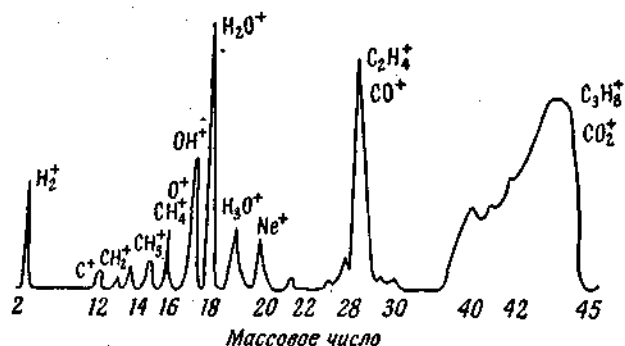
Фиг. 60. Зависимость разрешения омегатрона от приложенного высокочастотного напряжения при разных токах эмиссии (Шарль и Варнеке [65]).

Разрешение выражено в единицах  $M/\Delta M$ . Измерения проведены на массе 44 ( $\text{CO}_2$ ) при магнитном поле 2820 в.

ствие влияния пространственного заряда. Это не позволяет, к сожалению, полностью использовать теоретически очень высокую эффективность омегатрона. На практике получают полную эффективность прибора порядка  $10^{-5} \text{ а} \cdot \text{тор}^{-1}$  при токе эмиссии 1 мкА.

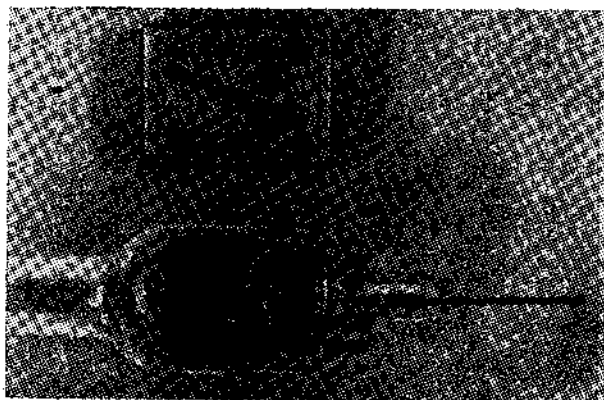
Подводя итоги, можно сказать, что омегатрон является наиболее подходящим прибором для решения многих

задач в области масс до  $M/e=50$ . Напротив, для измерений вне этой области он непригоден, о чем свидетель-



Фиг. 61. Спектр масс газов, снятый омегатроном при прогреве лампы с бегущей волной (Лихтман и Хеблинг [66]).

ствует фиг. 61. Большим преимуществом омегатрона являются его малые размеры (примерно  $30 \times 30 \times 30$  мм),



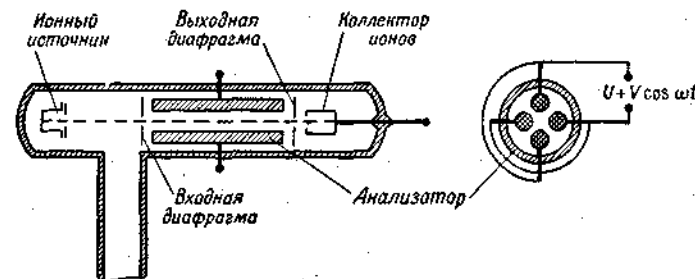
Фиг. 62. Омегатрон конструкции Клопфера (фирма „Филипс“).

благодаря чему этот прибор, например, чрезвычайно удобен для исследования состава газов в электровакуумных приборах, имеющих малый объем (фиг. 62). Пра-

вда, преимущество малых размеров частично теряется из-за необходимости работать с объемистым магнитом, который не позволяет устанавливать омегатрон так же свободно, как ионизационный манометр. Некоторые нестабильности во времени, обусловленные изменением потенциалов электродов при загрязнении и влияющие на безупречное действие прибора, были значительно уменьшены Клопфером за счет соответствующего выбора материалов электродов. При работе омегатрона в присутствии паров масел все же приходится считаться с известными погрешностями.

#### 5. МАСС-ФИЛЬТР

Масс-фильтр конструкции Пауля и Штейнведеля схематически показан на фиг. 63 (см. также табл. 3, строка 5). Ионы, образованные в ионном источнике, впускаются в анализатор, состоящий из четырех цилиндрических стержней. Диагонально противоположные стержни электрически попарно соединены. Между парами



Фиг. 63. Принципиальная схема масс-фильтра по Паулю и Штейнведелю [33].

стержней прикладывается напряжение, имеющее переменную и постоянную составляющие ( $U + V \cos \omega t$ ), причем постоянное напряжение  $U$  является определенной частью амплитуды переменного напряжения  $U = \lambda V$ .

Наглядное описание действия прибора невозможно без подробного обсуждения уравнений движения ионов. Поэтому ограничимся утверждением, что при соответ-

ствующем выборе параметров  $U$ ,  $V$ ,  $\omega$  и  $\lambda$  из общего ионного тока отфильтровывается известная часть ионов с массами  $M/e \pm \Delta M/e$ , которая проходит через анализатор. Ионы всех других масс в процессе движения вдоль анализатора совершают усиливающиеся колебания вокруг оси системы и, наконец, попадают на стержни, где нейтрализуются. Масса пропускаемых ионов (принято  $e=1$ ) равна

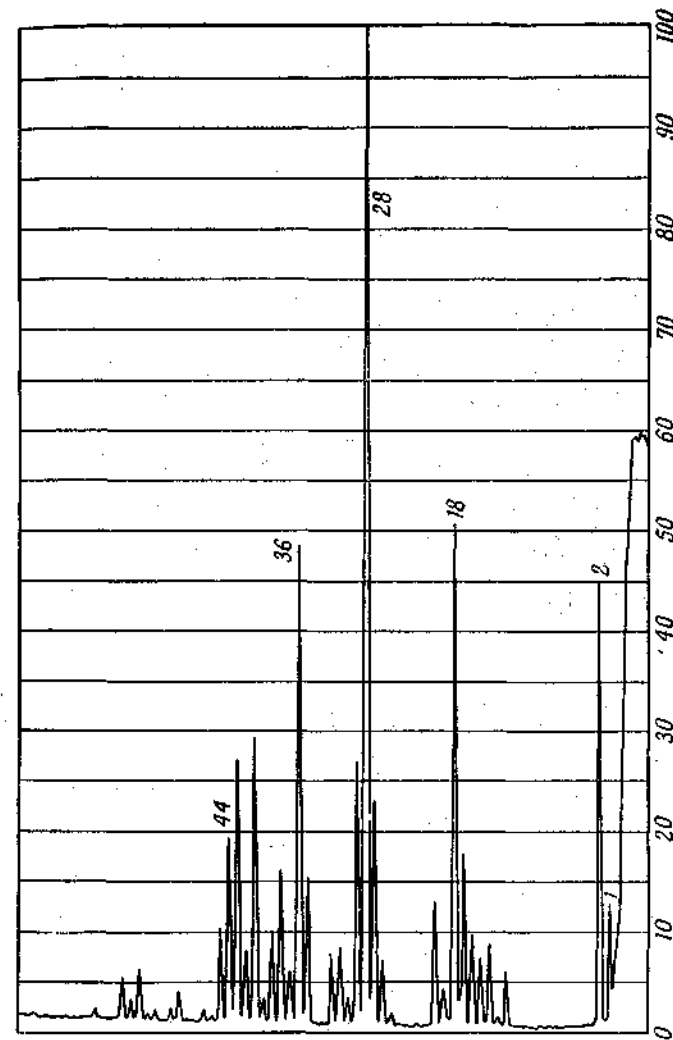
$$M = \text{const} \frac{V}{\omega^2}. \quad (57)$$

Таким образом, для развертки спектра масс можно изменять либо  $U$  и  $V$  (так как  $U=\lambda V$ ), либо  $1/\omega^2$ . По техническим причинам, которые мы не будем здесь обсуждать, первое выгоднее.

Наибольшее разрешение  $\Delta M$  достигается при  $\lambda=0,17$ . Можно показать, что величина  $\Delta M$  постоянна для всего диапазона масс, если время, за которое ионы проходят вдоль анализатора, достаточно для совершения необходимого минимального числа колебаний. Это число тем больше, чем меньше скорость ионов и чем длиннее стержни. Можно показать, что этим определяется верхняя граница диапазона масс. Не будем вникать глубже в это довольно запутанное соотношение, а перейдем к подробному рассмотрению важных свойств приборов этого типа.

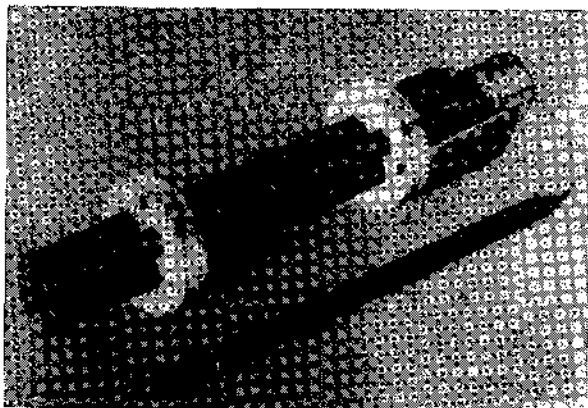
Масс-фильтр в широких пределах нечувствителен к разбросу по скоростям ионов, выходящих из источника. Поэтому он так же, как циклоидальный масс-спектрометр, позволяет применять высокоэффективные ионные источники. Чувствительность прибора, имеющего источник с электронным ударом, при токе эмиссии  $1 \text{ ма}$  составляет примерно  $10^{-4} \text{ а} \cdot \text{тор}^{-1}$ . Постоянство разрешения  $\Delta M$  (фиг. 64) упрощает пользование этим прибором как масс-спектрометром. Правда,  $\Delta M$  очень сильно зависит от  $\lambda$ , поэтому отношение напряжений должно поддерживаться чрезвычайно точно, тем более что изменение  $\lambda$  резко влияет и на коэффициент пропускания прибора.

Чтобы избежать погрешностей, необходимо выдерживать с большой точностью расстояние от стержней до оси анализатора и их параллельность. Отсюда понятно,



Фиг. 64. Участок спектра масс, снятый масс-фильтром конструкции Гюнтера (фирма „Бальцерс“).

что современное техническое исполнение такого прогреваемого прибора (фиг. 65) не может исчерпать всех возможностей этого принципа. Однако уже создана непрогреваемая конструкция, имеющая разрешение  $\Delta M \approx 0,01$  при  $M/e = 50$ . Разумеется, поддержание соответствующего постоянства величины  $\lambda$  требует высоких затрат



Фиг. 65. Устройство масс-фильтра Гюнтера [34] (фирма „Сименс — Шуккерт — Верке“, акционерное общество „Атлас“, „Бальцерс“).

на электронную часть прибора. В настоящее время уже изготовлен лабораторный образец прибора, который в соединении с умножителем регистрирует давление ниже  $10^{-14}$  тор. Надо полагать, что в будущем после преодоления технических недостатков, свойственных первой стадии разработки, именно масс-фильтр сыграет большую роль в сверхвысоковакуумных исследованиях, тем более что его ионный источник можно без затруднений ввести непосредственно в исследуемый объем.

#### 6. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Невозможно дать оптимальное решение всех проблем измерения парциального давления, возникающих в области сверхвысокого вакуума. Настоящий обзор содер-

жит критерии, позволяющие установить непригодность данного типа приборов для определенных целей. Самую универсальную область применения имеет, несомненно, прибор Рейнольдса, однако стоимость его очень высока. Поэтому целесообразно в каждом отдельном случае продумать, нельзя ли применить менее дорогой прибор для желаемых исследований. И напротив, не следует, например, обращаться к омегатрону при измерениях в атмосфере паров масел, так как для этого его разрешение совершенно недостаточно, особенно в области больших масс.

Ряд примеров по использованию масс-спектрометров приведен в тексте этой книги. Но эти примеры ни в коей мере не могут проиллюстрировать все возможные применения подобных приборов в области сверхвысокого вакуума. Здесь следует обратиться к оригинальной литературе. Это особенно важно для тех, кто интересуется вопросом масс-спектропии газовых смесей, содержащих пары масел.

#### § 4. Вспомогательные электронные устройства для измерения давлений

До сих пор мы намеренно ничего не говорили об электронных устройствах, необходимых для работы приборов, измеряющих давление, так как многие из этих устройств более или менее одинаковы для всех обсуждаемых приборов. Нет необходимости заниматься этим вопросом еще и потому, что в настоящее время в противоположность положению, существовавшему около 10 лет назад, все эти электронные приборы можно приобрести в промышленном исполнении, что позволяет отказаться от самодельных устройств. В связи с этим сделаем только несколько общих замечаний, причем вообще опустим специальные проблемы электропитания аналитической части масс-спектрометров (источники питания магнитов, высокочастотные генераторы). Рассмотрим лишь два вопроса:

1. Питание ионных источников.
2. Приборы для регистрации ионного тока.

Для обсуждения этих вопросов будем исходить из уравнения

$$P = - \frac{I^+}{I^- C}. \quad (39)$$

Итак, для измерения давления  $P$  с точностью до 1% сумма отклонений  $\Delta I^+ + \Delta I^- + \Delta C$  также не должна превышать 1%. Далее, как уже известно из фиг. 26, вероятность ионизации, а вместе с ней и постоянная прибора  $C$  очень слабо зависят от энергии электронов в диапазоне от 100 до 200 эв. Следовательно, к постоянству ионизирующего напряжения предъявляются небольшие требования, поэтому при обсуждении стабильности ионного источника можно ограничиться рассмотрением проблемы постоянства тока эмиссии  $I^-/I^+$ .

Эмиссия горячего катода по известной формуле Ричардсона чрезвычайно сильно зависит от температуры

$$I^- = \text{const } T^2 e^{-U/kT}. \quad (58)$$

Температура катода в свою очередь зависит не только от мощности накала, но и (без учета эффектов старения) от давления, так как при более высоком давлении тепло отводится за счет конвекции. Поэтому для стабилизации эмиссии необходимо в качестве управляющей величины для регулировки мощности нагрева использовать сам электронный ток, предварительно усиленный. Сатибилизация тока эмиссии с точностью  $\pm 0,1\%$  не вызывает никаких затруднений при существующих в настоящее время методах. Точность измерения предельно малых давлений ограничивается уровнем шумов усилителя ионного тока. Уровень шумов современных электрометрических усилителей, в частности усилителей с динамическим конденсатором, составляет примерно  $\Delta I^+ = 10^{-16}$  а. Следовательно, токи величиной  $10^{-15}$  а можно измерять с точностью не выше  $\pm 10\%$ , а токи порядка  $10^{-14}$  а — с точностью не выше  $\pm 1\%$ . При использовании столь чувствительных электрометрических усилителей первый каскад усиления необходимо размещать непосредственно возле датчика. В случае манометра Байярда — Альперта это связано со слишком большими трудностями, поэтому обычно до-

вольствуются более простыми усилителями, имеющими уровень шумов порядка  $10^{-14}$  а. Отсюда следует, что предел измерений манометра Байярда — Альперта, а также абсолютная ошибка измерений составляют примерно  $10^{-12}$  тор при чувствительности  $10^{-2}$  а · тор<sup>-1</sup> и токе эмиссии 1 ма (ток эмиссии не следует повышать по рассмотренным выше причинам). Этот пример позволяет оценивать аналогичные соотношения для более чувствительных регистрирующих приборов.

Более низким уровнем шумов обладает умножитель, разработанный Алленом [39]. В тщательно изготовленном умножителе при определенных условиях уровень шумов составляет величину порядка  $\Delta I^+ = 10^{-19}$  а. Однако, как уже упоминалось, ионный умножитель можно подключать не ко всем приборам. Так, например, его нельзя присоединить к манометру Байярда — Альперта или к омегатрону из-за геометрии датчика. Далее, уже упоминалось, что ионные умножители, особенно прогреваемые, очень нестабильны во времени. В связи с этим их целесообразно применять только в особых случаях.

Нет необходимости подробно обсуждать проблему постоянной времени регистрирующих приборов, так как в сверхвысоком вакууме обычно действуют медленно протекающие процессы, для которых этот вопрос не играет роли.

В заключение следует отметить, что во многих случаях целесообразно снабжать регистрирующий прибор самопишущим потенциометром. Во многих случаях только анализ изменения давления во времени может дать сведения о состоянии исследуемой сверхвысоковакуумной системы.

## § 5. Десорбционная спектроскопия

Измерение степени заполнения поверхности молекулами остаточного газа представляет интерес в двух случаях:

1) при недостаточной чувствительности прямых методов измерения давления, когда в течение длительного промежутка времени происходит накопление адсорбирующихся газов на поверхности адсорбента, а затем

осуществляется их быстрая десорбция (например, при повышении температуры);

2) при изучении природы связи адсорбированных газов, когда исследуют поведение этих газов при десорбции в зависимости от физических свойств поверхности, ее температуры и степени покрытия.

В настоящее время появилось чрезвычайно большое число работ по определению степени покрытия. Однако часть этих работ носит довольно специфичный характер, как, например, исследования адсорбции на тонких остриях, выполненные с помощью электронного проектора [40, 41], или очень изящное исследование Гермера [42] по изучению структуры монослоя на поверхности методом дифракции медленных электронов. Все эти методы очень интересны, однако в связи с общей целенаправленностью данной книги ограничимся указанием только некоторых способов измерений, представляющих наиболее общий интерес. К ним относятся:

- 1) термодесорбционная спектрометрия;
- 2) иондесорбционная спектрометрия;
- 3) фотодесорбционная спектрометрия.

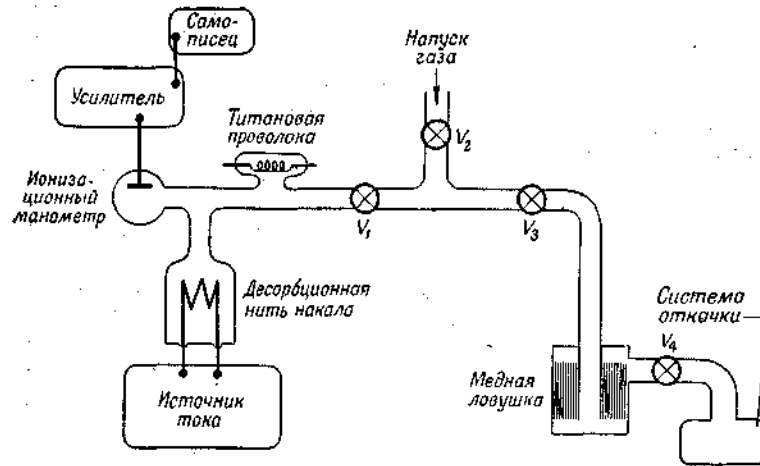
#### 1. ТЕРМОДЕСОРБЦИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ

Апкер [43] в 1948 г. предложил так называемый метод вспышки для определения состояния вакуумных систем при давлении ниже  $10^{-8}$  тор. В то время не существовало никаких способов прямого измерения давления в этой области. Апкер снабдил обычный ионизационный манометр второй нитью накала. Эта нить сначала обезгаживалась при высокой температуре, а затем охлаждалась. Как уже было показано в гл. 4, § 2, п. 2, такая поверхность вначале адсорбирует молекулы остаточного газа с высокой вероятностью прилипания вплоть до степени покрытия  $\eta \leq 1$ . Предположим в качестве примера, что находящаяся под откачкой вакуумная система объемом 1 л имеет давление  $10^{-9}$  тор. Пусть поверхность нити накала составляет 1 см<sup>2</sup> и вероятность прилипания для  $\eta \leq 1$  равна  $\gamma = 1$ . Тогда эта нить накала ( $T = 300^\circ \text{K}$ , газ — воздух) откачивала бы со скоростью  $11,7 \times 10^{-9}$  тор · л · сек<sup>-1</sup>. Если теперь на 100 сек отключить

вакуумную систему от насоса (за это время адсорбируется примерно  $1/10$  монослоя) и быстрым нагревом нити (т. е. вспышкой) опять освободить адсорбированный газ, то выделится количество газа, равное  $11,7 \cdot 10^2 \times 10^{-9}$  тор · л, т. е. давление в нашей изолированной системе объемом 1 л повысится на  $1,17 \cdot 10^{-6}$  тор, что может быть легко измерено обычным ионизационным манометром. Таким же способом, применяя метод вспышки при предельно низком давлении, можно определять давления ниже предела измерения манометра Байярда — Альперта. Теперь покажем, что для количественных измерений давления этот метод несколько сомнителен. В гл. 3, § 3, и в гл. 4, § 2, п. 2, подробно обсуждался вопрос о том, что невозможно предсказать величину вероятности прилипания  $\gamma$  для определенной комбинации газ/поверхность. Следовательно, этот метод может давать в какой-то мере воспроизводимые результаты только тогда, когда величину  $\gamma$  можно определить каким-либо способом экспериментально<sup>1)</sup>. Кроме того, разброс результатов измерений бывает очень большим, как это уже демонстрировалось на фиг. 34. С развитием чувствительных методов прямого измерения очень низких давлений метод вспышки утратил свое значение. И напротив, этот метод оказался очень полезен для изучения явлений десорбции с поверхностей и получения сведений об адсорбционных состояниях, которые десорбированные частицы имели на поверхности. На фиг. 66 схематически показана такая аппаратура, собранная Редхедом [44] (титановая проволока не имеет отношения к измерительному устройству и служит простым сверхвысоковакуумным насосом). Десорбционная нить, очень тщательно обезгаженная при высокой температуре, сначала охлаждается, затем в течение 5 мин адсорбирует и непосредственно вслед за этим ее вновь медленно нагревают при непрерывном контроле температуры нити (фиг. 67). По положению максимумов давления при десорбции Редхед смог определить энергию связи отдельных компонентов. Масс-спектрометр, не указанный на фиг. 66, позволил

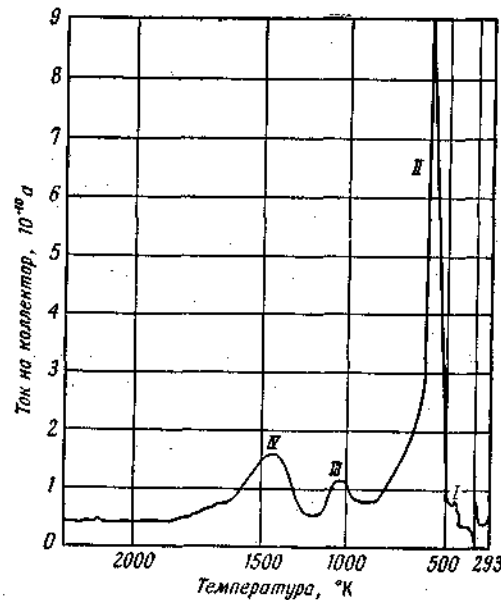
<sup>1)</sup> Это чрезвычайно трудно прежде всего потому, что вероятность прилипания зависит от степени покрытия и от давления.





Фиг. 66. Десорбционный спектрометр Редхеда [44].

Для анализа пиков выделяющихся газов временно подключался масс-спектрометр.



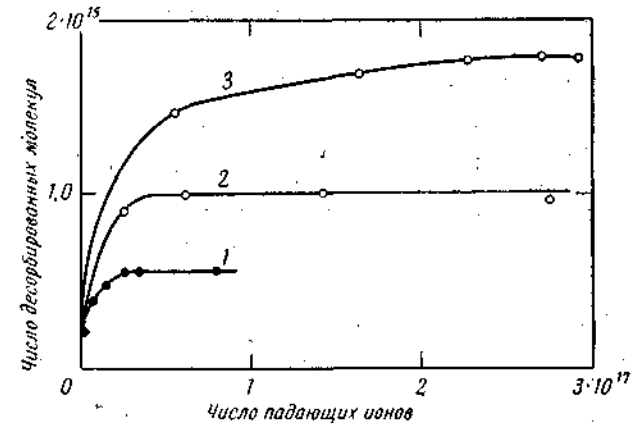
Фиг. 67. Десорбционный спектр, полученный Редхедом [44].

$P = 1 \cdot 10^{-10}$  тор; время адсорбции равно 5 мин; I — пик CO, слабая связь; II — пик  $H_2$ , слабая связь; III — пик  $H_2$ , сильная связь; IV — пик CO, сильная связь.

идентифицировать выделяющиеся газы. Десорбционная спектрометрия не ограничивается областью высоких температур. Так, например, можно проводить исследования в области более низких энергий связи при медленном оттаивании холодной ловушки, что показали Хенгефос и Хубер [45].

## 2. ИОНОДЕСОРБЦИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ

Шварц [46] впервые показал, что газы, внедренные в поверхностный слой в виде ионов, могут освобождаться при ионной бомбардировке. Браун и Лекк [47] провели более глубокое исследование этого эффекта следующим



Фиг. 68. Десорбция газа под действием ионной бомбардировки. Десорбированный газ — аргон, предварительно поглощенный ионной откачкой (Коллигон и Лекк [67]).

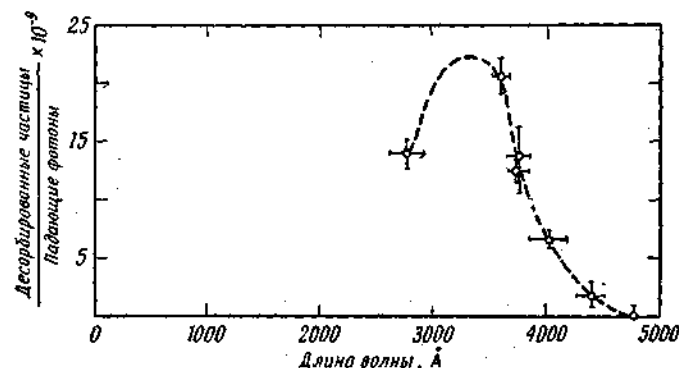
Материал мишеней: 1 — вольфрам; 2 — платина; 3 — молибден.

способом: ионы данного газа *A* сначала внедрялись в поверхность, а затем удалялись из нее бомбардировкой ионами газа *B*. С помощью масс-спектрометра, настроенного на газ *A*, авторы проследили за ходом десорбции во времени. Кармайкл и Тренделенбург [48] показали, что с помощью этого метода можно объяснить распределение поглощенного газа *A* по глубине материала. Можно показать, что процесс десорбции определяется

в основном послойным удалением поверхности (распылением), вызванным ионами газа *B*, а не прямой заменой ранее внедренных частиц типа *A* позднее внедренными частицами типа *B*, как считалось ранее. Если коэффициент распыления известен (для многих комбинаций инертных газов и металлов его можно заимствовать из работы Венера [49]), то, анализируя кривую десорбции, можно определить распределение частиц газа *A* в металле. Такие кривые десорбции показаны на фиг. 68. Не обсуждая подробно эти кривые, следует заметить, что ионы аргона проникают в вольфрам и платину, по-видимому, только до строго определенной глубины, в то время как в молибдене они могут внедряться в более глубокие слои, хотя и в значительно меньшем количестве.

### 3. ФОТОДЕСОРЦИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ

В недавно появившейся работе Ланге и Риммерсма [50] показано, что фотоны также могут освобождать адсор-



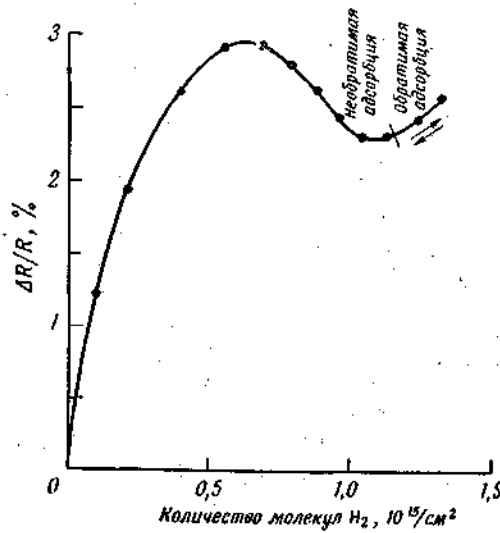
Фиг. 69. Зависимость фотодесорбции окиси углерода, адсорбированной на поверхности никеля, от длины волны облучающего света при комнатной температуре (Ланге и Риммерсма [50]).

бированные частицы газа. На фиг. 69 показана десорбция окиси углерода (предварительно адсорбированной при комнатной температуре на чистой поверхности никеля) под действием света в зависимости от длины вол-

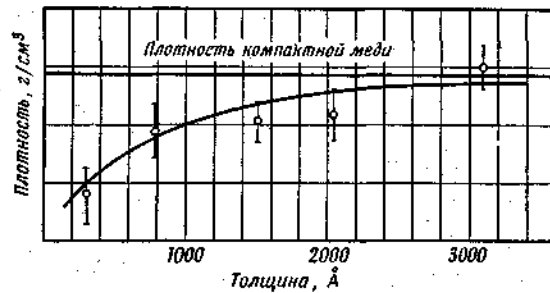
ны. По этой зависимости при известных условиях можно получить сведения об энергии связи адсорбированных частиц. В приведенном примере граница десорбции лежит при длине волны 4800 Å, что соответствует энергии связи 2,7 эв. На основании других измерений авторы пришли к заключению, что в действительности энергия связи в показанном примере должна составлять примерно 1,5 эв. По-видимому, только часть энергии фотонов расходуется на десорбцию, в то время как остальная энергия теряется за счет других процессов. Пока еще этот метод непригоден для количественного определения энергии связи. Возможно, однако, что при более обстоятельных исследованиях можно будет установить надлежащие корректирующие факторы. Значительное преимущество этого метода по сравнению с термическим методом состоит в том, что он позволяет работать изотермически, т. е. без изменения температуры и связанного с ним изменения состояния связи.

### § 6. Измерения на тонких пленках

На фиг. 3 уже было показано, что состояние тонких пленок может служить критерием загрязнений вакуумной системы. Сами по себе измерения толщины тонких пленок, как уже указывалось, исключены из обсуждения в этой книге. График, приведенный на фиг. 70 в качестве примера, показывает, что изменение сопротивления тонкой пленки может служить критерием адсорбции газов (в данном случае водорода на пленке никеля). Интересно, что при малой степени покрытия  $\gamma < 1$  протекает необратимая адсорбция (прочная связь), а при более высокой — обратимая. Следует упомянуть также о методе измерения скорости напыления путем взвешивания тонких пленок. Такое взвешивание можно осуществить, например, на вакуумных весах, разработанных Майером [51]. С их помощью можно обнаруживать пленки со средним покрытием примерно в 0,1 монослоя. Зауэрбрей [52] (см. также [53]) предложил для измерения толщины пленки метод колеблющегося кварца, основанный на изменении частоты колебаний кварца при напылении на него пленки. Из графика, приведенного на фиг. 71, видно,



Фиг. 70. Изменение сопротивления чистой пленки никеля за счет адсорбции  $H_2$  (Мицусима [68]).  
Толщина слоя 100 Å.



Фиг. 71. Плотность тонкой пленки меди по сравнению с плотностью компактной меди (Линс и Кукук [69]).

что плотность тонкой пленки при малых толщинах значительно отличается от плотности компактного вещества. Это явление необходимо принимать во внимание при применении рассмотренных выше методов измерений.

## § 7. Заключение

Обсуждение проблемы измерений показало, что для полного изучения всех существенных параметров сверхвысоковакуумной системы необходимо параллельное применение многих методов измерений. Конечно, затраты, требующиеся для этого, весьма значительны. Чтобы показать, что эти затраты могут окупиться, вернемся еще раз к примеру, приведенному на фиг. 3. На этом примере видно, что анализ парциальных давлений в сверхвысоковакуумной системе и исследование влияния различных примесей на проводимые в этой системе процессы напыления показали, это существенное значение имеет вовсе не полное рабочее давление в системе, а влияние парциального давления одного компонента. В приведенном примере определяющим является только кислород, который при удалении из газовой фазы связывается на стенках с очень высокой энергией связи. Следовательно, как вытекает из фиг. 16, он не мешает достижению «сверхвысокого вакуума по парциальному давлению кислорода» даже без прогрева аппаратуры. И поэтому процесс напыления, изображенный на фиг. 3, можно провести в обычной высоковакуумной системе, причем, разумеется, необходимо, чтобы за счет протекания в каком-либо ее месте каталитических процессов не происходило образования кислорода из паров воды, всегда имеющихся в такой высоковакуумной системе.

Обычная высоковакуумная система гораздо дешевле сверхвысоковакуумной, поэтому значительные затраты на проведение предварительных сверхвысоковакуумных исследований в конечном счете окупаются. Подобные соображения можно привести и для области предельно достижимого сверхвысокого вакуума. Как показано в гл. 5, § 5, п. 6, с помощью криогенного насоса при температуре жидкого гелия (4,2° К) теоретически можно от-

качать до давления ниже  $10^{-15}$  тор все газы, кроме самого гелия и водорода. Следовательно, очень важно установить с помощью анализа парциальных давлений, может ли гелий или водород помешать осуществляемому процессу. Если такие помехи отсутствуют, то можно сэкономить затраты на дополнительные откачные устройства для этих газов. В заключение следует еще раз подчеркнуть, что необходимо весьма критически относиться ко всем результатам измерений в сверхвысоком вакууме, претендующим на количественную значимость. Если следовать этому основному правилу, то можно получать в сверхвысоком вакууме результаты измерений, воспроизводимые так же точно, как и при более высоких давлениях. Если же пренебречь этим правилом, то ошибка может возрасти более чем на порядок.

## Глава 5

### МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ СВЕРХВЫСОКОГО ВАКУУМА

#### § 1. Общие замечания

Как и в случае высокого вакуума, нельзя указать идеальный способ получения сверхвысокого вакуума. Однако можно констатировать, что и в этой области чаще всего применяют масляные диффузионные насосы, хотя здесь несколько большую роль играют другие принципы откачки.

Прежде чем описывать типы насосов с точки зрения их работы в области сверхвысокого вакуума, рассмотрим в общей форме, какие именно факторы и параметры системы откачки следует принимать во внимание, чтобы получить наиболее выгодное с экономической точки зрения решение тех или иных задач. К этим факторам относятся:

1. Предельное давление  $P_B$  (и его парциальные составляющие), которое сам насос вносит в величину давления в установке. Если речь идет о сверхвысоковакуумной системе, которая редко работает против атмосферы, то не существенно, быстро или медленно достигается предельное давление с помощью данного насоса. Напротив, в случае циклически работающих установок, примером которых могут служить установки для напыления, очень важно получать низкие предельные давления  $P_B < Q/S$  за возможно более короткие промежутки времени.

2. Быстрота действия системы откачки и уже упоминавшаяся зависимость ее от таких факторов, как род газа, давление, количество ранее откачанного газа. У непрерывно работающих насосов, например диффузионных и молекулярных, быстрота действия, как правило, постоянна. В случае же сорбционных насосов она зависит прежде всего от перечисленных факторов, но часто обуславливается также и другими параметрами.

3. Чувствительность насосов по отношению к внезапным нарушениям режима их работы, например к отключению тока в сети питания или прекращению подачи воды для охлаждения, а также к непредвиденным прорывам воздуха в систему. Совершенно очевидно, что нарушения, которые влекут за собой необходимость в повторном прогреве установки, тем неприятнее, чем сложнее процедура прогрева. Поэтому, например, установку для напыления, которую приходится часто вскрывать, следует изготавливать всегда так, чтобы ее можно было быстро и удобно прогревать. И наоборот, в случае установок, которые редко вскрываются (например, ускорители), целесообразно производить прогрев более примитивными средствами, что, правда, сложнее, но зато позволяет избежать больших затрат.

4. Простота процедуры получения в данной системе предельно низкого давления. В этом отношении к лабораторным установкам предъявляются меньшие требования, чем к технологическим установкам, которые эксплуатируются персоналом средней квалификации, так что во втором случае желательна более высокая степень автоматизации.

5. Необходимо продумать также такой вопрос: можно ли требующуюся систему откачки построить средствами, имеющимися в лаборатории, или лучше приобрести готовый агрегат. Следует подчеркнуть, что изготовление сверхвысоковакуумного откачного поста предполагает наличие опыта в конструировании высоковакуумных установок. Поэтому мы не советуем браться за сооружение такого откачного поста тем, кто недостаточно хорошо знаком с этой областью и для кого сверхвысоковакуумный откачной пост служит лишь вспомогательным средством в его работе. Часто недооценивают трудности, с которыми приходится сталкиваться при самостоятельном изготовлении сверхвысоковакуумной системы, и кажущаяся экономическая выгода обычно пропадает из-за чрезмерно большого количества времени, которое тратится на изготовление такой системы.

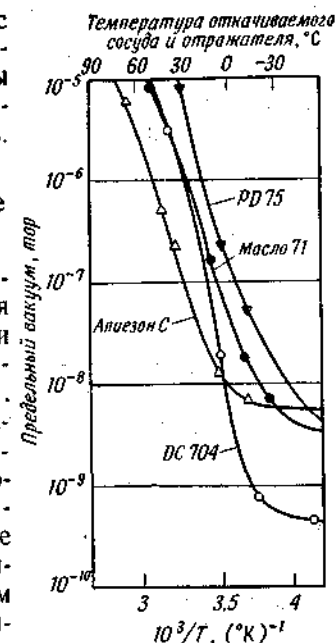
Поставив себе целью рассматривать вопросы сверхвысокого вакуума в соответствии с их практическим значением, приступим теперь к описанию способов получе-

ния сверхвысокого вакуума с помощью масляных диффузионных насосов; эти насосы мы рассмотрим более подробно, чем насосы других типов.

## § 2. Масляные диффузионные насосы

Давление пара современных рабочих жидкостей для диффузионных насосов при комнатной температуре составляет примерно  $1 \cdot 10^{-8}$  тор<sup>1)</sup>. На фиг. 72 показано, что масла, приготовленные на силиконовой основе, обладают особенно низкими давлениями пара<sup>2)</sup>. Они также наиболее стойки по отношению к прорывам воздуха (фиг. 7.3). Таким образом, даже без дополнительных средств можно подойти к границе области сверхвысокого вакуума. Правда, для этого, как впервые показал Хефер [1], необходимо последовательно соединить два таких диффузионных насоса. Следуя Хенгефосу и Хуберу [2], это можно объяснить следующими причинами.

1. Мы уже показали в гл. 2, § 3, что диффузионные насосы характеризуются конечной величиной отношения

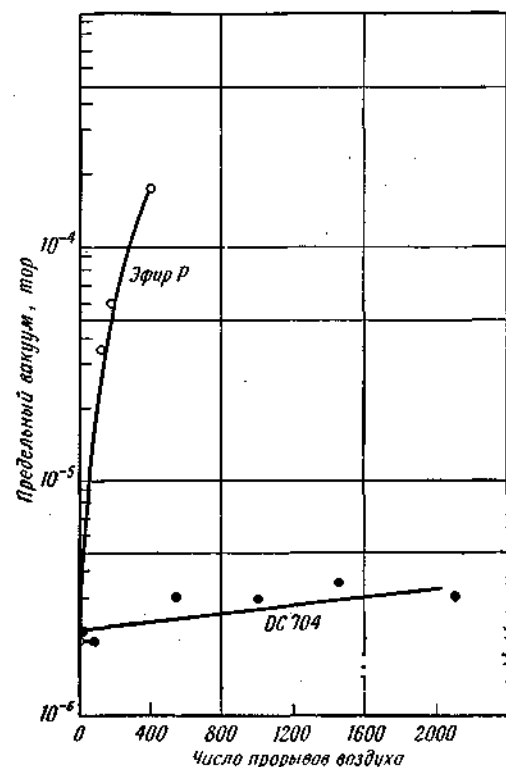


Фиг. 72. Кривые давления паров различных рабочих жидкостей для диффузионных насосов (Хефер и Хенгефос [52]).

<sup>1)</sup> На американской конференции по вакуумной технике, состоявшейся в Лос-Анжелесе в ноябре 1962 г., сообщалось о новом силиконовом масле DC 705 (фирма «Дау корнинг»), давление пара которого при 25°С равно приблизительно  $10^{-10}$  тор [61]. Ко времени написания рукописи кривая давления пара этой жидкости еще не была опубликована.

<sup>2)</sup> В работе Кроули и др. [61] сообщалось, что в области температур 0—250°С давление пара жидкостей DC 704 и DC 705 выражается эмпирической формулой  $\lg P = A - B/T$ , где  $A = 11,49$ ;  $B = 5700$  для DC 704 и  $A = 12,31$ ;  $B = 6490$  для DC 705. — Прим. перев.

впускного и выпускного давлений (коэффициент сжатия). Как показано на фиг. 74, это особенно заметно в случае легких газов. Поэтому для получения более высокого вакуума приходится либо соединять последова-

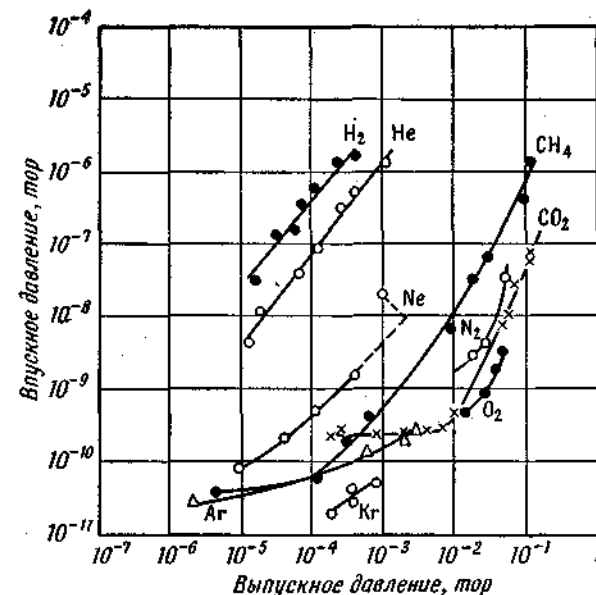


Фиг. 73. Стойкость силиконового масла ДС 704 (фирма „Дау корнинг“) и органической рабочей жидкости по отношению к прорывам воздуха (Хантрисс [53]).

тельно несколько диффузионных насосов, либо увеличивать число ступеней в одном насосе.

2. Был также обнаружен эффект накладывающейся на действительную обратную диффузию «ложной обратной диффузии»; этот эффект состоит в том, что в кипятыльник диффузионного насоса попадает масло из меха-

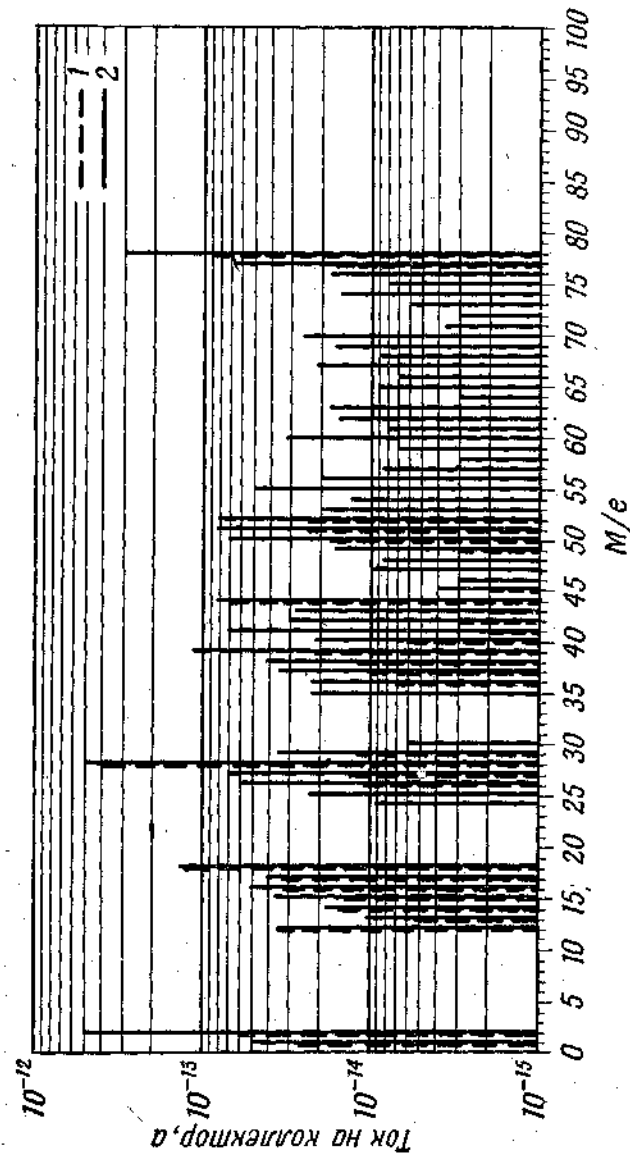
нического насоса предварительного разрежения, в результате чего увеличивается давление пара рабочей жидкости. Так как обычно все ступени насоса питаются от общего кипятыльника, то увеличение числа ступеней в одиночном насосе не может привести к уменьшению этого эффекта, тогда как при последовательном соединении



Фиг. 74. Обратная диффузия различных газов через диффузионный насос (Хенгефос и Хубер [2]).

Давления измерены по азотному эквиваленту.

двух или более диффузионных насосов этот эффект должен существенно уменьшаться. На фиг. 75 отчетливо показано, как применение последовательно соединенных диффузионных насосов влияет на состав остаточных газов. Эти данные были получены при последовательном включении двух диффузионных насосов, сообщавшихся с масс-спектрометром (применялось масло ДС 704). Когда работали оба насоса, полное давление было равно  $5,1 \cdot 10^{-9}$  тор (в азотном эквиваленте). При выключе-



Фиг. 75. Влияние применения дополнительного диффузионного насоса на предельный вакуум масляного диффузионного насоса (Хенгефос и Хубер [2]).

1 — дополнительный диффузионный насос включен ( $5,1 \cdot 10^{-9}$  тор); 2 — включен ( $6,0 \cdot 10^{-8}$  тор).

нии промежуточного диффузионного насоса полное давление возрастало примерно на порядок. Это увеличение давления сопровождалось ростом интенсивности пика с массой 2 (водород, малый коэффициент сжатия), а также появлением новых, ранее не наблюдавшихся массовых линий в спектре. Можно было показать, что эти массовые линии типичны для остаточной среды в механическом насосе предварительного разрежения. Одного только последовательного соединения диффузионных насосов обычно еще недостаточно для получения предельно низких давлений. Тем не менее, конечно, целесообразно применять этот метод, чтобы более полно использовать преимущества современных рабочих жидкостей для диффузионных насосов.

#### 1. ОБЩИЕ ЗАМЕЧАНИЯ О ЛОВУШКАХ ДЛЯ ПАРОВ РАБОЧИХ ЖИДКОСТЕЙ

Прежде чем рассматривать конкретные виды ловушек для паров рабочих жидкостей, необходимо сделать несколько общих замечаний. Несмотря на то что этому вопросу посвящено особенно много работ, мы должны будем в нашем изложении ограничиться в основном модельными представлениями, так как проведение количественных исследований в этой области сопряжено с большими трудностями, а имеющиеся результаты измерений часто противоречивы. По этой причине изложенные ниже соображения в будущем, конечно, подвергнутся некоторым исправлениям. Тем не менее можно считать, что если не в деталях, то в целом они все же довольно точно отражают действительное положение вещей. Поскольку пока еще неизвестны все факторы, определяющие действие ловушек для паров рабочих жидкостей, нельзя сформулировать универсальные правила для конструирования таких ловушек. Поэтому приходится, например, эффективность масляных ловушек в отдельных случаях определять экспериментально.

Существуют два основных способа уменьшения давления пара рабочей жидкости в откачиваемом объеме.

1. Можно сконструировать маслоуловитель, используя тот факт, что пропускная способность соединитель-

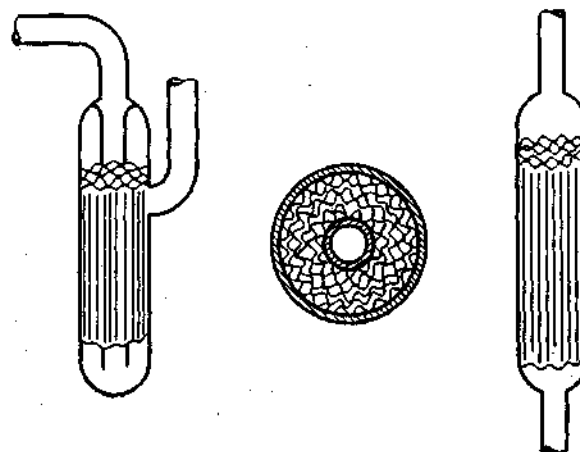
ных трубопроводов гораздо меньше для масел, чем для постоянных газов. На это обстоятельство мы обращали внимание в гл. 3, § 4, и в гл. 4, § 2, п. 2. Как правило, этот способ приводит к понижению давления в откачиваемом объеме только в том случае, если стенки, ограничивающие этот объем, были предварительно очищены от масла путем прогрева, после чего они могут действовать по отношению к молекулам масла как адсорбционный насос. Такая система — маслоотражатель — откачиваемый объем, как будет подробнее показано ниже, действует лишь в течение определенного времени, а затем давление начинает опять повышаться вследствие эффекта насыщения. Состояние системы до насыщения мы будем называть квазистационарным состоянием, а такого рода ловушки для рабочих жидкостей — отражателями.

2. Между откачиваемым объемом и насосом можно поместить охлаждаемую ловушку, снижающую давление паров рабочей жидкости в откачиваемом объеме до давления, соответствующего пониженной температуре ловушки. Такая охлаждаемая ловушка для масла работает стационарно, т. е. даже после весьма продолжительного времени откачки давление в откачиваемом объеме не возрастает. Этот прием одинаково хорошо применим как для прогреваемых, так и для непрогреваемых установок. Необходимость охлаждать масляные ловушки во многих случаях является техническим недостатком. Приходится время от времени вручную добавлять охлаждающее средство или применять автоматические наполняющие устройства, которые часто работают не очень надежно. Ловушки, действующие по такому принципу, мы будем в дальнейшем называть «холодными ловушками».

3. Можно было бы использовать поглотительную способность некоторых материалов по отношению к маслам, обеспечив соответствующим выбором конструкции ловушки, чтобы каждая молекула масла на пути от насоса обязательно столкнулась с поглощающим материалом. Вопросы, связанные с такими адсорбционными ловушками, будут рассмотрены более подробно ниже.

## 2. ОТРАЖАТЕЛИ

Альперту с сотр. [3] впервые удалось создать и поддерживать в течение недель и месяцев сверхвысокий вакуум в небольшой системе, используя медную ловушку. Изображенная на фиг. 76 медная ловушка представляет собой не что иное, как систему большого числа трубопроводов, и имеет пропускную способность для постоянных газов около нескольких



Фиг. 76. Медная ловушка (Альперт [3]).

литров в секунду, в то время как для молекул масла пропускная способность такой системы чрезвычайно мала. До сих пор не существует объяснения задерживающего действия такой ловушки. Альперт и его сотрудники установили только следующие факты:

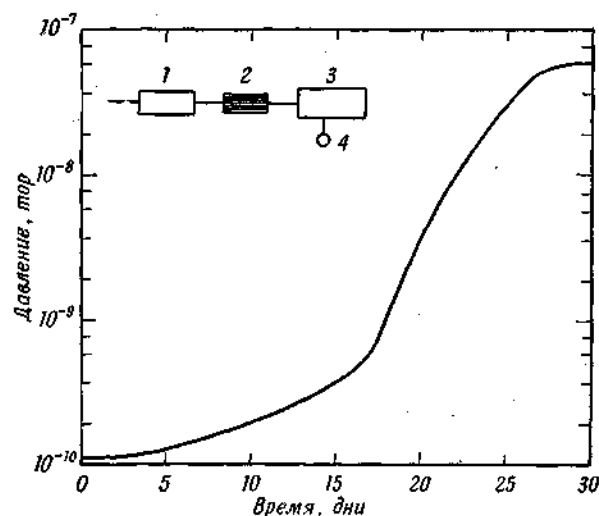
1. Задерживающее действие медной ловушки после ее прогрева сохраняется лишь в течение определенного времени (период квазистационарного состояния) (фиг. 77).

2. После наблюдающегося ухудшения вакуума устанавливается равновесное давление, которое всегда на порядок ниже давления пара рабочей жидкости.

3. Между режимом работы манометра Байярда — Альперта и периодом стационарного состояния сущест-



вует известная, хотя и плохо воспроизводимая связь, а именно период квазистационарного состояния тем продолжительнее, чем больше ток эмиссии и, следовательно, температура нити накала манометра Байярда — Альперта. Вполне разумно даже предположить, что откачивающая способность ионизационного манометра каким-то образом зависит от названных параметров.



Фиг. 77. Временное изменение давления за прогретой медной ловушкой (Кармайкл и Ланге [54]).

1 — масляный диффузионный насос; 2 — медная ловушка; 3 — откачиваемый сосуд; 4 — манометр Байярда — Альперта.

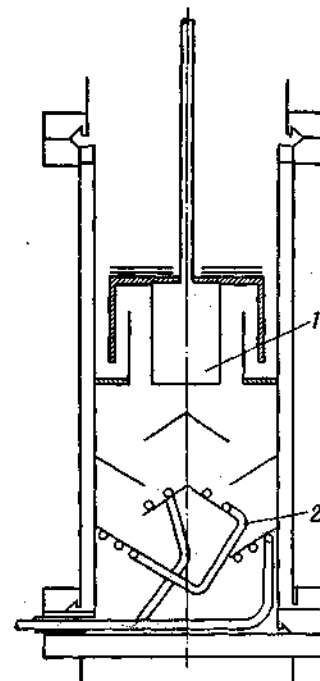
Попытки увеличить геометрические размеры медной ловушки в целях использования ее в системах с металлическими масляными диффузионными насосами с большой быстротой действия до сих пор оканчивались неудачами. Для объяснения этих неудач сейчас можно предложить следующие соображения:

1. Исследования Альперта проводились на установках с масляными диффузионными насосами, изготовленными из стекла по Хикмену [7]. Эти насосы, по-видимому, дают меньше продуктов крекинга, чем применявшие-

ся металлические насосы с известными в то время маслами.

2. При комнатной температуре отражатель не задерживает эти продукты крекинга масла, образующиеся в металлических насосах, поскольку они являются постоянными газами.

3. Стеклоанный диффузионный насос, по Хикмену, имеет для каждой ступени отдельный кипятильник. Это значительно препятствует загрязнению последней ступени маслом из насоса предварительного разрежения и продуктами его крекинга. Напротив, различные ступени металлических насосов обычного типа питаются от одного и того же кипятильника. Поэтому всегда необходимо включать последовательно два или более диффузионных насоса. Раньше этого не делали потому, что приведенные соображения не были известны. Поэтому в течение ряда лет казалось, что большие системы откачки с металлическими насосами для давлений в области сверхвысокого вакуума можно изготавливать только с холодными ловушками. Хорошая охлаждаемая ловушка была разработана Постом [8] (фиг. 78). Существенная особенность этой ловушки состоит не только в том, что молекулы масла испытывают множество столкновений с охлаждаемой поверхностью, прежде чем они попадают в откачиваемый сосуд, но также и в том, что благодаря применению «лабиринтов» значительно возрос путь для миграции молекул масла по поверх-



Фиг. 78. Комбинация отражателя с водяным охлаждением и вымораживающей ловушки с миграционным барьером (Пост [8]).

1 — ловушка с жидким воздухом; 2 — отражатель с водяным охлаждением.

ности<sup>1)</sup>. Нужно всегда учитывать не только объемный поток молекул масла через отражатель, но и возможность движения масла за счет миграции по поверхности. Хубер и Тренделенбург [9] показали, что можно в течение многих недель поддерживать давление ниже  $10^{-9}$  тор, применяя отражатель аналогичной конструкции при комнатной температуре, если включить последовательно два диффузионных насоса. Применение современных рабочих жидкостей, например типа DC 704, позволяет поддерживать в установках с быстротой откачки  $100-1000 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$  давление  $10^{-10}$  тор и ниже практически неограниченное время.

Поясним теперь на одном примере принцип действия отражателя. Допустим, что сосуд кубической формы имеет объем  $1000 \text{ л}$  и поверхность  $60\,000 \text{ см}^2$ . Пусть этот сосуд соединен с насосом через отражатель подходящей формы, пропускная способность которого для воздуха составляет  $100 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$ , а для молекул масла —  $1 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$ . Будем считать, что быстрота действия насоса столь велика, что эффективная быстрота откачки перед входом в отражатель численно равна пропускной способности отражателя. Откачиваемый сосуд был предварительно очищен от молекул масла прогревом, так что мы можем считать, что он является идеальным насосом для молекул масла до тех пор, пока на его стенках не образуется монослой масла. В этом случае на некоторое время может установиться квазистационарное предельное давление, величина которого определяется соотношением между потоком молекул масла в сосуд через отражатель и быстротой откачки масла стенками сосуда. Пусть давление пара рабочей жидкости над насосом составляет  $1 \cdot 10^{-8}$  тор. Тогда поток через отражатель в откачиваемый сосуд будет равен  $1 \cdot 10^{-8}$  тор  $\cdot \text{л} \cdot \text{сек}^{-1}$ . Быстрота откачки стенками сосуда при молекулярном весе пара, равном 500, и площади поверхности

<sup>1)</sup> Эта ловушка называется также ловушкой с миграционным барьером, так как в ней часть поверхности внешнего корпуса находится в лучистом контакте с холодным сосудом и за счет этого охлаждается, радикально предотвращая поверхностную миграцию. — Прим. ред.

$6 \cdot 10^4 \text{ см}^2$ , согласно формуле (16), равна

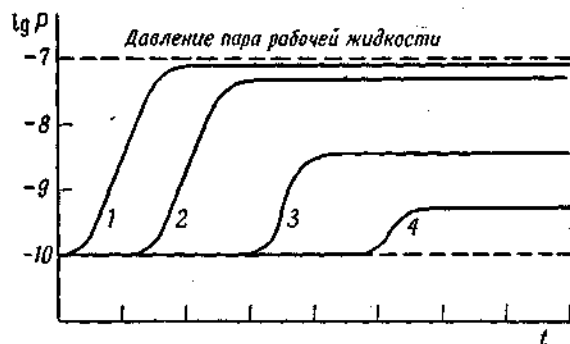
$$11,7 \sqrt{\frac{29}{500}} \cdot 6 \cdot 10^4 = 1,8 \cdot 10^5 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}. \quad (59)$$

По формуле  $P=Q/S$  найдем, что давление паров масла в откачиваемом объеме в течение периода квазистационарного состояния будет составлять  $10^{-8}/(1,8 \cdot 10^5)$ , или округленно  $5 \cdot 10^{-14}$  тор. Мы не знаем точно, за какое время при данном давлении образуется монослой молекул масла, но можно считать, что это время не очень сильно отличается от соответствующей величины для постоянных газов, так как, хотя за единицу времени на поверхность попадает меньше молекул масла вследствие их большого молекулярного веса, каждая молекула масла занимает больше места. В нашем приближенном расчете можно принять, что при давлении  $10^{-10}$  тор монослой образуется за 3 час. При давлении  $5 \cdot 10^{-14}$  тор, как в нашем примере, должно пройти, следовательно,  $3 \cdot 10^{-10}/5 \cdot 10^{-14} = 6000$  час, прежде чем станет заметным повышение давления<sup>1)</sup>. На практике соотношение между пропускной способностью для постоянных газов и пропускной способностью для молекул масла может быть еще более благоприятным, чем было принято в нашем примере. Поэтому вполне возможно, что при правильном выборе геометрии отражателя квазистационарное состояние будет сохраняться практически неограниченное время.

На это квазистационарное состояние может накладываться постоянное снижение давления вследствие эффекта Блирса, описанного в гл. 4, § 2, п. 2, так как специфическое откачивающее действие ионизационного манометра по отношению к молекулам масла ведет к снижению общего давления. В случае когда поверхность стенок откачиваемого сосуда велика, этот эффект не играет

<sup>1)</sup> Такое соотношение пропускной способности отражателя для воздуха и для паров масла предполагает адсорбцию молекул масла в отражателе. По мере насыщения поверхности отражателя пропускная способность для паров масла будет возрастать. Проведенные расчеты времени сохранения предельно малого давления справедливы лишь в том случае, когда поверхность отражателя значительно превосходит поверхность сосуда. — Прим. ред.

решающей роли, поскольку специфическое откачивающее действие может составлять по порядку величины не более нескольких литров в секунду. Однако для небольших лабораторных систем этот эффект может приводить к тому, что вообще не будет наблюдаться никакого повышения давления, так как откачивающее действие ионизационного манометра по отношению к молекулам ма-



Фиг. 79. Зависимость давления от времени в сверхвысоковакуумных системах с лабиринтными отражателями (Хенгефос).

Кривые 1—4 показывают, как совершенствование отражателя увеличивает продолжительность квазистационарного состояния и разницу между давлением рабочей жидкости и давлением в откачиваемом сосуде, остающуюся после насыщения поверхности откачиваемого сосуда вследствие влияния эффекта Блирса.

сла никогда не достигает насыщения. Существует принципиальная возможность создания «избирательных» насосов для масла с большой производительностью. Если таких насосов нет до сих пор, то это объясняется тем, что с помощью соответствующих отражательных систем можно легко поддерживать квазиравновесное состояние в течение чрезвычайно длительных периодов времени без дополнительных усложнений.

Изменение давления со временем в такой системе можно хорошо описать на примере модели, предложенной Хенгефосом [5] (фиг. 79). Минимальное квазистационарное давление обусловлено откачивающим действием поверхности сосуда. Разность между давлением пара рабочей жидкости и предельным давлением, всегда остающаяся после увеличения давления, объясняется эффек-

том Блирса. Усовершенствование отражателя, т. е. уменьшение его пропускной способности для масла, показанное кривыми 1—4, приводит, во-первых, к увеличению длительности квазиравновесного состояния и, во-вторых, к меньшему подъему давления после насыщения стенок откачиваемого сосуда, что объясняется увеличением влияния эффекта Блирса.

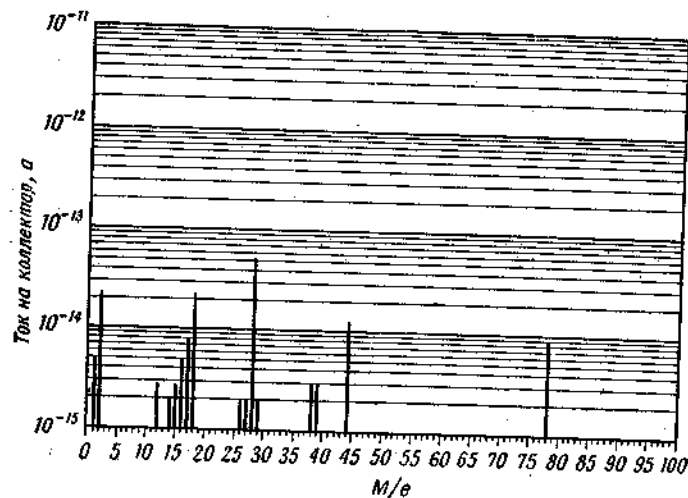
Следует заметить, что высказанные здесь соображения до последнего времени были предметом жарких споров, в частности особенно долго пытались объяснить ограниченную эффективность отражателей насыщением предварительно очищенных поверхностей самих отражателей (о явлении просачивания по Клаузингу [6] см. гл. 3, § 4). Автор все-таки убежден в том, что изложенные выше соображения по крайней мере качественно отвечают истинному положению вещей<sup>1)</sup>.

Типичный спектр остаточных газов откачного поста, состоящего из двух металлических насосов и одного лабиринтного отражателя, показан на фиг. 80. Сравнение со спектром рабочей жидкости DC 704 (см. фиг. 40), снятом на том же масс-спектрометре, показывает, что в остаточном газе совершенно отсутствует масло, но зато имеется бензол ( $M=78$ ). Бензол является одним из главных осколков этого масла и вносит значительный вклад в предельный вакуум. Бензол, несомненно, образуется в результате крекинга в диффузионном насосе. Если необходимо и этот продукт крекинга удалить из откачиваемого объема, то в настоящее время ничего не остается, как применить холодную ловушку. Создается впечатление, что большие диффузионные насосы вследствие более слабого нагрева рабочей жидкости оказываются гораздо лучше в отношении крекинга, чем малые диффузионные насосы с быстротой действия  $60 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$ , применявшиеся в упомянутом здесь эксперименте. Это ясно следует из того, что с большими насосами достигаются более низкие давления. Пока нет масс-спектрометрических исследований этого вопроса. Новые рабочие жидкости (например, DC 705, упомянутая в примечании на

<sup>1)</sup> Принципиальную правильность изложенных представлений удалось подтвердить экспериментально.

стр. 157) должны привести к новым успехам в этой области.

Резюмируя, можно сказать: сверхвысокий вакуум области  $1 \cdot 10^{-10}$  тор в настоящее время можно подде-



Фиг. 80. Спектр остаточных газов прогреваемого сверхвысоковакуумного откачного поста с двумя последовательно включенными диффузионными насосами и лабиринтным отражателем (Хенгефос и Хубер [2]).

Измеренное полное давление  $1,6 \cdot 10^{-9}$  тор; сумма парциальных давлений  $1,4 \cdot 10^{-9}$  тор.

$H_2$	$CH_4$	CO	$CO_2$	$H_2O$	M 78
$2,3 \cdot 10^{-10}$	$0,5 \cdot 10^{-10}$	$3,3 \cdot 10^{-10}$	$1,2 \cdot 10^{-10}$	$2,4 \cdot 10^{-10}$	$4,0 \cdot 10^{-10}$

Все давления измерены по азотному эквиваленту.

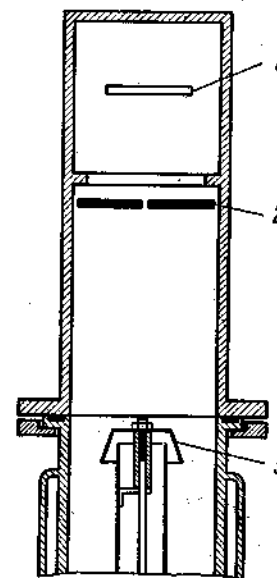
живать в течение больших промежутков времени, применяя масляные диффузионные насосы с большой быстротой действия без глубокого охлаждения, если:

1) применять по крайней мере два масляных диффузионных насоса, включенных последовательно;

2) позаботиться о том, чтобы благодаря соответствующей, сначала выбранной чисто эмпирически конструкции отражателя соотношение между пропускной способностью для постоянных газов и пропускной способностью для молекул масла было особенно благоприятным;

3) применять рабочие жидкости с возможно более низким давлением пара, чтобы уменьшить противоток через отражатель. При этом необходимо соответствующими методами исключить направленный поток масла на отражатель, который мог бы там привести к повышению локальным концентрациям давления. К этому последнему пункту необходимо сделать еще некоторые замечания.

Руфу и Винклеру [10] с помощью метода камеры-обскуры (фиг. 81) удалось показать, что край верхнего зонтичного сопла является источником весьма сильного направленного обратного потока масла. Этот обратный поток можно, как это показано на фиг. 82, существенно уменьшить при помощи мер, предложенных различными авторами (см., например, работы Хефера и Винклера [11], Пауэра и Кроули [12]). Наиболее удобным оказалось помещение охлаждаемого колпачка особой формы над верхним соплом. Хендерсон и др. [16], используя устройство, показанное на фиг. 83, смогли показать, что насосы различных фирм дают обратные потоки весьма разной интенсивности. На фиг. 84 показаны результаты измерений с различными насосами приблизительно одинаковой быстроты действия. Следует заметить, что при-

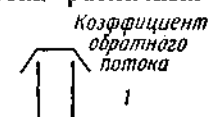


Фиг. 81. Метод камеры-обскуры для измерения малых обратных потоков паров масла (Руф и Винклер [10]).

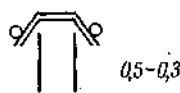
Толщина и распределение слоев масла определяются интерферометрически. 1 — приемная пластина; 2 — диафрагма; 3 — верхнее зонтичное сопло диффузионного насоса.

веденные на фиг. 84 данные уже устарели. Новые разработки различных фирм имеют более высокие параметры. Фиг. 84 приведена лишь для иллюстрации основных положений.

На фиг. 85 показан типичный пример современного лабиринтного отражателя. Нижняя половина этого отражателя постоянно охлаждается водой, отключаемой только на время прогрева. Верхняя половина отражателя обычно работает



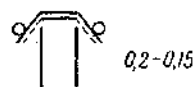
1



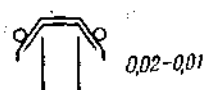
0,5-0,3



0,5-1

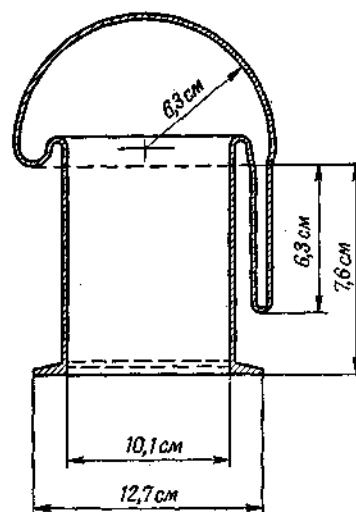


0,2-0,15



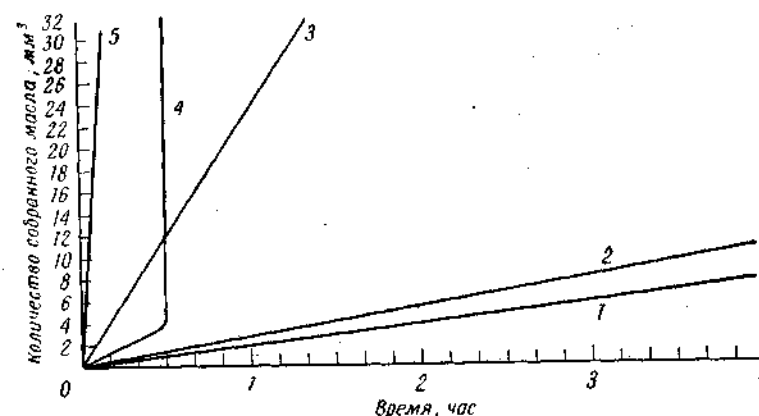
0,02-0,01

Фиг. 82. Уменьшение обратного потока масла при применении охлаждаемых сопел различной формы (Хаблянян и Стейнхерц [55]).



Фиг. 83. Измерительный колпак для определения обратного потока; масло собирается в отстойке (Хендерсон и др. [16]).

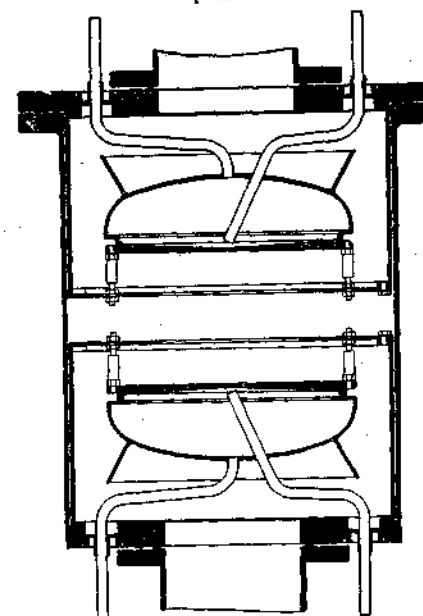
при комнатной температуре. В случае необходимости, например когда требуется удалить из откачиваемого сосуда последние продукты крекинга, ее можно охлаждать дополнительным хладагентом.



Фиг. 84. Обратный поток паров масла в насосах различных типов (Хендерсон и др. [16]).

1 — „Лейбольд DO 2001“; 2 — „Кинней 1000 F“; 3 — NRC HP 10; 4 — HV 10 P; 5 — SEC MCF 1400.

В случае насоса SEC PMC 1440 обратный поток не был обнаружен за 52 час работы.



Фиг. 85. Лабиринтный отражатель (Хубер и Тренделенбург [57]). Верхнюю часть отражателя в случае необходимости можно охлаждать жидким азотом.

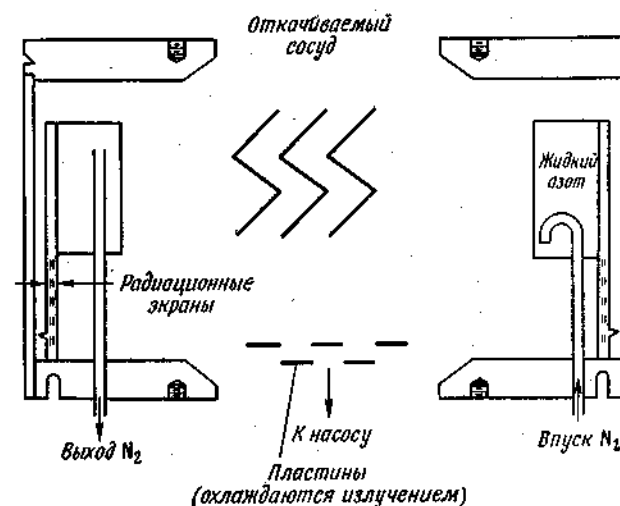
### 3. ЛОВУШКИ С ГЛУБОКИМ ОХЛАЖДЕНИЕМ

Уже упоминалось, что в некоторых случаях при удалении продуктов крекинга нельзя обойтись без применения глубокого охлаждения. Иногда по каким-либо техническим причинам исключается применение лабиринтного отражателя. Лабиринтный отражатель занимает довольно много места, когда требуется, чтобы он имел, с одной стороны, хорошую пропускную способность для постоянных газов и, с другой стороны, незначительную пропускную способность для молекул масла. Показанный на фиг. 85 лабиринтный отражатель обладает пропускной способностью, близкой к скорости действия диффузионного насоса, т. е. комбинация насос — отражатель позволяет получать эффективную быстроту откачки, равную примерно половине номинальной скорости действия насоса. Отражатель при этом имеет высоту, равную приблизительно высоте соответствующего диффузионного насоса, и примерно в три раза больший диаметр. Можно представить себе случай, когда просто нет места для такого отражателя. Тогда необходимо построить ловушку, подвергаемую глубокому охлаждению, т. е. такую, в которой каждой молекуле масла в принципе достаточно встретить на своем пути охлажденную поверхность всего лишь один раз. Такая ловушка может быть гораздо короче, чем отражатель, имеющий такую же пропускную способность для постоянных газов (фиг. 86).

Как показывает кривая давления на фиг. 72, для такой ловушки может быть достаточно сравнительно небольшого понижения температуры. (Излом на кривой давления пара в направлении низких температур с переходом в горизонтальную линию обусловлен давлением всегда имеющихся в сверхвысоковакуумной системе постоянных газов. Эффективное парциальное давление паров масла при низких температурах в этих экспериментах можно определить только экстраполяцией прямолинейного участка кривой.)

После этого может показаться непонятным, почему вымораживающие ловушки в сверхвысоковакуумной области работают всегда при температуре около 80° K, для получения которой необходимо применять жидкий

азот или жидкий воздух, что, без сомнения, технически очень неудобно. Эти, казалось бы, излишние издержки объясняются, однако, тем, что долгое время не было известно значение некоторых компонентов газовой среды насосов предварительного разрежения, попадающих в диффузионный насос. Эти компоненты имеют гораздо



Фиг. 86. Отражатель типа жалюзи (Миллерон [57]).

Следует обратить внимание на удлинение пути миграции масла.

более высокое давление пара, чем рабочая жидкость диффузионного насоса, и их можно выморозить только при очень низких температурах. Когда же применяют два последовательно соединенных диффузионных насоса, против чего почти не может быть технических возражений, то в принципе уже нет никаких оснований применять ловушку с очень низкой температурой. Так, например, при использовании DC 704 достаточно работать при температуре —30° C, которую легко можно получить при помощи обычных холодильных машин, работающих на фреоне. К сожалению, весь этот комплекс вопросов пока совершенно не имеет экспериментальной основы, и все до сих пор описанные ловушки с глубоким охлаждением

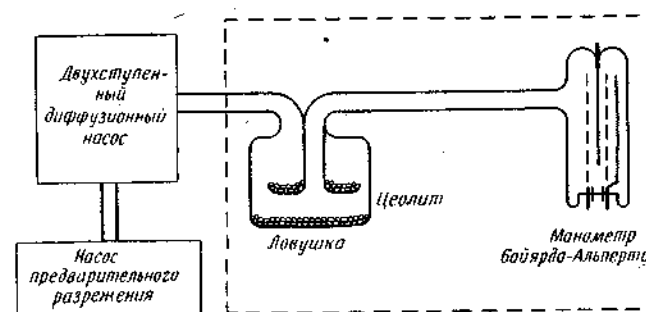
для сверхвысоковакуумных целей работают приблизительно при  $80^\circ\text{K}$ . Целесообразно еще раз сказать об уже упоминавшемся усложнении в случае работы при более высоких температурах: возможны процессы, при которых недопустим вклад бензола в состав остаточных газов (бензол при  $-30^\circ\text{C}$  имеет давление насыщенного пара  $2\text{ тор}$  и лишь при  $100^\circ\text{K}$  давление становится меньше  $10^{-10}\text{ тор}$ ). В подобных случаях может все же оказаться необходимым применить ловушку со сравнительно низкой температурой. Приведенный пример еще раз показывает, как важно для каждого процесса проводить анализ парциальных давлений при помощи масс-спектрометра, чтобы знать, какие именно компоненты остаточных газов могут вредно повлиять на проводимый процесс. Только после этого можно обоснованно принять решение об использовании хотя и более эффективного, но зато сопряженного с дополнительными затратами и более сложного в эксплуатации метода откачки.

Таким образом, оказывается, что не существует ни идеального способа откачки, ни идеального метода устранения обратного потока рабочей жидкости, так что наилучшее решение определяется поставленной задачей. Поэтому целесообразно иметь более универсальный откачной пост, снабженный лабиринтным отражателем, который в случае необходимости можно подвергать глубокому охлаждению (см. фиг. 85). Если же заранее известно, что применение глубокого охлаждения неизбежно, то предпочтительнее выбрать устройство, аналогичное ловушке, изображенной на фиг. 86, поскольку она позволяет существенно сэкономить место.

#### 4. АДСОРБЦИОННЫЕ ЛОВУШКИ

Медные ловушки в свое время оправдали себя в небольших сверхвысоковакуумных установках, но, как уже было упомянуто, они не годятся для больших металлических насосов. Поэтому велись поиски такого материала, который эффективнее откачивал бы масло, чем не оправдавшая надежды медь. В 1959 г. Бьонди смог сообщить [13, 14], что давно уже известные, так называемые молекулярные сита, в особенности цеолиты, применявшиеся

для адсорбции водяных паров, а также активированная окись алюминия могут давать хорошие результаты при использовании их в качестве материалов для масляных ловушек. Этот исследователь сначала работал с небольшой установкой из стекла с хикменовским насосом (фиг. 87) и получил результаты, которые в отношении

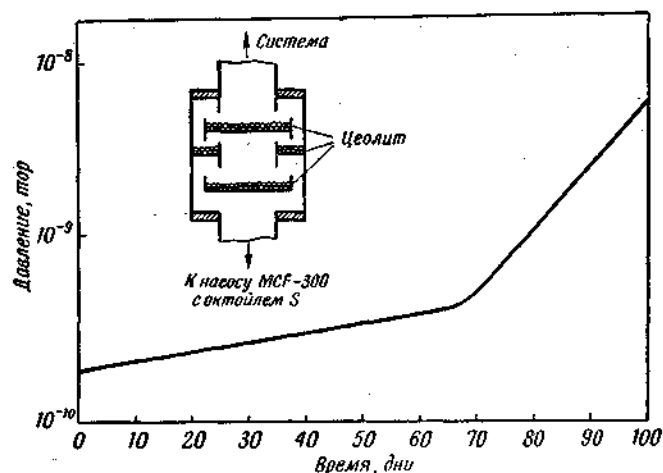


Фиг. 87. Схема вакуумной системы со стеклянным двухступенным диффузионным насосом типа Хикмена и с цеолитовой ловушкой (Бьонди [13]).

предельного давления соответствовали медным ловушкам, а в отношении длительности стационарного состояния даже превосходили их. Бьонди удалось также в течение нескольких недель поддерживать сверхвысокий вакуум над лабиринтным отражателем (фиг. 88), в который дополнительно были помещены цеолитовые зерна, производя откачку металлическим насосом с быстротой действия  $300\text{ л}\cdot\text{сек}^{-1}$ . (В понятие «цеолит» в дальнейшем, хотя это и не совсем правильно, мы будем включать активированную окись алюминия.) На первый взгляд не совсем ясно, каким образом цеолиты адсорбируют молекулы масла. Эти материалы представляют собой алюмо-магниево-силикаты, из которых при нагревании может быть удалена кристаллизационная вода без изменения кристаллической структуры. Легко понять, что возникшие в результате удаления водяного пара свободные места в решетке затем могут опять связывать молекулы воды и, вероятно, молекулы с близкими размерами. Однако то, что и молекулы масла, имеющие гораздо

большие размеры, также должны связываться такими местами, оставалось по-прежнему загадочным, хотя экспериментальные результаты, несомненно, говорили о том, что такой процесс действительно имеет место.

Недавно Хенгефосу удалось показать, что в данном случае мы имеем дело с неправильной интерпретацией безупречных самих по себе результатов исследований.



Фиг. 88. Зависимость давления от времени в сверхвысоковакуумной системе с металлическим масляным диффузионным насосом и цеолитовой ловушкой (Бьонди [13]).

Ему удалось показать, что активированная окись алюминия откачивает не само масло, а продукты его крекинга. Действие ловушки Бьонди (фиг. 88) можно поэтому объяснить следующим образом: выбранное в значительной степени случайно лабиринтное устройство уже само по себе действует как отражатель по отношению к рабочей жидкости диффузионного насоса. Цеолит же, кроме того, адсорбирует осколки форвакуумного масла, которые в данном случае должны иметь место ввиду отсутствия второго диффузионного насоса. А эти осколки, как показано на фиг. 75, в основном лежат как раз в области масс и геометрических размеров, не сильно отличающихся от массы и размера молекул воды. По-

этому они и могут связываться свободными местами, оставшимися после удаления воды из цеолита.

Таким образом, в свете этих результатов роль цеолитовой ловушки должна быть значительно меньше, чем это вначале предполагалось. Остается испытать, можно ли эту ловушку эффективно применять для улавливания типичных бензольных продуктов крекинга жидкости DC 704. Если окажется, что это действительно так, то комбинация цеолитовой ловушки с лабиринтным отражателем и в будущем найдет разумное применение. Следует заметить, что эксплуатация цеолитовых ловушек не очень удобна в отношении ввода их в действие. Во время прогрева освобождается значительное количество водяного пара, которое должно быть переработано системой откачки. Поэтому должно пройти продолжительное время после прогрева, пока насосы не очистятся от водяного пара. По этой причине цеолиты нужно применять лишь тогда, когда вакуумная система очень редко вскрывается и сообщается с атмосферой, поскольку цеолит при каждом вскрытии снова может напитаться влагой, если не предусмотреть специальных предохранительных мер (предварительная осушка впускаемого воздуха или выпуск воздуха при закрытом вентиле, отсоединяющем откачной пост и позволяющем не выключать откачное устройство).

Еще один недостаток цеолитов состоит в том, что регенерацию их прогревом можно проводить лишь ограниченное число раз. Уже после сравнительно небольшого числа циклов прогрева их откачивающее действие по отношению к продуктам крекинга сильно ослабляется, и необходимо заменять материал. В этом случае придется частично разбирать аппаратуру, что при работе со сверхвысоким вакуумом, принимая во внимание использование металлических уплотнений, сопряжено с большой тратой времени.

## 5. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Откачной пост с масляными диффузионными насосами должен, как правило, включать два таких насоса, соединенных последовательно. Поскольку в настоящее



время еще нет идеального метода улавливания паров рабочей жидкости, необходимо, за исключением специальных случаев, всегда предусматривать возможность использования ловушки для паров масла либо в виде лабиринтного отражателя, либо в виде охлаждаемой ловушки. О возможности перехода к цеолитам пока еще нельзя дать окончательного заключения. Хотя они и не могут служить ловушками для самой рабочей жидкости, в некоторых случаях они могли бы играть существенную роль в устранении определенных продуктов крекинга.

Мы умышленно не приводили конкретных данных о предельных давлениях масляных диффузионных насосов. По имеющимся сведениям, они лежат обычно в области  $10^{-10}$  тор, и есть основания предполагать, что эта граница определяется скорее нижним пределом измерений манометров Байярда — Альперта, применявшихся до сих пор во всех опытах, чем самими насосами. Более точные измерения с помощью современных средств, например магнетронным манометром Лафферти (см. гл. 4, § 2, п. 4), пока не проводились. Возможно, что дальнейшее ограничение предельного вакуума, достижимого в настоящее время при помощи диффузионных насосов, обусловлено тем, что между прогреваемым маслоуловителем и непрогреемым насосом всегда остается непрогреемая зона с большим газоотделением. Напрашивается мысль о создании прогреваемого диффузионного насоса, подобного ртутному диффузионному насосу, уже давно сконструированному Венема (см. гл. 5, § 3). О подобных экспериментах с масляными диффузионными насосами сейчас пока еще ничего не известно. Укажем еще на то, что время, в течение которого систему можно откачивать от атмосферного давления до сверхвысокого вакуума, не зависит от масляных диффузионных насосов, а определяется исключительно возможностью длительного прогрева аппаратуры, необходимого для того, чтобы снизить газоотделение с внутренних поверхностей откачиваемого сосуда до величины, достаточной для достижения определенного равновесного давления при данной скорости откачки. Это справедливо, конечно, только в том случае, если при напуске воздуха в откачиваемый сосуд насос продол-

жает работать, что возможно только тогда, когда насос и откачиваемый сосуд можно разъединить при помощи вентиля, вакуумно плотного при атмосферном перепаде давления. Это условие объясняется тем, что низкие давления пара рабочей жидкости можно использовать только в том случае, когда диффузионный насос благодаря непрерывному самоочищению может сбросить все загрязнения в насос предварительного разрежения. При выключении насоса масло в кипятильнике может еще раз загрязниться, и тогда потребуется известное время, чтобы насос опять достиг предельного вакуума. Выключение насоса особенно вредит фракционированию (см. фиг. 9), способствующему снижению давления пара рабочей жидкости, так как при этом разделенные фракции могут опять перемешаться. В настоящее время нет еще никаких сообщений о том, играет ли фракционирование для современных силиконовых масел столь же большую роль, как и в случае старых рабочих жидкостей, изготавливаемых на основе минеральных масел.

При соблюдении изложенных правил можно в течение многих месяцев поддерживать сверхвысокий вакуум, практически свободный от паров масла. Необходимость вводить довольно громоздкие ловушки для рабочей жидкости ограничивает быстроту откачки масляных диффузионных насосов величиной эффективного коэффициента. Хотя около 0,3, а при добавлении вентиля этот коэффициент за счет уменьшения пропускной способности оказывается еще несколько меньше. Ничто не препятствует увеличению абсолютной скорости откачки путем применения больших насосов с большими маслоуловителями. Сравнение преимуществ и недостатков различных методов откачки целесообразно провести после рассмотрения насосов других типов.

### § 3. Ртутные диффузионные насосы

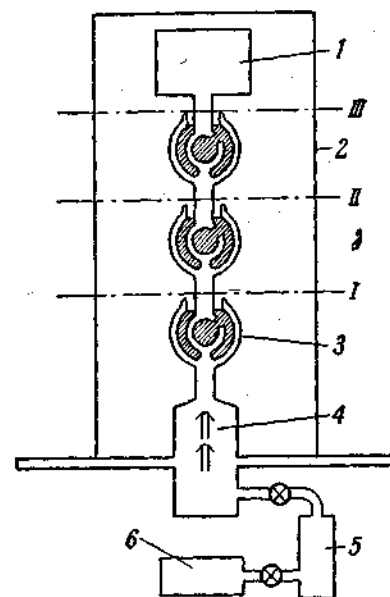
Как имя Альперта связано с получением сверхвысокого вакуума при помощи масляных диффузионных насосов, так Венема приобрел известность своими работами по получению сверхвысокого вакуума при помощи ртутных диффузионных насосов [15]. Венема с самого

начала понял, что получить сверхвысокий вакуум, используя ртутные диффузионные насосы в комбинации с подходящими холодными ловушками, удастся только при последовательном включении двух таких насосов. Поэтому удивительно, что такой подход не применялся с самого начала и в случае масляных диффузионных насосов.

Хотя в принципе сверхвысокий вакуум можно получить при помощи ртутных диффузионных насосов с таким же успехом, как и с масляными диффузионными насосами, однако ртутные насосы имеют значительный недостаток, который приводит к тому, что их применение, за исключением чисто лабораторных систем, остается сравнительно ограниченным. Этот недостаток состоит в том, что ртуть чрезвычайно агрессивна по отношению к большинству металлов. Одним из немногих металлов, на которые ртуть не действует, является нелегированная сталь. Но именно этот материал совершенно неприменим в качестве конструкционного материала для сверхвысоковакуумных установок, так как он не обладает коррозионной стойкостью при нагреве. Пока пары ртути не попадают в аппаратуру благодаря действию холодных ловушек, эта агрессивность не играет никакой роли. Однако, как показывает опыт, холодные ловушки не свободны от дефектов и перебоев в работе. Необходимо считаться с возможностью загрязнения аппаратуры ртутью при выключении охлаждения, а последствия этого часто могут быть весьма неприятными. Хендерсон и др. [16] показали, что принципиально возможно изготовлять сверхвысоковакуумные откачные посты с ртутными насосами, но по изложенным причинам такие установки не получили практического применения<sup>1)</sup>. В лабораторной практике откачные посты с ртутными диффузионными насосами в настоящее время еще играют заметную роль. Следует отметить, что при помощи этих насосов можно получать еще несколько более низкие давления, чем с масляными диффузионными насосами

<sup>1)</sup> Возможность изготовления сверхвысоковакуумных ртутных насосов и систем с предельным вакуумом до  $4 \cdot 10^{-12}$  тор из нержавеющей стали доказана Цейтлиным и Фалалеевым [62\*, 63\*]. — Прим. ред.

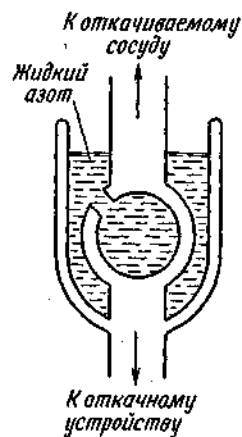
( $10^{-11}$  тор против  $10^{-10}$  тор). Как уже говорилось, это нужно относить не за счет превосходства ртутных насосов, а за счет того, что в установке, предложенной Венема (фиг. 89), с самого начала было предусмотрено, что верхняя половина верхнего диффузионного насоса



Фиг. 89. Сверхвысоковакуумная система с двумя последовательно включенными ртутными диффузионными насосами (Венема [15]).

Штрихпунктирными линиями I, II и III показано перемещение вверх нижней границы зоны нагрева во время цикла прогрева. 1 — откачиваемый объект; 2 — печь; 3 — холодная ловушка; 4 — стеклянный диффузионный насос; 5 — металлический ртутный диффузионный насос; 6 — вращательный насос предварительного разрежения.

может прогреваться. В случае ртутных насосов это технически более легко осуществить, чем в случае масляных насосов, ввиду термической стойкости рабочей жидкости. Предложенная Венема холодная ловушка схематически изображена на фиг. 90. Охлаждение стенок обеспечивает невозможность попадания ртути в откачиваемый сосуд путем миграции по поверхности. Временной ход процесса прогрева откачного поста, по Венема,



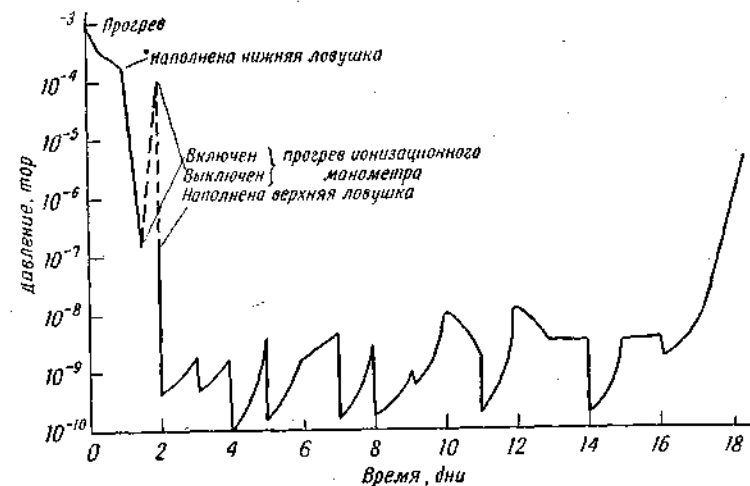
Фиг. 90. Холодная ловушка для ртути (Венема [15]).

нагревание определенной части ловушки, обусловленное понижением уровня хладагента, вызывает испарение ртути, обуславливающее повышение давления в откачиваемом сосуде. Поэтому необходимо позаботиться о бесперебойной работе автоматического устройства для пополнения уровня хладагента в ловушке. Такого рода устройствам посвящена работа Дравица [17]. Как показано на фиг. 92, колебания давления могут наблюдаться и в случае применения масляных диффузионных насосов в сочетании с холодными ловушками. Правда, здесь подъем давления наступает лишь тогда, когда ловушка становится практически пустой, поскольку при небольшом нагревании некоторой части ловушки давление насыщенного пара масла остается гораздо ниже практически достижимого предельного давления.

Резюмируя, можно сказать, что откачные посты с ртутными диффузионными насосами из стекла можно сравнительно легко изготовить в лабораторных условиях, причем для получения хороших результатов не требуется никаких сложных расчетов или предварительных экспериментов. Однако их эксплуатация требует внимания и соблюдения весьма жестких правил. Поэтому они едва

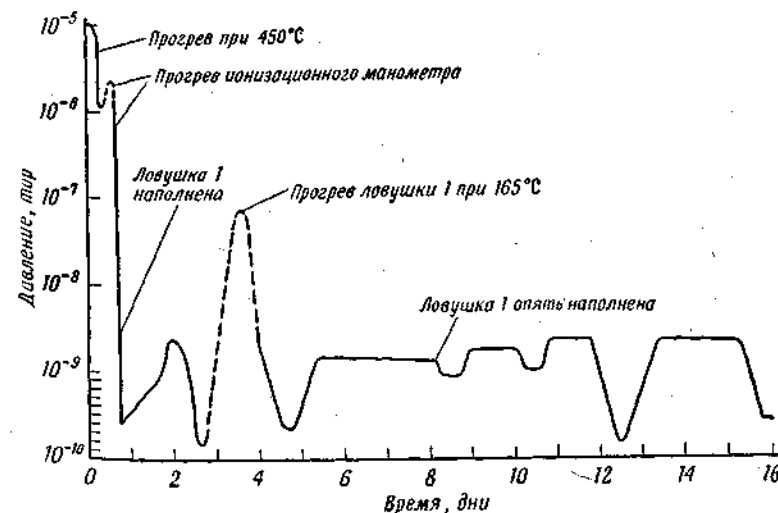
схематически представлен на фиг. 89. Необходимо точно соблюдать последовательность всех этапов, чтобы полностью удалить ртуть из установки.

Так как при комнатной температуре давление насыщенного пара ртути очень высокое, то не удивительно, что небольшое повышение температуры ловушки уже может вызвать заметное увеличение давления. Это хорошо иллюстрируется графиком на фиг. 91 (из уже упоминавшейся работы Хендерсона и др. [16]). Видно, что каждое снижение уровня охлаждающей жидкости в ловушке в результате испарения сразу приводит к заметному повышению давления. Другими словами,



Фиг. 91. Временной ход давления в сверхвысоковакуумной системе с двумя ртутными насосами и тремя прогреваемыми отражателями (Хендерсон и др. [16]).

Первый отражатель охлаждается фреоном, два других — жидким азотом. Отражатели соединены последовательно. Быстрота откачки около  $500 \text{ л·сек}^{-1}$ .



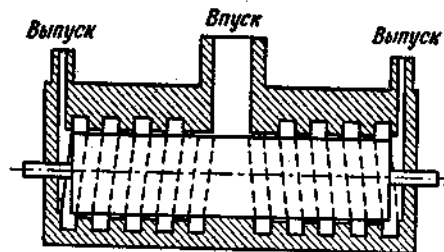
Фиг. 92. Временной ход давления в сверхвысоковакуумной системе с масляным диффузионным насосом, отражателем с водяным охлаждением и двумя вымораживающими ловушками, соединенными последовательно (Хендерсон и др. [16]).

Быстрота откачки около  $600 \text{ л·сек}^{-1}$ .

ли подходят для тех исследований, при которых сверхвысоковакуумная аппаратура является не самоцелью, а лишь вспомогательным средством, которому желательно уделять как можно меньше внимания. Быстрота откачки, достигаемая с такими откачными постами, составляет несколько литров в секунду. Однако не следует применять металлические ртутные диффузионные насосы с большой быстротой действия, так как длительная эксплуатация их невозможна вследствие коррозии.

#### § 4. Молекулярные насосы

Геде [18] еще в 1913 г. получил вакуум порядка  $10^{-7}$  тор при помощи молекулярного насоса, описанного в гл. 2, § 3, п. 2. Насос Геде был усовершенствован Холвеком [19] (фиг. 93). Перенос молекул происходит здесь

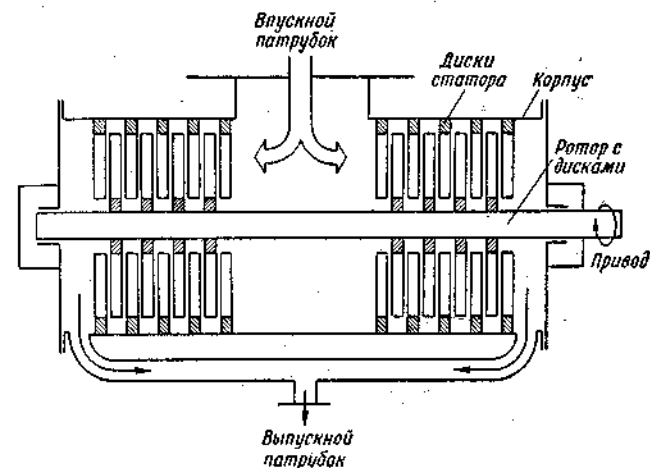


Фиг. 93. Продольный разрез молекулярного насоса (Геде [18] и Холвек [19]).

Частицы увлекаются винтообразным пазом, заменяющим много ступеней.

через винтообразный паз, вырезанный в роторе. Вследствие малой площади сечения паза быстрота действия такого устройства должна быть относительно низкой. Беккер [20] существенно усовершенствовал насос Холвека (фиг. 94). В его насосе ротор, состоящий из множества дисков с прорезями, вращается между дисками статора, также имеющими прорези (фиг. 95). Зеркальное расположение прорезей у статора и ротора приводит к тому, что молекулам периодически сообщается импульс в желаемом направлении. Молекулярный насос Беккера, который был построен в двух вариантах, с быстротой

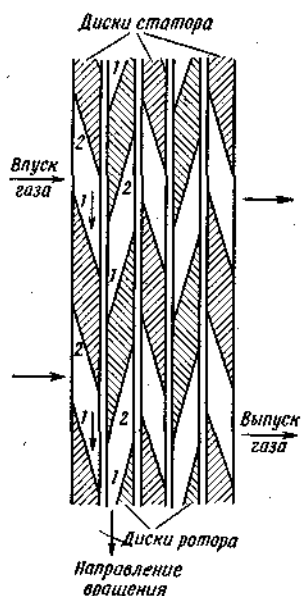
действия  $S=140$  и  $S=4250$  л·сек<sup>-1</sup>, позволяет получать вакуум порядка  $10^{-10}$  тор после прогрева насоса в течение нескольких дней при температуре около 100°С. Если насос не прогреть, то постоянное газоотделение с больших внутренних поверхностей препятствует достижению низких давлений. С другой стороны, механические свойства насоса (в особенности подшипников), вращающегося с большой скоростью, не позволяют поднять температуру и тем сократить время прогрева. Отметим, что



Фиг. 94. Турбомолекулярный насос (Беккер [20]).

имеются попытки разрешить проблему подшипников молекулярных насосов путем применения свободной подвески ротора в магнитном поле [21]. Проведенные до сего времени исследования пока еще не имеют практического значения.

Таким образом, хотя с помощью насоса Беккера и можно получить сверхвысокий вакуум, но для этого требуется так много времени, что едва ли стоит применять этот насос в циклически работающих установках, например в установках для напыления, которые необходимо ежедневно вскрывать. В установках, которые практически никогда не вскрываются (например, ядерные



Фиг. 95. Устройство прорезей в роторе и статоре турбомолекулярного насоса (Беккер [20]).

ности этому откачные посты с диффузионными насосами весьма чувствительны к кратковременным выключениям электропитания и воды для охлаждения. Если отключить питание хотя бы дольше чем на минуту, насос уже перестает работать, и чтобы снова довести откачной пост до предельного вакуума, потребуется длительный прогрев. Опыт показывает, что обычно электропитание отключается на несколько минут. Для откачного поста с молекулярным насосом не требуется отдельного агрегата аварийного электропитания, тогда как в случае применения откачных постов с диффузионными насосами для обеспечения необходимой надежности он совершенно необходим. По-видимому, сейчас еще нельзя вынести окончательное заключение об области применения молекулярных насосов. Пока нам остается с большим интересом следить за их дальнейшим развитием.

ускорители), в последние годы на передний план выдвинулись технически более простые геттеро-ионные насосы. Можно предположить, что после устранения имеющихся сейчас технических ограничений молекулярные насосы найдут более широкое применение и для циклических установок. Несомненно, они обладают тем преимуществом, что металлический ротор играет как бы роль «рабочего тела» с чрезвычайно низким давлением пара. Кроме того, этот насос обладает еще одним свойством, уже упоминавшимся в гл. 2, § 3, п. 2, которое состоит в том, что при выключении тока в сети питания он продолжает довольно долго вращаться по инерции, если его автоматически отделить от приводного двигателя. В противополож-

## § 5. Насосы поверхностного действия

### 1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

В описанных до сих пор насосах газ удаляется из откачиваемого объекта с помощью процесса сжатия и выводится затем в атмосферу. В случае же поверхностных насосов, о которых теперь пойдет речь, газ удаляется из откачиваемого объема в результате оседания на некоторой «откачивающей» поверхности. Однако газ остается в вакуумной системе, хотя и в связанном состоянии. Еще до рассмотрения различных разновидностей поверхностных насосов можно отметить особенности, общие для такого рода насосов.

1. В случае поверхностного насоса должны проявляться эффекты насыщения, т. е. после переработки некоторого количества газа активный материал насоса окажется израсходованным и быстрота действия может упасть до нуля. У некоторых типов поверхностных насосов возможна регенерация посредством некоторой процедуры (например, путем прогрева). У насосов других типов такая возможность отсутствует (например, у насоса, действие которого основано на химической связи).

2. Насосы поверхностного действия работают избирательно, так как их откачивающее действие определяется совокупностью химических или физических свойств откачиваемого газа, с одной стороны, и видом и состоянием поверхности — с другой. В то время как в случае компрессионных насосов можно быть уверенным, что их характеристики не зависят принципиально от их «биографии», нужно точно знать не только прошлое, но и ожидаемое будущее данной сверхвысоковакуумной системы, чтобы разумным образом использовать поверхностный насос. Ввиду избирательности откачивающего действия по отношению к различным газам такой анализ необходимо распространить и на парциальные давления.

Можно различать следующие процессы, посредством которых газ связывается с поверхностью:

1. Абсорбция, т. е. поглощение частиц газа тем или иным абсорбирующим материалом. Этот процесс обычно обратим (при нагревании).

2. Адсорбция в результате образования слабой (физической) или сильной (химической) связи на поверхности. Физическая адсорбция обратима, химическая может быть обратимой или необратимой, но с точки зрения откачки желательно, чтобы она была необратимой.

3. Растворение частиц газа, которые принудительно, например ионной бомбардировкой, «закачиваются» в какой-нибудь материал (обратимо, поскольку не образуется дополнительной химической связи).

4. Конденсация на поверхности при пониженной температуре (обратимый процесс).

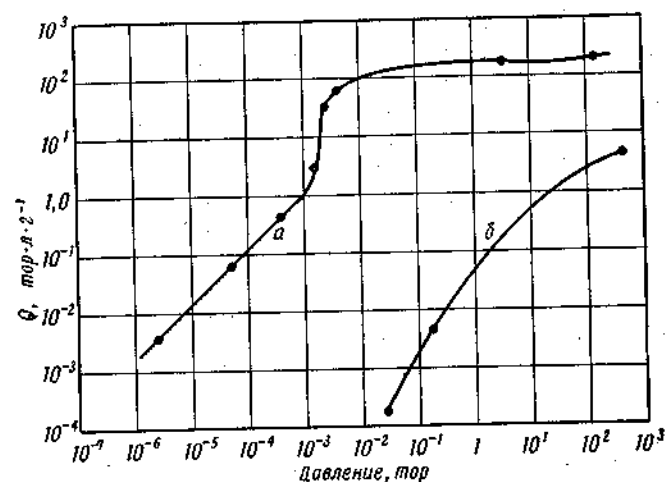
За исключением сравнительно простого процесса конденсации, все остальные перечисленные процессы, как уже указывалось в гл. 3, § 3, чрезвычайно сложны. Еще Дэшман [23] в своем классическом труде отметил, что «механизм, посредством которого остаточное давление снижается геттером, часто очень сложен и не всегда полностью понятен». Если читатель обратится к специальной литературе по сорбционным процессам (в частности к книге Дэшмана), он скоро убедится, что процитированное замечание даже слишком сдержанно. Теперь мы, исходя из общих положений и не возвращаясь к уже сказанному в § 2 и 3, сразу перейдем к рассмотрению поверхностных насосов различных типов.

## 2. СОРЕЦИОННЫЕ НАСОСЫ

Уже давно известно, например, что активный уголь может поглощать большие количества газов, если его предварительно обезгазить прогревом, а затем сильно охладить. Тем не менее нет никаких сведений об успешном применении активного угля для получения сверхвысокого вакуума. Поэтому еще нельзя сделать заключение о пригодности активного угля для получения сверхвысокого вакуума или представить решающие доводы против этого. Техническая трудность состоит в том, что для сверхвысоковакуумных целей активный уголь должен содержать чрезвычайно мало загрязнений, в особенности смолообразных продуктов, чтобы не помешать получению очень низких давлений из-за собственного давления пара; кроме того, такие примеси

могли бы сильно загрязнять аппаратуру во время прогрева.

В противоположность этому уже упоминавшиеся цеолиты после их прогрева и последующего охлаждения до низких температур могли бы служить удобным средством для получения сверхвысокого вакуума. Об этом



Фиг. 96. Изотермы адсорбции азота на цеолите при  $T = -195^\circ \text{C}$  (кривая а) и  $T = 20^\circ \text{C}$  (кривая б) (Тернер и Фейнлейб [25]).

говорят новейшие работы, в частности Варади [24] и Турнера и Фейнлейба [25].

На фиг. 96 показаны изотермы сорбции азота на прогретом цеолите (тип 5 А, производство американской фирмы «Линде») при  $+20$  и  $-195^\circ \text{C}$ . Видно, например, что при температуре жидкого азота в области давлений между  $10^{-3}$  и  $10^{-6}$  торр может поглотиться около 1000 л азота (в расчете на соответствующее давление) на каждый грамм цеолита. Предполагается, что экспериментальную изотерму сорбции можно с тем же наклоном экстраполировать на еще более низкие давления. Однако пока в этой области не проведено никаких измерений. Во всяком случае, видно, что при температуре  $-195^\circ \text{C}$  откачивающее действие цеолита довольно сильно

ограниченно во времени. Допустим, например, что насос содержит 100 г цеолита, или, другими словами, его полная емкость равна 100 000 л (предполагается, что система находится при постоянном давлении). Если для поддержания нужного давления в системе требуется быстрая откачки  $10 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$ , то в нашем примере цеолит уже через  $10^4 \text{ сек}$ , т. е. приблизительно через 3 час достиг бы насыщения.

По этим причинам сорбционные насосы до настоящего времени применяются только в качестве насосов предварительного разрежения, например для геттеронных насосов; преимуществом такой системы является то, что сверхвысоковакуумную систему можно откачать от атмосферного давления, совершенно не применяя масла. Ограниченная поглощающая способность цеолита в данном случае не играет большой роли, так как создание предварительного разрежения является ограниченным во времени процессом с ограниченным же заранее известным количеством газа. Против этого метода можно все же выдвинуть два возражения:

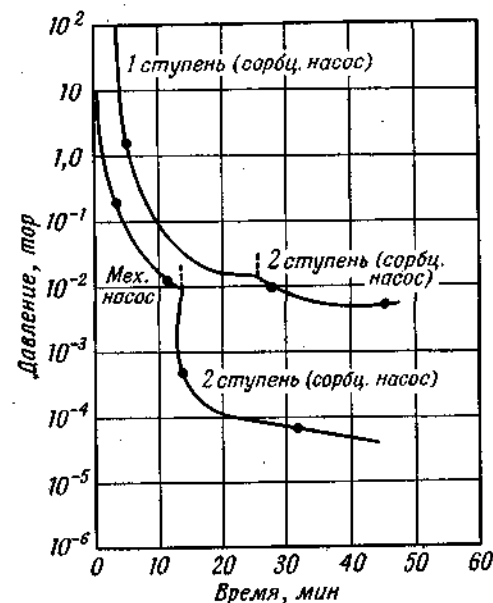
1. Весьма неудобно, что цеолитовый насос необходимо охлаждать жидким азотом, особенно если для работы аппаратуры жидкий азот совершенно не требуется. Геттеронные насосы обладают именно тем преимуществом, что не требуют никакого охлаждения. Кроме того, цеолит необходимо время от времени подвергать регенерации прогреванием.

2. Уже было сказано, что можно избежать влияния механического насоса предварительного разрежения при последовательном включении диффузионных насосов.

На фиг. 97 показано, что в принципе можно получить необходимое для работы высоковакуумных насосов предварительное разрежение, если последовательно включать два сорбционных насоса, совершенно не применяя вращательный механический насос. Если включать последовательно еще несколько цеолитовых насосов, можно перейти в область высокого и, наконец, сверхвысокого вакуума. Можно также предполагать, что при применении еще более низких температур изотерма сорбции (см. фиг. 96) сдвинется еще левее, что позволит знач

чительно повысить емкость насоса. Однако пока в этой области не проведено никаких измерений.

Если еще можно сомневаться в том, что сорбционные насосы могут иметь универсальное применение, то не



Фиг. 97. Характеристики сорбционных насосов с цеолитом (Гернер и Фейнлейб [25]).

Цеолит (типа Линде 5А) был прогрет при  $350^\circ \text{C}$  на воздухе и затем охлажден до  $-195^\circ \text{C}$ .

вызывает никаких сомнений целесообразность применения их для специальных целей, например в качестве насосов в космических кораблях. Здесь ограниченность поглощательной способности насоса не играет никакой роли, так как откачку нужно производить только до тех пор, пока корабль не покинет атмосферу. Большим преимуществом такого применения явилось бы то, что такой насос можно сделать очень прочным, способным переносить большие перегрузки при ускорении корабля. К достоинствам такого насоса относится и то, что он не

требует электропитания. Однако следует отметить, что, по данным Варади [24], при температуре жидкого азота быстрота откачки водорода составляет всего лишь около 1% от быстроты откачки азота. Поскольку водород является одним из основных компонентов остаточной среды при сверхвысоком вакууме, необходимо прежде всего проверить, нельзя ли эту характеристику насоса улучшить посредством применения еще более низких температур.

### 3. ИОНИЗАЦИОННЫЕ НАСОСЫ

Хотя сейчас чисто ионизационные насосы повсеместно вытеснены геттеро-ионными насосами, представляется все же целесообразным сначала ознакомиться со свойствами этих чисто ионизационных насосов, чтобы облегчить понимание довольно сложных свойств геттеро-ионных насосов.

Еще в 1858 г. Плюккер [26] указал на то, что в газоразрядной трубке после длительного периода работы разряд прекращается ввиду того, что газ поглощается электродами. Обращаем внимание читателя на подробный обзор литературы по электрическому поглощению газов в книге Дэшмана [23]. Здесь же мы коротко укажем основные особенности такого электрического газопоглощения.

1. Возникающие в газовом разряде ионы могут в соответствии с их энергией более или менее глубоко внедряться в материал, находящийся по отношению к разряду под отрицательным потенциалом, и оставаться в нем (после нейтрализации).

2. Возникающее таким образом откачивающее действие в первом приближении пропорционально ионному току.

3. Рано или поздно все свободные места в бомбардируемом материале будут заполнены. Тогда наступит значительное ослабление откачивающего действия. Однако оно не может совсем упасть до нуля, так как часть ранее связанных частиц будет отводиться посредством диффузии в глубь материала.

4. Откачивающему действию противостоит обратное выделение газа в объем откачиваемого сосуда вслед-

ствие обратной диффузии, увеличивающееся по мере повышения концентрации газа в материале.

5. Кроме того, обратная газоотдача ранее поглощенных частиц газа может быть вызвана бомбардирующими ионами либо в результате непосредственного взаимодействия между бомбардирующим ионом и ранее связанной частицей газа, либо вследствие того, что под действием ионной бомбардировки происходит распыление откачиваемого материала, т. е. идет медленное разрушение обогащенных газом поверхностных слоев.

6. Максимально достижимое «ионное» откачивающее действие какой-либо поверхности будет оставаться относительно малым, так как вследствие образования пространственного заряда можно получать лишь сравнительно малые плотности тока, оставаясь при технически допустимых рабочих напряжениях.

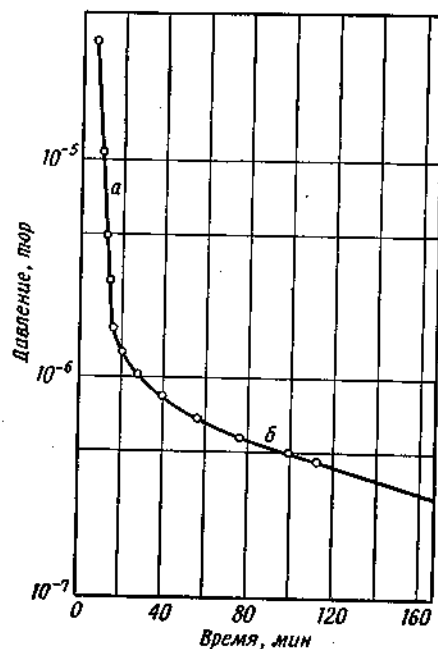
Поясним теперь высказанные здесь соображения типичными примерами и рассмотрим, как в частном случае образуются ионы.

В гл. 4, § 2, п. 2, уже обращалось внимание на то, что лампа обычного ионизационного манометра тоже действует как ионизационный насос. С точки зрения измерений это крайне вредно. С другой стороны, это явление, особенно в первые годы проведения работ в области сверхвысокого вакуума, часто использовали для того, чтобы улучшить вакуум в системе после отсоединения ее от диффузионных насосов, включая ионизационный манометр в режиме большого тока эмиссии. Поэтому почти все основные работы по ионизационным насосам были выполнены с устройствами, весьма близкими к лампе ионизационного манометра. Это имеет тот недостаток, что, как уже указывалось в гл. 4, § 2, п. 2, часто такие важные условия эксперимента, как температура и род откачивающей поверхности, а также ее потенциал, определялись совершенно неудовлетворительно. К сожалению, даже в более недавнее время еще продолжали появляться сообщения о результатах, полученных с такими сомнительными в физическом отношении устройствами. После этого замечания, целью которого было предупредить читателя, что часть опубликованного материала в этой области носит качественный характер,



перейдем к более подробному описанию отдельных явлений.

На фиг. 98 еще раз показана принципиальная картина изменения во времени давления в замкнутой вакуумной системе, снабженной ионизационным насосом. Н

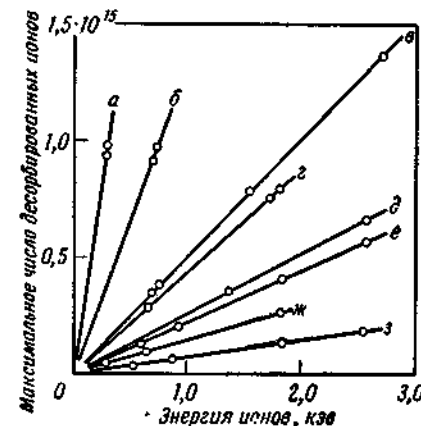


Фиг. 98. Характеристика ионизационного насоса (Картер и Лекк [58]).

участке кривой *а* давление сначала довольно быстро падает, после чего быстрота откачки уменьшается (участок кривой *б*). Это снижение быстроты откачки, как было показано в работах Варнерина и Кармайкла [27] и Кармайкла и Тренделенбурга [28], обусловлено тремя процессами, которые, вообще говоря, протекают одновременно, хотя и вносят различный вклад в зависимости от условий эксперимента.

1. Может наступить насыщение поверхности, т. е. приходящие ионы, проникающие на весьма небольшую

глубину, после достижения некоторой предельной концентрации уже не находят себе места, где они могли бы закрепиться. Так как глубина проникновения зависит от энергии ионов, а именно при повышении энергии все более глубокие слои начинают участвовать в процессе откачки, то при увеличении энергии ионов граница насыщения должна смещаться в сторону увеличения коли-



Фиг. 99. Зависимость границы насыщения ионизационного насоса от энергии ионов при различных комбинациях газ — металл (Коллигон и Лекк [29]).

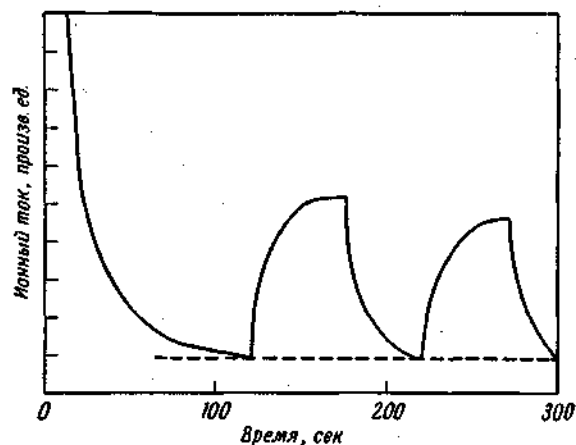
*а* — неон — молибден; *б* — неон — вольфрам; *в* — аргон — молибден; *г* — аргон — платина; *д* — криптон — молибден; *е* — аргон — вольфрам; *ж* — криптон — платина; *з* — криптон — вольфрам.

Граница насыщения определялась тем, что ионы высвобождались при бомбардировке ионами других инертных газов.

чества откачанного газа. Это хорошо показано на фиг. 99, заимствованной из работы Коллигона и Лекка [29]. На этой фигуре изображена зависимость границы насыщения от энергии ионов для различных комбинаций газ — металл<sup>1)</sup>. Этот процесс насыщения особенно характерен для тяжелых газов.

<sup>1)</sup> Необходимо отметить, что почти все основные исследования по ионизационным насосам были выполнены с инертными газами, чтобы по возможности исключить нежелательное влияние побочных процессов физической или химической адсорбции, легко возникающих в случае использования других газов.

2. Варнерин и Кармайл [27] показали, что в случае легких газов, в особенности гелия, преобладает другой процесс насыщения, а именно наступает равновесие между количеством газа, откачиваемым в единицу времени, и количеством газа, возвращающимся в откачиваемый сосуд в результате обратной диффузии. На

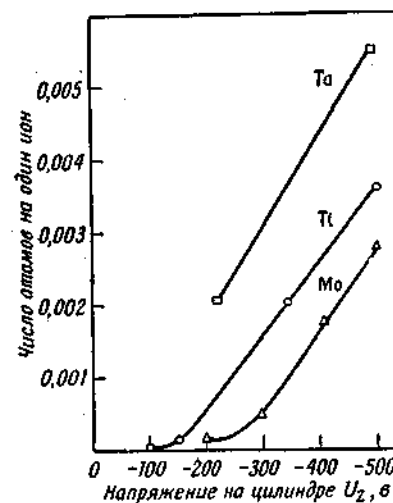


Фиг. 100. Обратное диффузионное выделение гелия, откачанного ионизационным насосом (Варнерин и Кармайл [27]).

фиг. 100 изображена типичная кривая обратного газоразделения для системы He—Mo при энергии ионов 150 эв. В этих экспериментах регистрировалось временное изменение давления в замкнутой системе с ионным насосом при периодическом включении и выключении насоса.

Тот факт, что в случае более тяжелых газов доминирующим процессом оказывается первый, а в случае более легких газов — второй, согласно Кармайклу и Тренделенбургу, можно объяснить следующим образом: более тяжелые газы не могут фиксироваться в междоузлиях, а закрепляются лишь в вакансиях решетки, т. е. насыщение должно наступать тогда, когда заняты все вакансии. С другой стороны, коэффициент диффузии для более тяжелых газов, определяющий их обратное газо-

выделение, сравнительно мал. Истинное насыщение откачиваемого материала будет поэтому достигаться значительно раньше, чем обратное газоразделение за счет диффузии начнет существенным образом влиять на баланс быстроты откачки. И напротив, атомы более легких



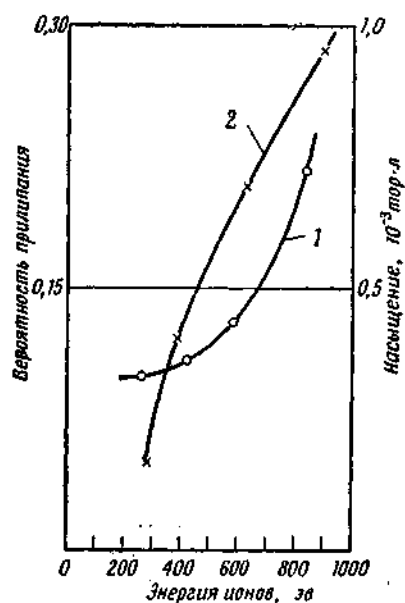
Фиг. 101. Зависимость эффективности работы ионизационного насоса от энергии ионов (Блуджетт и Вандерслайс [58]).

газов, в особенности гелия (неон — пограничный газ), благодаря их малому диаметру могут закрепляться в каждом междоузлии, и вследствие этого граница максимальной концентрации, определяемая материалом, лежит очень высоко. Однако малый диаметр позволяет этим атомам гораздо легче диффундировать в решетке, т. е. диффузионное газоразделение будет уже при сравнительно малых концентрациях доводить откачивающее действие до равновесной величины.

На фиг. 101 показано, как быстрота действия ионизационного насоса в случае различных материалов зависит от энергии ионов (до наступления насыщения). На фиг. 102 в качестве еще одного примера показана зависимость вероятности прилипания ионов и границы

насыщения от энергии ионов в случае системы аргон — стекло (т. е. имеется стеклянная стенка, покрытая некоторым слоем металла).

3) Шварц [30] впервые указал еще на один процесс обратного газовыделения, который затем более подробно



Фиг. 102. Зависимость вероятности прилипания (1) и границы насыщения (2) от энергии падающих на мишень ионов (аргон на стекло) (Картер [57]).

был изучен Брауном и Лекком [31], а также Кармайклом и Тренделенбургом [28]. Ионы, бомбардирующие поверхность, могут освобождать ранее связанные частицы газа. Если прежде считалось, что здесь имеет место прямое взаимодействие между бомбардирующими ионами и уже откачанным газом, то теперь удалось показать, что этот эффект протекает главным образом из-за того, что бомбардирующие ионы посредством распыления медленно разрушают решетку и тем самым высвобождают ранее сорбированный газ.

Это явление вызывает снижение быстроты действия ионизационного насоса, которое в первом приближении пропорционально количеству ранее откачанного газа и ионному току. Когда ионный насос откачивает один какой-нибудь газ, этим процессом по сравнению с ранее указанными можно пренебречь. Совсем иначе обстоит дело в том случае, когда сначала откачивается газ *A*, а затем газ *B*, особенно если *A* — легкий газ, а *B* — тяжелый, поскольку более тяжелые газы, как было показано в работах Венера и сотр. [32], могут обладать очень большим коэффициентом распыления. В некоторых случаях вызванное газом *B* обратное выделение газа *A* может превысить откачивающее действие по отношению к газу *B*, иными словами, с точки зрения общего давления насос не только перестанет откачивать, но будет даже добавлять в систему газ. Мы еще вернемся к этому явлению при рассмотрении так называемого эффекта памяти геттеро-ионных насосов. Отметим только, что метод обратного газовыделения под действием ионов удобен для исследования распределения концентрации какого-нибудь газа по толщине металла, поскольку разрушение решетки идет слоями.

Описанные явления, ограничивающие откачку, можно свести к минимуму, если каким-либо способом непрерывно или периодически обновлять откачивающую поверхность ионизационного насоса. Напрашивается мысль проводить обновление поверхности с помощью материала, который обладает откачивающим действием уже по отношению к нейтральным частицам газа (так называемые геттеры, или газопоглотители). О целесообразности комбинации ионизационного насоса с геттерным говорит еще одно обстоятельство. Удельная быстрота откачки ионизационного насоса сравнительно мала в связи с наличием пространственного заряда. Мы не будем это обстоятельство рассматривать особо; укажем только, что технически достижима быстрота действия, значение которой не превышает примерно  $0,1 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1} \times \text{см}^{-2}$ , т. е. около 1% быстроты действия идеального насоса. По этой причине чисто ионизационные насосы в настоящее время почти не применяются. Получили развитие насосы, основанные на комбинации принципов

действия ионизационного и геттерного насосов, позволяющие использовать ионизационное откачивающее действие по отношению к инертным газам, которые не откачиваются геттерами. Прежде чем перейти к описанию геттеро-ионных насосов, сделаем несколько общих замечаний о проблеме геттерирования.

#### 4. ГЕТТЕРНЫЕ НАСОСЫ

Метод геттерирования для получения и поддержания высокого вакуума, особенно в замкнутых системах, уже давно применяется при изготовлении электронных ламп. Этой специальной области посвящено большое число работ, однако мы не сможем здесь обсудить даже небольшую их часть. При рассмотрении этого вопроса ограничимся лишь приложениями в области сверхвысокого вакуума. Прежде всего обсудим, что следует понимать под геттерным материалом. В гл. 3, § 3, указывалось на то, что в некоторых системах газ—металл уже при комнатной температуре происходит адсорбция газа на чистой поверхности с коэффициентом прилипания, близким к 1, пока степень покрытия не превышает одного монослоя. Когда наступит насыщение поверхности, ее можно регенерировать, напыляя, например, свежий слой, который затем опять может поглощать газ до максимально возможного заполнения. Было показано, что некоторые металлы, к которым, в частности, принадлежат барий, титан и молибден, могут связывать практически все не инертные газы при комнатной температуре, образуя химические соединения, т. е. окислы, нитриды и гидриды. Эти соединения чрезвычайно устойчивы, т. е. при максимальных температурах, еще встречающихся в сверхвысоковакуумных системах, они имеют весьма низкие давления пара и диссоциируют лишь при крайне высоких температурах. (Поэтому регенерирование геттерных материалов путем прокалывания возможно лишь при технически почти недостижимых температурах.) Свойства таких геттерных материалов детально рассмотрены в книге Дэшмана [23]. Заметим только, что прекращение откачивающего действия должно наступать не обязательно сразу после того, как степень заполне-

ния станет соответствовать одному монослою. Вследствие процесса диффузии происходит некоторое проникновение адсорбированного газа в более глубоко лежащие слои; поэтому после испарения достаточно большого количества геттера емкость его может соответствовать многим монослоям. Когда же, наконец, наступает насыщение, следует осаждать дополнительно такое количество геттерного материала и с такой скоростью, чтобы на каждый монослой частиц откачиваемого газа приходился по меньшей мере один монослой геттерного материала. Точную величину необходимой добавки можно определить по стехиометрическому составу образующегося соединения, например  $3\text{Ba} + \text{N}_2 = \text{Ba}_3\text{N}_2$  или  $2\text{Ti} + \text{N}_2 = 2\text{TiN}$ . Барий, особенно часто применяющийся в производстве радиоламп ввиду его хороших геттерных свойств, совершенно непригоден в области сверхвысокого вакуума вследствие относительно высокого давления пара. Например, при  $400^\circ\text{C}$  давление пара бария составляет уже  $10^{-5}$  тор, т. е. при прогреве барий распространится бы по всей аппаратуре. (В случае электронной лампы опасность отравления барием отсутствует, так как здесь однократное испарение бария производится лишь после прогрева с откачкой диффузионным насосом, когда лампа опять имеет комнатную температуру.)

В противоположность барию титан при  $400^\circ\text{C}$  имеет неизмеримо малое давление пара (около  $10^{-8}$  тор при  $1000^\circ\text{C}$ ). Его откачивающие свойства (см. книгу Дэшмана [23], табл. 9.6) несколько лучше, чем у бария, однако следует учесть, что для испарения этого геттерного материала требуются весьма высокие температуры (минимум около  $1400^\circ\text{C}$  против примерно  $400^\circ\text{C}$  для бария). При применении столь высоких температур части аппаратуры могут так нагреться, что станут весьма сильным добавочным источником газа, действие которого может полностью перекрыть работу даже самого хорошего насоса в области сверхвысокого вакуума. Вследствие этого геттерные насосы, основанные на принципе термического испарения, в том виде, как они были разработаны [33] для области обычного высокого вакуума и главным образом для замкнутых систем, мало подходят для применения в сверхвысоком вакууме. Это справед-

ливо за одним исключением, изученным Миллероном [34], но еще не проверенным на практике. В качестве примера такого исключения рассмотрим установку для напыления в сверхвысоком вакууме. Пусть для получения необходимого давления в «пустой» установке достаточно сравнительно небольшой быстроты откачки обычного откачного агрегата. Однако при напылении нагрев испарителей может иногда привести к появлению дополнительных источников газа, которые при заданной быстроте откачки способны вызвать значительное повышение давления. Поэтому может оказаться целесообразным перед началом процесса напыления испарить титановую проволоку таким образом, чтобы покрыть практически всю внутреннюю поверхность установки слоем титана, который может служить идеальным насосом с чрезвычайно высокой быстротой действия, пока не будет исчерпана его сорбционная емкость. Выделяющиеся при испарения титана газы будут откачиваться диффузионным насосом. Процесс напыления начинают лишь тогда, когда давление опять упадет до нужной величины. От вида и продолжительности процесса напыления очень сильно зависит, хватит ли такого однократного испарения титана для того, чтобы на всем протяжении процесса поддерживать большую быстроту откачки. Здесь нельзя дать универсального правила. Напротив, каждый процесс необходимо специально анализировать. Большим недостатком такой методики следует, конечно, считать то, что при частом повторении такой процедуры установка будет все больше покрываться слоем соединений, которые нельзя удалить термической обработкой. Кроме того, под действием ионной бомбардировки, часто применяющейся для очистки распылительных установок, поглощенные газы могут опять вернуться в откачиваемый сосуд. Поэтому такой практически необратимый метод можно рекомендовать только для специальных целей, а не как универсальный прием.

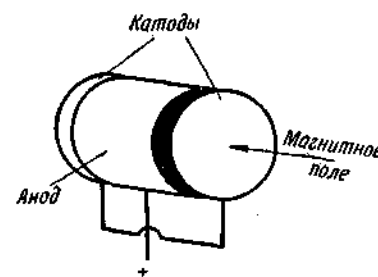
##### 5. ГЕТТЕРО-ИОННЫЕ НАСОСЫ

Уже указывалось, что чисто геттерные насосы не могут откачивать инертные газы. Однако известно, что содержание одного только аргона в воздухе составляет

около 1%. Следовательно, с помощью одного только геттерного насоса нельзя получить даже высокий вакуум, не говоря уже о сверхвысоком.

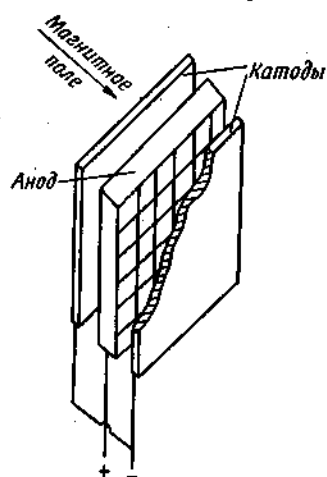
Это обстоятельство привело к тому, что в качестве вполне работоспособного сорбционного насоса в области высокого вакуума можно применять лишь комбинацию геттерного насоса с ионизационным, так называемый геттеро-ионный насос, предложенный первоначально Хербом [33], в котором все негеттерируемые газы откачиваются, хотя и с малой быстротой, по принципу ионизационного насоса. Для сверхвысокого вакуума примененный Хербом принцип термического испарения геттера не совсем удобен. По многим причинам оказалось целесообразнее распылять геттерный материал ионной бомбардировкой.

Принцип такого электроразрядного насоса можно пояснить при помощи фиг. 103, взятой из работы Клопфера [35]. Изображенная здесь конструкция очень напоминает манометр с холодным катодом Пеннинга [36]. Между дискообразными катодами из титана и цилиндрическим анодом приложено напряжение в несколько тысяч вольт. Для удлинения путей электронов и соответствующего повышения выхода ионов в электрическом газовом разряде вдоль оси системы наложено магнитное поле. (В электрическом отношении это устройство аналогично манометру с холодным катодом, рассмотренному в гл. 4, § 2, п. 3.) Путем соответствующего подбора рабочих параметров можно добиться, чтобы электрический разряд в таком устройстве мог существовать даже при очень низких давлениях. Ионы, ударяющиеся о катод, высвобождают из него в результате распыления атомы титана, которые осаждаются на аноде и там поглощают активные газы. Напротив, инертные газы могут откачиваться только на катоде, поскольку они «закачиваются»



Фиг. 103. Схема электроразрядного насоса (Клопфер [35]).

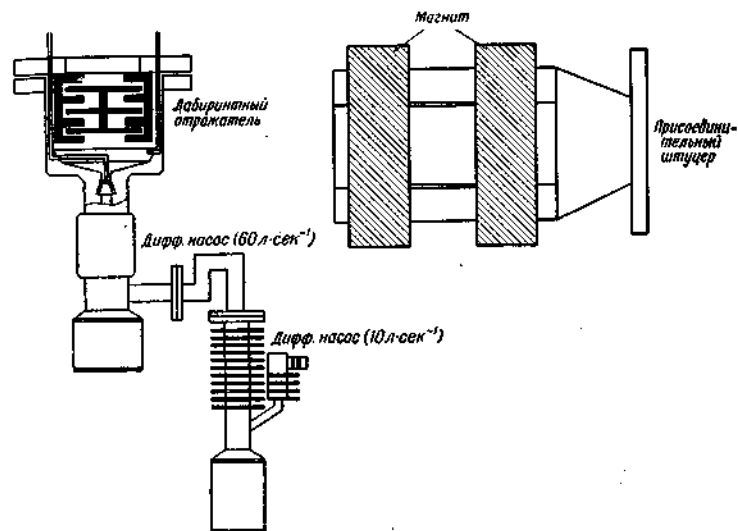
в его поверхность. Откачивающее действие по отношению к инертным газам очень слабо, поскольку требование распыления достаточного количества материала катода противоречит требованию связывания на катоде возможно большего количества инертных газов, так как при ионной бомбардировке могут освобождаться ранее связанные атомы инертных газов. Откачивающее действие по отношению к активным газам определяется эффективной поверхностью анода, непрерывно обновляющейся благодаря распылению. Поэтому для повышения скорости откачки оказалось целесообразным применить устройство, описанное Холлом [37] (фиг. 104). Благодаря форме «ящика для яиц» эффективная откачивающая поверхность анода в этом насосе настолько увеличена, что сейчас можно изготавливать такие электроразрядные насосы, которые при сопоставимых размерах имеют для активных газов примерно такую же скорость откачки, что и комбинация диффузионного насоса с лабиринтным отражателем (фиг. 105). С помощью особых приемов удается повысить скорость откачки инертных газов примерно до  $1/10$  скорости откачки активных газов (например, путем введения дополнительных электродов [38] или использования особой формы катодов [39]).



Фиг. 104. Электроразрядный насос типа «вакнон» (Холл [37]).

Такие электроразрядные насосы имеют по сравнению с насосами с термическим испарением то решающее преимущество, что катодное распыление автоматически регулируется при изменении давления. Ионный ток в первом приближении пропорционален давлению. (Поэтому после калибровки по какому-нибудь манометру ток в насосе можно непосредственно использовать для индикации давления.) Следовательно, пропорциональным давлению оказывается и коли-

чество титана, распыляемое ионным током, и при правильном подборе параметров насоса можно добиться испарения именно такого количества атомов титана, которое необходимо для того чтобы связать на аноде приток газа, также пропорциональный давлению. Дальнейшее увеличение скорости распыления титана не



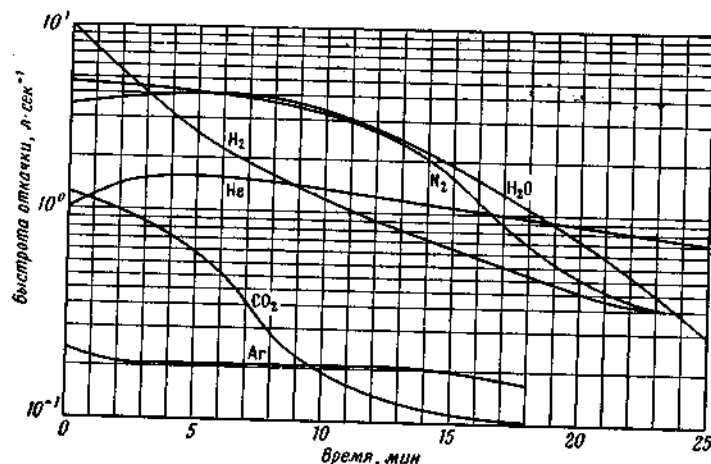
Фиг. 105. Сравнение габаритов электроразрядного насоса (типа «вакнон») и комбинации масляного диффузионного насоса с лабиринтным отражателем.

Быстрота действия обоих откачных устройств примерно одинакова и составляет около  $20 \text{ л.сек}^{-1}$  в области сверхвысокого вакуума.

привело бы к повышению скорости откачки, напротив, это вызвало бы лишь чрезмерно быстрое истощение ограниченного запаса титана катода. Срок службы катода у лучших насосов с катодным распылением при давлении  $10^{-6} \text{ тор}$  составляет около одного года. При более низких давлениях срок службы катодов возрастает обратно пропорционально давлению.

Поскольку распыление в электроразрядном насосе происходит непрерывно, быстрота откачки постоянна во времени. Откачивающая поверхность находится все

время в одном и том же состоянии (предполагается постоянное давление). Это является большим преимуществом по сравнению с геттеро-ионными насосами с термическим испарением периодического действия. На фиг. 106 показаны условия, возникающие в таких термических насосах после каждого испарения (работа Райха и Нёллера [40]). Из графика видно, что после испарения титана быстрота откачки такого насоса для всех

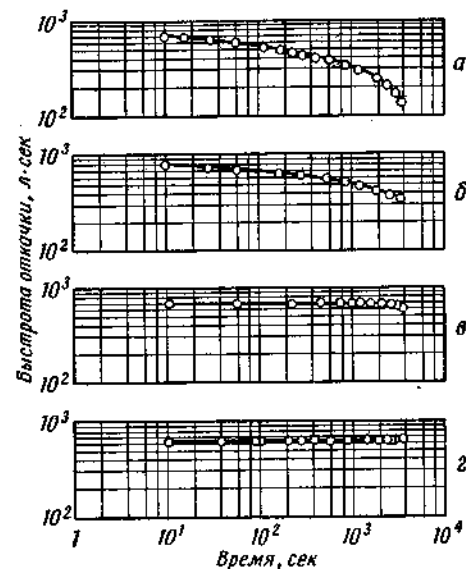


Фиг. 106. Временная зависимость быстроты откачки геттеро-ионного насоса для различных газов (Райх и Нёллер [40]).

газов с течением времени падает. В подобной системе давление не может оставаться постоянным. Поскольку уменьшение быстроты откачки различных газов происходит по-разному, то в системе, наполненной смесью газов, будет непрерывно изменяться состав остаточных газов. На фиг. 107 показана зависимость быстроты откачки термического испарительного насоса (по отношению к определенному газу) от притока газа.

Так как электроразрядный насос свободен от такого недостатка, его следовало бы рассматривать как идеальный насос, отличающийся следующими характеристиками:

1. Он не нуждается в непрерывно работающем насосе предварительного разрежения; достаточно один раз откачать вакуумную систему до давления, при котором



Фиг. 107. Зависимость быстроты откачки водорода геттеро-ионным насосом при различных потоках газа (Кинель [59]).

а)  $Q = 7,35 \cdot 10^{-1} \text{ л} \cdot \text{тор} \cdot \text{сек}^{-1} \text{ H}_2$ ; б)  $Q = 1,94 \cdot 10^{-1} \text{ л} \cdot \text{тор} \cdot \text{сек}^{-1} \text{ H}_2$ ; в)  $Q = 5,75 \cdot 10^{-1} \text{ л} \cdot \text{тор} \cdot \text{сек}^{-1} \text{ H}_2$ ; г)  $Q = 6,25 \cdot 10^{-1} \text{ л} \cdot \text{тор} \cdot \text{сек}^{-1} \text{ H}_2$ .

начинает работать геттеро-ионный насос (примерно при  $10^{-3}$ — $10^{-4}$  тор).

2. Электроразрядный насос не нуждается в воде для охлаждения; даже при перерывах электропитания титановые слои еще продолжительное время откачивают все активные газы, хотя быстрота откачки медленно падает; прекращение откачивающего действия по отношению к инертным газам не влечет за собой никаких катастрофических последствий для сверхвысоковакуумной системы.

3. Становится излишним применение вентиля для защиты насоса от прорывов воздуха или (в системах с

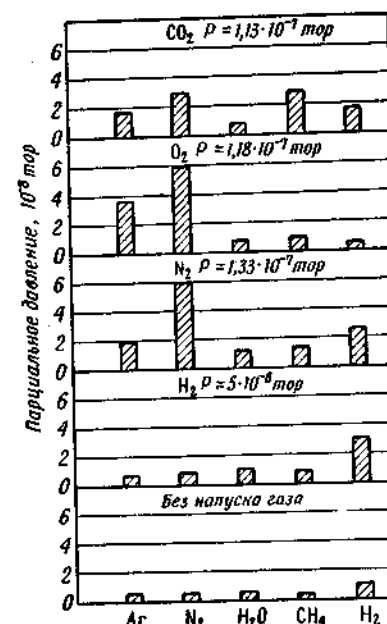
несколькими насосами) для защиты вакуумной камеры при выходе из строя одного из насосов.

Повсеместному применению электроразрядных насосов препятствуют некоторые существенные их недостатки:

1. У геттеро-ионных насосов наблюдаются эффекты памяти, т. е. не все откачанные газы связываются так сильно, что они не могут частично диффундировать обратно в откачиваемые сосуды. Это обратное газовыделение, как уже указывалось в гл. 5, § 5, п. 3, ограничивает для ряда газов соотношение между исходным давлением  $P_A$  вакуумной системы и предельным давлением  $P_E$ , достижимым с насосом такого рода. Практика показала, что с электроразрядным насосом можно производить откачку в диапазоне давлений  $P_E/P_A$  от  $1 \cdot 10^{-2}$  до  $1 \cdot 10^{-3}$ . Лучшие результаты получаются тогда, когда после предварительной откачки электроразрядный насос отсоединяют от механического и при поданном на его электроды рабочем напряжении прогревают до температуры около  $350^\circ\text{C}$ . Более высокие температуры нельзя рекомендовать потому, что их не выдерживают современные постоянные магниты.

2. Электроразрядный насос также может сильно влиять на состав газа в откачиваемом сосуде. Все сказанное в гл. 4, § 2, п. 2, об изменении состава газа датчиками ионизационных манометров в еще большей мере относится к насосам рассматриваемого типа. Если манометр связывает в единицу времени лишь небольшую часть молекул, находящихся во всем объеме (т. е. скорость образования продуктов химических реакций в нем мала по сравнению с быстротой действия откачного агрегата), то в случае электроразрядного насоса дело обстоит совсем иначе. Здесь скорость образования продуктов реакции имеет тот же порядок величины, что и быстрота откачки. Это видно из фиг. 108. Сверхвысоковакуумная система была сначала откачана геттеро-ионным насосом до давления около  $1 \cdot 10^{-8}$  тор. Нижний спектр масс показывает состав остаточных газов при указанном давлении. Уже этот спектр обладает рядом особенностей. Прежде всего видно, что аргон, содержа-

ние которого в атмосфере составляет около 1%, откачивается гораздо хуже, чем, например, азот. Уже здесь заметно образование в насосе некоторого количества метана ( $\text{CH}_4$ ). Верхние спектры снимались после напуска в насос газов  $\text{H}_2$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{O}_2$  и  $\text{CO}_2$ . Оказалось, что напуск

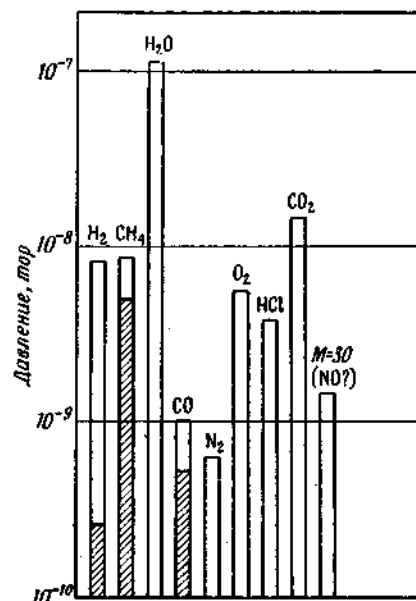


Фиг. 108. Изменение состава остаточных газов в результате работы геттеро-ионного насоса (Райх и Нёллер [40]).

$\text{CO}_2$  и  $\text{H}_2$  вызывает особенно значительное образование метана в результате реакций разложения и последующего синтеза под действием ионного тока. (Образование метана хорошо также видно на фиг. 109.) Рассмотрение спектров масс показывает также, что напуск газов приводит к более или менее интенсивному высвобождению ранее откачанных газов. Особенно сильно это сказывается на парциальном давлении аргона; высвобождается также ранее откачанный водяной пар.



Перечисленные недостатки носят не технологический, а принципиальный характер и исключают применение геттеро-ионных насосов для систем, где часто изменяются такие условия процесса откачки, как область давлений, приток и природа газов. Такого рода изменения



Фиг. 109. Спектр масс остаточных газов в вакуумной системе с геттеро-ионным насосом после откачки в течение 200 мин (Клоппер и Эрмрих [41]).

Заштрихованные линии относятся к прогреваемому откачиваемому объекту; остальные — к непрогреваемому.

будут иметь место во всех системах, которые либо служат для различных экспериментальных целей, либо как установки для напыления часто сообщаются с атмосферой. В случае установок для напыления следует принимать во внимание также и то, что многие процессы необходимо проводить в несколько стадий. Допустим, например, что на первой стадии требуется образовать в условиях сверхвысокого вакуума полупроводниковый

слой, а на второй стадии нанести изолирующий слой из SiO<sub>2</sub>. Однако слой SiO<sub>2</sub> можно получать только при довольно высоком парциальном давлении кислорода. Если теперь на третьей стадии необходимо опять образовать полупроводниковый слой в условиях сверхвысокого вакуума, то вследствие эффекта памяти нельзя будет снизить парциальное давление кислорода до достаточно малой величины. Напротив, откачной агрегат с диффузионными или молекулярными насосами без труда мог бы решить эту задачу. Здесь следует отметить, что распространенное мнение о том, что геттеро-ионные насосы в соединении с адсорбционными насосами в качестве насосов предварительного разрежения позволяют получать некоторый особый «безмасляный» вакуум, в значительной степени утратило свою силу после разработки прогреваемых лабиринтных отражателей для масляных диффузионных насосов (по крайней мере для сверхвысоковакуумных систем).

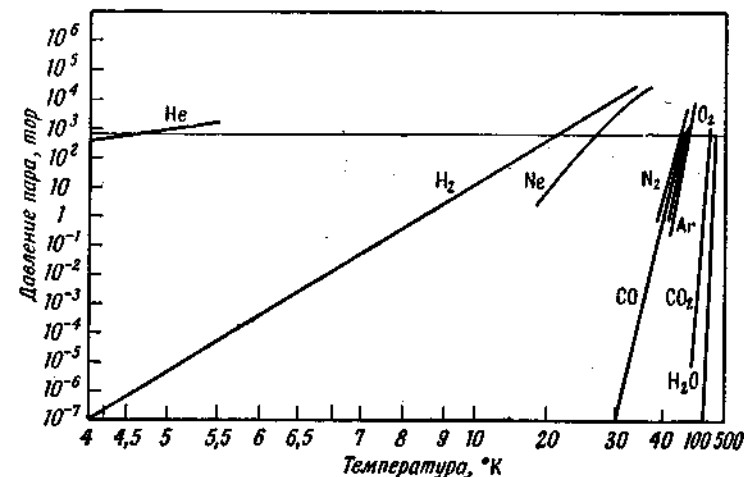
Из сказанного следует, что геттеро-ионные насосы можно использовать лишь в системах с незначительным натеканием, очень редко сообщаясь с атмосферой, если необходимо продолжительное время поддерживать в них минимальное предельное давление. Это в первую очередь относится к большим электронным лампам, например мощным клистродам, и во вторую очередь — к ускорителям элементарных частиц. В этих специальных областях наиболее полно используются рассмотренные выше преимущества геттеро-ионных насосов, особенно тех из них, которые основаны на принципе катодного распыления.

## 6. КРИОГЕННЫЕ НАСОСЫ

Способ понижения давления в каком-нибудь объеме посредством вымораживания остаточных газов на охлажденной поверхности был известен еще на заре развития техники высокого вакуума. Можно напомнить о часто применявшейся раньше сорбции при низкой температуре, когда в качестве сорбента использовался главным образом активный уголь. С давних пор применяют также холодные ловушки, используя селективное откачи-

вающее действие по отношению к компонентам остаточного газа. Они служат для того, чтобы снизить давление пара рабочей жидкости до допустимой величины без применения масляного или ртутного диффузионного насоса. Для получения низких давлений необходимо иметь возможность создавать очень низкие температуры. В стационарном состоянии криогенный насос может снизить давление в вакуумной системе в лучшем случае до давления пара наиболее плохо конденсирующегося компонента остаточного газа при данной температуре. Мы не будем здесь подробно останавливаться на технике получения очень низких температур; укажем лишь, что для этого пользуются принципом сжижения газов [43]. Обычно криогенный насос работает на одном из таких сжиженных газов, как  $N_2$  ( $77^\circ K$  при атмосферном давлении),  $H_2$  ( $20^\circ K$ ) или  $He$  ( $4,2^\circ K$ ). В принципе можно криогенный насос, как это, например, было сделано Клиппингом с сотр. [43], охлаждать испаряющимся из жидкой фазы газом и таким образом получать температуры выше температуры сжижения. Однако такая техника мало подходит для сверхвысоковакуумных целей, поскольку, как будет показано, сверхвысокий вакуум можно получить только при самых низких температурах. Это следует из того, что остаточная газовая среда в прогреваемом сосуде, как уже было показано на фиг. 80, состоит обычно из примерно равных частей  $H_2$  и  $CO$ . На фиг. 110 представлены диаграммы давлений газов, наиболее часто встречающихся в вакуумных системах. Рассмотрение их показывает, что для откачки водорода требуются крайне низкие температуры. Таким образом, для сверхвысоковакуумных целей могут применяться лишь криогенные насосы, наполненные жидким гелием. В связи с этим возникает вопрос, как велико давление пара водорода при  $4,2^\circ K$ . Экстраполяция кривой давления пара, полученной при высоких давлениях, конечно, сопряжена с большой неточностью, и поэтому было выполнено несколько прямых определений давления пара  $H_2$  при этой температуре [45]. Измеренные при  $4,2^\circ K$  значения лежат между  $2,5 \cdot 10^{-7}$  и  $1,4 \cdot 10^{-6}$  тор. Но это означает, что с одним только криогенным насосом, в котором происходит конденсация водорода при  $4,2^\circ K$ ,

принципиально невозможно получить сверхвысокий вакуум. (Гелий содержится в сверхвысоковакуумных установках, как правило, в столь незначительных количествах, что может быть откачан до чрезвычайно низкого давления параллельно работающим диффузионным насосом с очень малой быстротой откачки.) Эта ситуация хорошо иллюстрируется на фиг. 111, где изображена

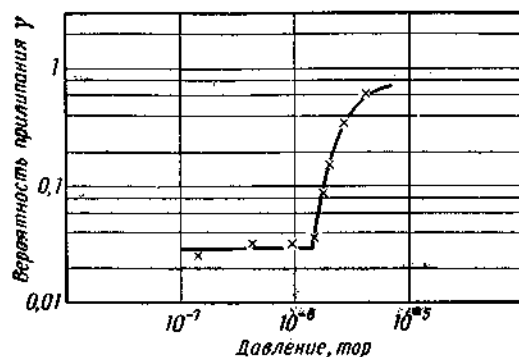


Фиг. 110. Давление пара различных газов при низких температурах (Бальванц и др. [60]).

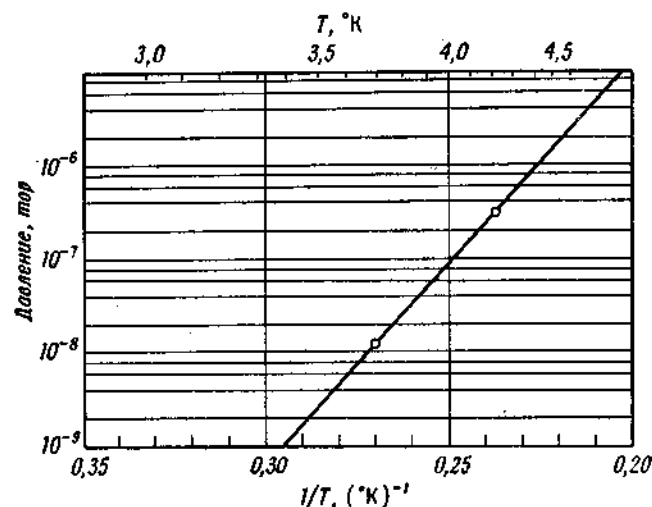
изотерма конденсации водорода при  $4,2^\circ K$ , показывающая зависимость вероятности прилипания водорода на охлажденной поверхности от давления в откачиваемом сосуде [46]<sup>1)</sup>. Можно указать три способа откачки водорода до еще более низких давлений:

1. Можно понизить температуру криостата, если непрерывно откачивать гелиевую ванну. Например, при снижении давления пара гелия до 80 тор температура холодной ванны равна  $2,5^\circ K$ . На фиг. 112 изображена кривая давления пара водорода при температурах

<sup>1)</sup> При давлении ниже  $1 \cdot 10^{-6}$  тор (см. фиг. 111) и температуре выше  $3,8^\circ K$  (см. фиг. 113) остающаяся вероятность прилипания объясняется условиями эксперимента и не имеет реального значения.



Фиг. 111. Зависимость вероятности прилипания водорода от давления (изотерма вероятности прилипания) над поверхностью, охлажденной до 4,2° К (Хенгефос и Тренделенбург [46]).

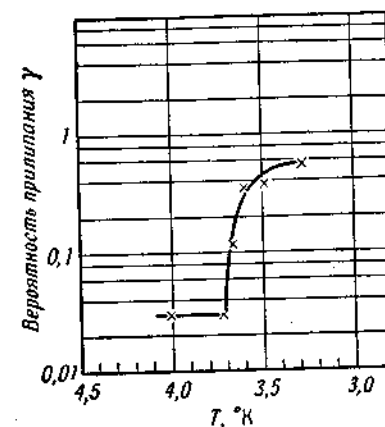


Фиг. 112. Кривая давления пара водорода при низких температурах (Хенгефос и Тренделенбург [46]).

между 4,5 и 3,4° К. Видно, что при температуре ниже 3,4° К давление пара водорода падает ниже  $10^{-9}$  тор. (В приведенном примере нельзя было точно измерить давление пара ниже 3,4° К. Экстраполяция кривой к более низким температурам дала бы при 3,0° К давление пара еще около  $3 \times 10^{-11}$  тор.) Процессы, происходящие при конденсации, можно также хорошо представить с помощью изобары конденсации, как это сделано на фиг. 113 для давления водорода  $6,2 \cdot 10^{-8}$  тор. Оказывается, что при высоких температурах конденсация совсем не происходит. При понижении температуры до 3,8° К внезапно начинается конденсация. При дальнейшем уменьшении температуры вероятность прилипания быстро возрастает до максимального значения около 1, достигаемого при 3,4° К.

2. Поскольку степень заполнения поверхности при 4,2° К остается меньше одного монослоя, водород может на этой поверхности физически адсорбироваться. Следовательно, в течение некоторого времени после заливки криостата, пока покрытие не достигнет одного монослоя, возможно сохранять давление ниже значений, соответствующих конденсационному равновесию [46] (см. также фиг. 23).

3. Можно использовать так называемый эффект крио-захвата<sup>1)</sup>, описанный Брекменом и Файтом [47] и другими [48]. К неконденсирующемуся при данной темпера-



Фиг. 113. Вероятность прилипания водорода на охлажденной поверхности в области температур 4,1 — 3,3° К при давлении  $6,2 \cdot 10^{-8}$  тор (изобара вероятности прилипания) (Хенгефос и Тренделенбург [46]).

<sup>1)</sup> Этот эффект известен также под названием «сопутствующей» (или «спутной») откачки. — Прим. ред.

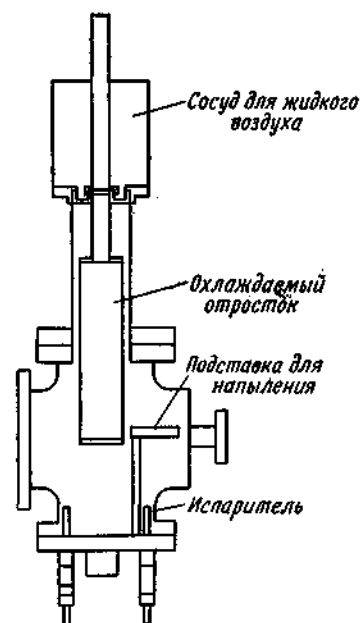
туре газа добавляют другой газ, который конденсируется при этой температуре. Тогда оказывается, что неконденсируемый газ вымораживается (не совсем точное выражение) вместе с конденсирующимся газом. Хенгесу и Тренделенбургу [46] удалось подтвердить этот эффект для комбинации водорода и аргона при  $4,2^\circ\text{K}$ . Они показали, что каждый падающий на охлажденную поверхность атом аргона может связать приблизительно одну молекулу водорода с вероятностью около 0,5. Давление водорода в этих экспериментах было таким низким, что без добавки аргона водород уже не откачивался. Подобным же образом в ходе этих опытов можно было откачивать в области сверхвысокого вакуума даже гелий при температуре жидкого гелия, правда, с вероятностью прилипания всего лишь около 0,03. Довольно большая скорость и значительная вероятность прилипания водорода позволяют применять явление криозахвата водорода аргоном в практике криогенной откачки для удаления водорода. Особенность этого приема состоит в том, что парциальное давление аргона можно поддерживать по порядку величины равным парциальному давлению водорода. Максимальный эффект достигается в том случае, если вводить в систему за каждую секунду примерно в 2 раза больше аргона, чем за это же время образуется водорода. Тогда величина предельного давления будет определяться лишь величиной конденсирующей поверхности.

Применение криогенной откачки для получения сверхвысокого вакуума — дело настолько новое, что нельзя предложить технологические решения для всех возможных случаев. Поэтому мы ограничимся здесь следующим замечанием: до сих пор еще не доказано, что какой-либо криогенный насос в принципе позволяет получить более низкие давления, чем другие известные откачные устройства. Зато легко заметить, что криогенный насос позволяет получать чрезвычайно высокую быстроту откачки, так как поверхность криогенного насоса может находиться непосредственно в откачиваемом объекте и быстрота откачки не уменьшается за счет отражателей, трубопроводов или вентилях. Можно создать в крайнем случае «идеально откачиваемый сосуд», погружая его целиком

в жидкий гелий. Для получения сверхвысокого вакуума криогенные насосы целесообразно применять, в частности, в тех случаях, когда во время какого-либо процесса необходимо откачивать большие количества газа. Это может иметь место, например, в установках для напыления в сверхвысоком вакууме или при испытании космических кораблей (которые из-за невозможности прогрева непрерывно выделяют большие количества газов) в имитационной камере при максимально высоком вакууме.

При ответе на вопрос, целесообразно ли применение криогенного насоса и как следует его построить, помимо технических соображений, на первый план выступают соображения стоимости эксплуатации. Изготовление жидкого гелия в настоящее время обходится очень дорого. Кроме того, ожижители гелия можно строить только так, чтобы они производили не менее некоторого минимального количества гелия в единицу времени (около  $4 \text{ л} \cdot \text{час}^{-1}$ ). Такой ожижитель стоит сейчас 100 000—200 000 марок. В то же время хорошо теплоизолированный криогенный насос с быстротой откачки  $100 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$  потребляет около  $50 \text{ см}^3 \cdot \text{час}^{-1}$  [49], а с быстротой откачки  $10\,000 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$  — около  $1 \text{ л} \cdot \text{час}^{-1}$  жидкого гелия. Это означает, что в настоящее время применение холодильных машин для вакуумных целей экономически оправдано только в тех случаях, когда требуется чрезвычайно высокая быстрота откачки. (Дело, конечно, будет обстоять иначе, если холодильная машина в какой-либо физической лаборатории может быть использована и для других целей.)

При планировании криогенного откачного устройства необходимо также учитывать, постоянно ли нужна высокая быстрота откачки или она требуется лишь в течение определенной критической фазы эксперимента. Количество гелия, необходимое для первоначального охлаждения насоса, во много раз превосходит количество гелия, которое затем расходуется за час при поддержании низкой температуры. В последнем случае расход гелия очень сильно зависит от тепловых потерь на излучение. Эти потери можно значительно снизить, если, например, между стенками откачиваемого объекта, находящимися при комнатной температуре, поместить



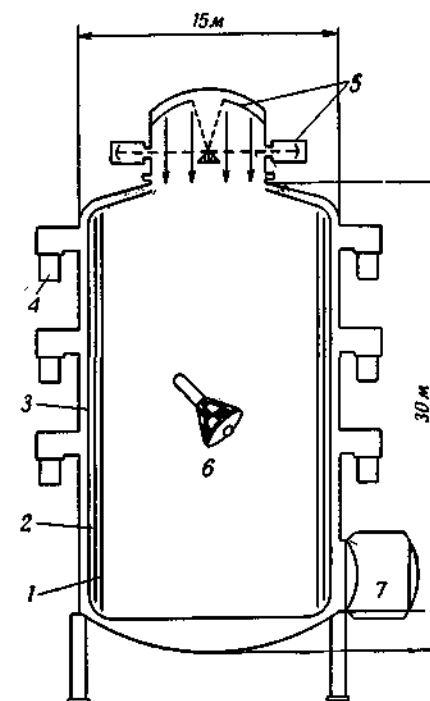
Фиг. 114. Небольшая сверхвысоковакуумная камера для напыления с ловушкой, охлаждаемой жидким гелием (Козвелл [50]).

Криогенный насос без защиты от излучения целесообразно поместить непосредственно в откачиваемом объекте. Пример такого расположения показан на фиг. 114. В этой установке для напыления, описанной Козвеллом [50], криогенный насос при эффективной откачивающей поверхности около  $50 \text{ см}^2$  имеет быстроту откачки для  $\text{N}_2$  около  $500 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$ , причем для однократного охлаждения устройства требуется приблизительно  $1,5 \text{ л}$  гелия. Такого количества гелия хватает для поддержания температуры ловушки в течение примерно  $10 \text{ мин}$ . Данные о расходе гелия при длительной эксплуатации неизвестны, но этот расход должен быть весьма велик.

радиационный экран в виде жалюзи (подобно показанному на фиг. 86). Однако экраны такого рода вследствие их ограниченной пропускной способности снижают эффективную быстроту откачки установки. В некоторых случаях могут потребоваться сложные расчеты, чтобы выработать оптимальный компромисс между быстротой откачки криогенного насоса и стоимостью его эксплуатации. Здесь мы не будем более детально заниматься этой задачей и лишь кратко остановимся на следующих двух предельных случаях:

1. Криогенный насос требуется лишь изредка и на короткое время. В этом случае потерей гелия вследствие излучения можно пренебречь по сравнению с потерями при охлаждении.

2. Криогенный насос должен иметь высокую быстроту откачки в течение продолжительного времени при наименьших затратах. О работе в таком режиме в области сверхвысокого вакуума нет никакой информации.



Фиг. 115. Модель камеры для имитации космических условий с криогенным насосом (Марк и Хендерсон [51]).

1, 2 — радиационные экраны ( $100^\circ \text{ К}$ ) с прорезями; 3 — криогенные насосы ( $20^\circ \text{ К}$ ); 4 — диффузионные насосы; 5 — имитатор солнечного света; 6 — испытуемый спутник; 7 — шлюз.

Поэтому можно лишь на примере высоковакуумной камеры для имитации условий космического пространства (фиг. 115) показать, как следует подходить к решению такой задачи. В модели, опубликованной пока лишь в

виде конструктивного предложения, криогенный насос, работающий на жидком водороде при  $20^\circ\text{K}$ , должен служить для того, чтобы откачивать большие количества газа, выделяющегося из испытуемого спутника [51]. Те постоянные газы, которые не конденсируются при  $20^\circ\text{K}$ , т. е. в основном водород, откачиваются диффузионными насосами с общей быстротой откачки  $0,7 \cdot 10^6 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$ ; быстрота откачки криогенного насоса составляет около  $80 \cdot 10^6 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$ . Криогенный насос экранирован как от стенки камеры, так и от спутника, который во время эксперимента дополнительно нагревается имитатором солнечного света. Для защиты используются радиационные экраны с прорезями, охлаждаемые жидким азотом. За счет этих экранов эффективная быстрота откачки снижается до  $15 \cdot 10^6 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$ , но при этом на несколько порядков уменьшается расход жидкого водорода. (Точных численных данных пока нет, так как это только модель.)

Этим мы закончим обсуждение вопроса о криогенных насосах. При современном состоянии этой новой области мы могли обсудить здесь только более или менее принципиальные вопросы и указать некоторые перспективы. Можно, однако, не сомневаться, что этот метод будет приобретать все большее значение, и уже намечаются технологические возможности получения низких температур с гораздо меньшими затратами, чем в настоящее время.

## § 6. Заключение

Читатель заметил, что мы не приводили данных о предельных давлениях, достижимых в настоящее время при помощи отдельных методов откачки, хотя в литературе такие данные встречаются часто. Однако при критическом изучении этой литературы можно убедиться, что приводимые значения в большинстве случаев характеризуют не столько действительно достигнутое давление, сколько влияние особенностей применявшихся измерительных приборов. Основания, которые неизбежно приводят к такому критическому взгляду, были подробно рассмотрены в гл. 4, § 2, п. 2. Поэтому в заключении

можно сказать лишь следующее: в настоящее время насосы всех рассмотренных типов позволяют уверенно получать давления порядка  $10^{-10} \text{ тор}$ . Необходимо еще выяснить вопрос, следует ли отдавать особое предпочтение определенным принципам откачки при переходе к еще более низким давлениям. При выборе откачной системы для решения той или иной поставленной задачи необходимо исходить из соображений экономичности и простоты обслуживания. (В лабораторной практике эти соображения иногда могут играть меньшую роль.) Можно сформулировать примерно следующие общие правила, которыми необходимо руководствоваться при выборе наиболее подходящего откачного поста:

1. Откачной пост с масляными диффузионными насосами и лабиринтным отражателем пригоден почти для любых целей, за исключением случаев, когда требуется чрезвычайно высокая быстрота откачки. Такие откачные посты сейчас можно настолько автоматизировать, что практически примерно через 10 час после нажатия кнопки (т. е. в течение ночи) будет достигнут вакуум ниже  $10^{-9} \text{ тор}$ .

2. В тех случаях, когда достаточно небольшой быстроты откачки, можно для однократного и кратковременного лабораторного опыта изготовить откачной пост с ртутными диффузионными насосами, что может иногда оказаться легче, так как при этом потребуются лишь стекловудная работа. Правда, это преимущество достигается ценой значительного усложнения эксплуатации.

3. Для систем, которые очень редко вскрывают, т. е. таких, где насос должен лишь в течение длительного времени поддерживать сверхвысокий вакуум без большого притока газа, лучше всего подходит электроразрядный насос. Для всех других задач этот насос по рассмотренным выше причинам менее пригоден.

4. Когда требуется крайне высокая быстрота откачки, следует использовать насосы поверхностного действия. В отдельных случаях можно ограничиться применением дополнительного геттерного насоса. Вероятно, в будущем в этом случае предпочтение будет отдаваться криогенному насосу.

5. О других рассмотренных откачных устройствах, таких, как адсорбционные и молекулярные насосы, пока нет достаточных данных, чтобы можно было сформулировать общие правила об их использовании.

В заключение, как и при обсуждении методов измерения, следует еще раз обратить внимание на то, что в случае специальных откачных устройств, безусловно, оправдывает себя точный анализ запланированных экспериментов и процессов, чтобы наиболее правильно с экономической точки зрения выбрать средство откачки.

## Глава 6

### ВОПРОСЫ ТЕХНОЛОГИИ

#### § 1. Введение

При рассмотрении технологических вопросов, связанных с созданием и поддержанием сверхвысокого вакуума, необходимо по ряду причин наложить строгие ограничения на отбор материала для обсуждения. Прежде всего представляется нецелесообразным обсуждать в книге, носящей общий характер, такие технологические вопросы, которые могут встретиться лишь в весьма специальных случаях. Кроме того, не следует подробно останавливаться на тех способах изготовления сверхвысоковакуумных деталей, которые не могут быть осуществлены средствами, обычно имеющимися в лабораторной мастерской. Эти ограничения частично обусловлены чисто субъективной причиной. Будучи физиком, автор не считает себя достаточно компетентным, чтобы описывать сложные технологические процессы, которые выходят за рамки обычных лабораторных приемов.

Поэтому при описании деталей конструкций мы в большинстве случаев будем рассматривать их с точки зрения выполняемых ими функций. Если же читателю придется самому изготавливать такую или аналогичную деталь, то ему следует обратиться к соответствующей оригинальной литературе. Сделаем следующие замечания. Для овладения специальными приемами сверхвысоковакуумной технологии, в частности методами пайки, необходимы такие навыки и, мы бы сказали, искусство, которые приобретаются не в результате изучения литературы, а лишь после интенсивной и притом дорогостоящей активной практики. Поэтому всем тем, для кого сверхвысоковакуумные установки представляют лишь вспомогательное средство, а объем работы в этой области не оправдывает привлечения специалистов, мы

настоятельно советуем не делать попыток собственноручно изготавливать сверхвысоковакуумную аппаратуру, так как это часто обречено на неудачу. Автор по своему собственному опыту знает, что даже при участии в работе специалистов число неудач при разработке какого-либо нового технологического приема намного превышает число удач. Поэтому уже при проектировании той или иной сверхвысоковакуумной установки очень важно представлять, нельзя ли эту установку собрать из готовых узлов, имеющих в продаже. Так следует поступать даже в том случае, когда приходится вносить изменения в первоначальный замысел. Даже сама сборка установки при помощи сварных соединений или металлических фланцев уже доставит много трудностей тому, кто не имеет в этом достаточного опыта.

#### 1. ОСНОВНЫЕ ПРОБЛЕМЫ ПРОЕКТИРОВАНИЯ

Когда выяснится основное назначение сверхвысоковакуумной установки, необходимо ответить прежде всего на следующие вопросы:

1. Чему равна площадь внутренней поверхности установки?

2. Можно ли все внутренние поверхности прогревать по крайней мере при  $400^\circ\text{C}$ ?

3. Если нельзя, то какую часть от общей поверхности составляют непрогреваемые участки?

Если принять, что газоотдача с прогреваемых металлических поверхностей при комнатной температуре  $\bar{Q} = 10^{-12} \text{ тор} \cdot \text{л} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$  (см. гл. 3, § 2, п. 2), а с непрогреваемых  $\bar{Q} = 10^{-8} \text{ тор} \cdot \text{л} \cdot \text{сек}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$  (эти значения довольно хорошо соответствуют действительности), то можно оценить общую газоотдачу установки  $Q$ . Если в данной установке больше не протекает никаких процессов, которые могут вносить дополнительный вклад в газоотдачу, то по формуле  $S = Q/P$  можно вычислить быстроту откачки, необходимую для поддержания нужного давления  $P$ . [Предельное давление откачного агрегата  $P_B$ , входящее в формулу  $P = (Q/S) + P_B$ , для равновесного давления оказывается обычно столь малым, что его вкладом в общее давление в откачиваемом сосуда

можно пренебречь. Другими словами, должно соблюдаться условие  $P_B \ll Q/S$ ].

4. Если во время рабочего процесса, например напыления, появляется дополнительный поток газа  $Q'$ , целесообразно определить его предварительным экспериментом. В этом случае не имеет смысла добиваться, чтобы в выражении для равновесного давления

$$P = \frac{Q + Q'}{S} + P_B \quad (60)$$

выполнялось условие  $Q \ll Q'$ .

Что касается потока  $Q'$ , то необходимо не только определить его величину, но и проделать анализ парциальных давлений. Поясним это примером. Как уже неоднократно указывалось, остаточная газовая среда в хорошо прогретой сверхвысоковакуумной системе состоит в основном из равных частей  $\text{H}_2$  и  $\text{CO}$ . Допустим, что по каким-либо причинам дополнительный поток газа, возникающий при проведении рабочего процесса, состоит главным образом из водяного пара (например, при опытах по спеканию в сверхвысоком вакууме). В этом случае, вводя конденсирующую поверхность, охлаждаемую жидким азотом, т. е. дополнительный криогенный насос, легко получить дополнительную быстроту откачки по водяному пару  $S'$ , так что условие равновесия теперь принимает следующий вид:

$$P = \frac{Q}{S} + \frac{Q'}{S + S'} + P_B \quad (61)$$

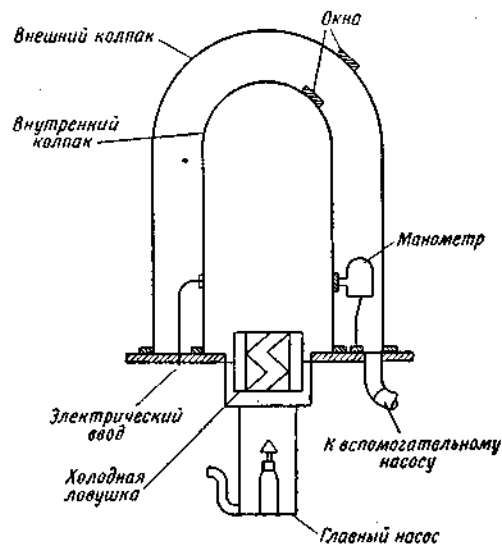
Аналогичным образом можно проанализировать, удастся ли поглотить дополнительный поток газа, которым сопровождается рабочий процесс, с помощью геттерного насоса или охлаждаемого жидким гелием отстойка, включаемыми лишь на время проведения процесса.

5. Далее необходимо исследовать вопрос, как должен протекать во времени запланированный рабочий цикл.

После того как на все эти вопросы будут получены ясные ответы, легко определить необходимые данные откачной системы, используя рекомендации по выбору насосов, изложенные в гл. 5, § 6.



При проектировании вакуумной камеры важно учитывать, можно ли данную установку уже на стадии проектирования отработать во всех деталях, или предполагается, что в процессе эксплуатации будут вноситься конструктивные изменения, которые нельзя предвидеть заранее. Поясним эту мысль более подробно. Как будет



Фиг. 116. Сверхвысоковакуумная установка с двойными стенками (Ривера и Ле Риш [1]).

Давление во внутренней камере  $3,5 \cdot 10^{-10}$  тор; давление во внешней камере  $5 \cdot 10^{-5}$  тор.

показано дальше, изготовление прогреваемых вводов или смотровых окон для сверхвысоковакуумных установок обходится довольно дорого. Можно, однако, обойти эту трудность, если изготовить сверхвысоковакуумную установку с двойными стенками [1], т. е. собственно сверхвысоковакуумный колпак поместить во второй высоковакуумный колпак (фиг. 116). Тогда можно поддерживать в пространстве между внешним и внутренним колпаками вакуум порядка  $10^{-6}$  тор, что снижает требования к уплотнениям между промежуточным вакуумом

и сверхвысоким вакуумом по крайней мере в отношении  $760:10^{-6}$ . (В действительности даже еще больше, так как при высоких давлениях поток газа через течь становится хотя бы частично вязким и натекание возрастает пропорционально  $P^2$ .) В этом случае можно отказаться от настоящих уплотнений между сверхвысоковакуумным сосудом и пространством промежуточного вакуума и предусматривать здесь так называемые капиллярные уплотнения, т. е. допускать в вводах и фланцах капиллярные щели с очень малой пропускной способностью. Установки такого рода, однако, обладают тем недостатком, что внесение в них последующих конструктивных изменений сопряжено со сравнительно большими трудностями, в частности, потому, что в этом случае прогрев с помощью надвигаемой печи невозможен и он должен быть каким-то образом связан с внутренним колпаком. Поэтому принцип двойных стенок больше подходит для установок, конструкция которых не подвергается последующим изменениям.

## § 2. Выбор материалов

Уже многократно указывалось на то, что достижение сверхвысокого вакуума осуществимо лишь в такой аппаратуре, которую можно прогревать приблизительно при  $450^\circ\text{C}$ . Как отмечалось, в крайнем случае разрешается не прогревать только участки с очень малой площадью поверхности, не превышающей, грубо говоря, произведения сечения откачного устройства на эффективный коэффициент  $X_0$  ( $<1$ ) насосов (см. гл. 3, § 1). За исключением этих участков, все остальные детали сверхвысоковакуумной установки следует изготавливать из металлов, керамики или стекла. При выборе материалов необходимо учитывать, что они должны удовлетворять следующим требованиям:

1. Материал не должен терять своих механических свойств при  $450^\circ\text{C}$  (это требование не выполняется, например, в случае металлов с низкой точкой плавления или в случае мягкого стекла).

2. Материал не должен корродировать при  $450^\circ\text{C}$  при соприкосновении с внешней атмосферой (это требо-

вание не выполняется, например, в случае меди или обычной стали).

3. Материал должен иметь при 450°С столь низкое давление пара, чтобы даже при продолжительном прогреве не происходило заметного испарения материала и загрязнения аппаратуры. В соответствии с этим требованием материал не должен содержать каких-либо примесей с высоким давлением пара (это требование не выполняется, например, в случае цинка и, следовательно, латуни; см. диаграмму на стр. 275).

4. Проникновение газа через материал не должно превышать определенного значения (это требование не выполняется при некоторых условиях в случае твердого стекла и кварца, через которые проникает гелий, или серебра, пропускающего кислород).

Кроме этих общих требований, необходимо учитывать еще следующие условия технологического характера:

1) материал должен быть таким, чтобы из него можно было при умеренных затратах изготавливать сверхвысоковакуумные сварные или паяные соединения;

2) материал для фланцевых соединений должен легко поддаваться полировке<sup>1)</sup>;

3) материал не должен коробиться при прогреве.

Если с точки зрения этих требований рассмотреть большое число материалов, обычно применяющихся в технике высокого вакуума, то для общего применения в области сверхвысокого вакуума останутся в основном перечисленные ниже материалы:

1. Нержавеющая сталь, причем пригодным оказался сплав 18Cr—10Ni с чрезвычайно низким содержанием углерода (американское обозначение 304 или 305); так называемые стабилизированные стали, например с присадкой молибдена вследствие плохой их полируемости не подходят, по крайней мере для изготовления фланцевых соединений.

2. Стекла средней твердости типа пирекс (фирма «Корнинг») или дуран (фирма «Шотт»).

<sup>1)</sup> Недавно начаты исследования, в которых фланцевые поверхности не полировались, а лишь шлифовались, пока не привели к надежным результатам.

3. Керамика типа  $Al_2O_3$ .

4. Переходы стекло — металл или керамика — металл типа сплавов ковар или вакон<sup>1)</sup>.

5. Золото и с некоторыми ограничениями, о которых речь будет ниже, медь как материалы для кольцевых уплотнителей.

6. Сплавы меди с никелем, например монель или инконель для специальных целей.

7. Твердые припои на основе сплавов серебро — золото, серебро — медь или на базе аналогичных благородных металлов.

### § 3. Неразборные соединения

При изготовлении неразборных соединений можно применять сварку, пайку твердыми припоями или спай стекла с металлом. Следует заметить, что требования к герметичности в области сверхвысокого вакуума на несколько порядков выше, чем в области высокого вакуума; кроме этого, соединение должно удовлетворять требованию прогреваемости. Так, из всех способов сварки для соединения деталей из нержавеющей стали оказалась пригодной лишь сварка в среде инертных газов с вольфрамовым электродом (дуговая сварка в гелии или в аргоне). Подробности этого метода можно найти в специальной литературе. Отметим только, что при такой сварке необходимо предусмотреть, чтобы и внутренняя сторона сварного шва обдувалась инертным газом. Как показывает опыт, бесполезно пытаться уплотнить неплотный сварной шов путем повторной сварки. В этом случае может помочь лишь стачивание старого шва и выполнение всего шва заново. Кроме того, сварные швы следует накладывать только с одной стороны. В двухсторонних сварных швах после охлаждения часто возникают неоднородные деформации, что приводит к появлению микроскопических трещин и разуплотнению шва.

Детали, изготовленные из материалов, не поддающихся дуговой сварке в аргоне (например, из нержа-

<sup>1)</sup> Вакон — фирменное название сплава Fe—Ni—Co (28% Ni, 18—23% Co, остальное — Fe), выпускаемого фирмой «Вакуумшмелце Хану» (ФРГ). — Прим. перев.

вующей стали и меди), соединяют пайкой. Хорошая сводка применяющихся методов дана в работе Бернхарда и Бумма [2]. Заметим только, что:

1) в случае деталей, предназначенных для работы в сверхвысоком вакууме, пайку проводят без применения флюсов, т. е. пайка ведется в высоком вакууме или в восстановительной среде;

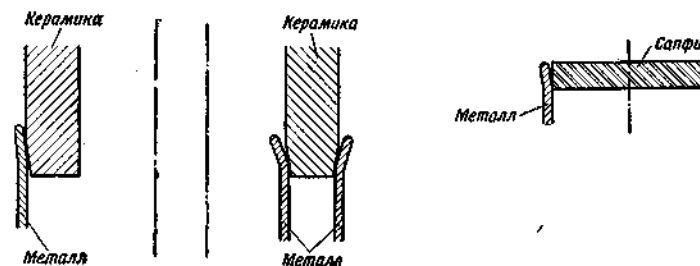
2) при пайках в восстановительной среде возможны неприятные сюрпризы, если применяемый защитный газ (например, водород) недостаточно осушен.

Осушка такими обычными средствами, как силикагель или пятиокись фосфора, часто оказывается недостаточной. Поэтому весьма целесообразно вымораживать остатки водяных паров, пропуская восстановительный газ через ловушку, охлаждаемую жидким азотом.

При использовании ковара или вакона с пирексом или дураном с применением обычных переходных стекол, как правило, особых трудностей не возникает. Однако не следует применять для сверхвысокого вакуума вводы через спеченные стекла (см., например, [3]). Такие недорогие вводы находят широкое применение при изготовлении специальных ламп. Богатый собственный опыт автора позволил ему заключить, что даже при тщательном изготовлении вводы через спеченное стекло всегда разуплотняются после одного или нескольких прогревов. Возникающие при этом течи часто близки к порогу обнаружения теческательных, и поэтому поиски их могут оказаться весьма длительными. Напротив, классический способ производства прессованных ножек обычно дает хорошие результаты. Рекомендуется использовать вводы заводского изготовления, даже если они по конструкции несколько отличаются от требуемых.

Чтобы осуществить соединение керамических деталей с металлами, эти детали, как правило, покрывают гидридом титана. После этого производится прокаливание в чистом водороде или в вакууме при 900—1000° С; в результате чего гидрид титана диссоциирует и образуется слой титана. После добавления меди и повышения температуры происходит металлизация. Хороший обзор по этому вопросу дал Котовский [4]. Мы опять советуем по возможности использовать покупные де-

тали. Цолман и сотр. [5] предложили соединять керамику с металлами методом холодного напряженного спаивания (фиг. 117). В этом случае металлическую трубку, покрытую слоем дуктильного металла (часто серебра),



Фиг. 117. Металлокерамические соединения с холодным напряженным спаиванием (Цолман и др. [5]).

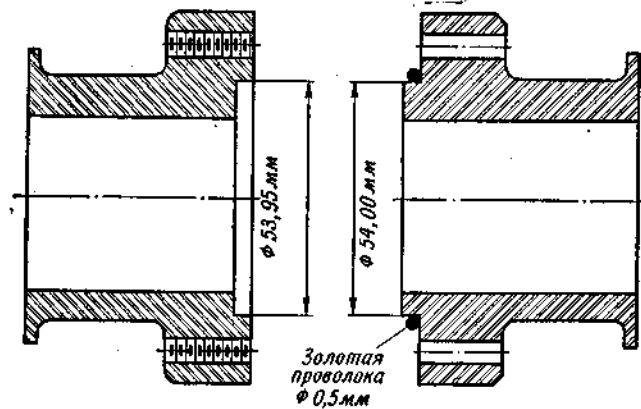
Для получения холодной сварки необходимы усилия порядка 1 т на 1 см периметра.

конусообразным концом под большим давлением надевают на керамику, которая предварительно металлизирована слоем титана, как описано выше.

#### § 4. Фланцевые соединения

По вопросу о прогреваемых фланцевых соединениях опубликовано большое число работ. По-видимому, нецелесообразно все их цитировать, так как опыт показал, что лишь очень немногие предложения приводят к удовлетворительным результатам, если попробовать применить их в повседневной практике. По-прежнему самым надежным остается так называемый фланец с золотым кольцом, где уплотнение производится при помощи кольца из чистейшего золота, сжатого под большим давлением между двумя полированными поверхностями. Тщательно механически полированные фланцевые соединения изготавливаются, как показано на фиг. 118 (угловое уплотнение) или на фиг. 119 (плоское уплотнение). В последнем виде уплотнения обе поверхности фланцев одинаковые, что представляет большие удобства при сборке узлов. Сваренную встык золотую проволоку перед сборкой следует хорошо отжечь. В случае

фланца, показанного на фиг. 119, уступы изготавливаются так, чтобы золотая проволока сжималась приблизительно на 40% от своего первоначального диаметра. Для сжатия золотой проволоки диаметром 1,5 мм требуется усилие от 700 до 900 кг на сантиметр длины уплотнения. Это необходимо учитывать при конструировании

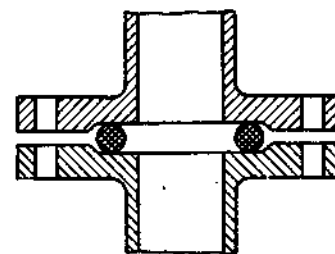


Фиг. 118. Угловое фланцевое соединение с золотым кольцом в качестве уплотнителя (Хикем [6]).

фланца. Далее следует позаботиться о том, чтобы сжатие было более или менее равномерным; это возможно только в том случае, если, во-первых, применить весьма большое число болтов, располагая их ближе друг к другу, чем на обычном высоковакуумном фланце, и, во-вторых, уплотнение производить как можно ближе к болтам. Затяжку болтов следует производить крестообразно, т. е. затягивать поочередно при помощи ключа с индикатором вращательного момента те болты, которые дальше всего отстоят друг от друга, постепенно увеличивая усилие.

Необходимо, кроме того, следить за тем, чтобы уплотняющие поверхности фланцев перед сборкой были тщательно отполированы механическим способом, причем возникающие при полировке бороздки должны быть расположены только в продольном направлении. След от полировки, расположенный в радиальном направлении,

как это легко понять, может привести к течи. Далее, необходимо обеспечить, чтобы к полированным поверхностям после очистки каким-нибудь растворителем ни в коем случае никто не прикасался руками и чтобы они были защищены от попадания пыли. Легкий отпечаток пальцев или практически невидимая пылинки могут послужить причиной нарушения уплотнения.

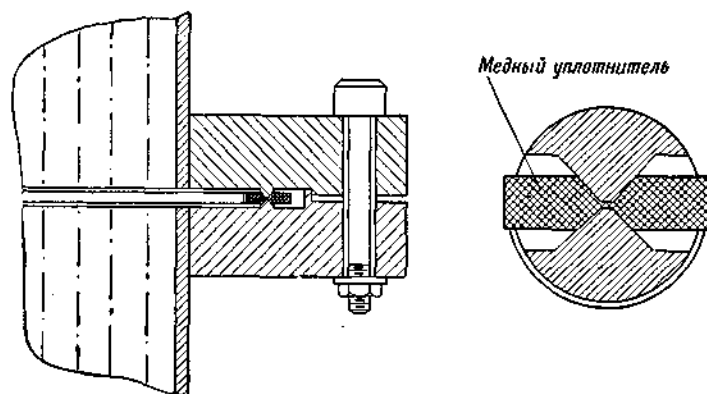


Фиг. 119. Плоское фланцевое соединение с золотым кольцом в качестве уплотнителя (фирма „Бальцерс“).

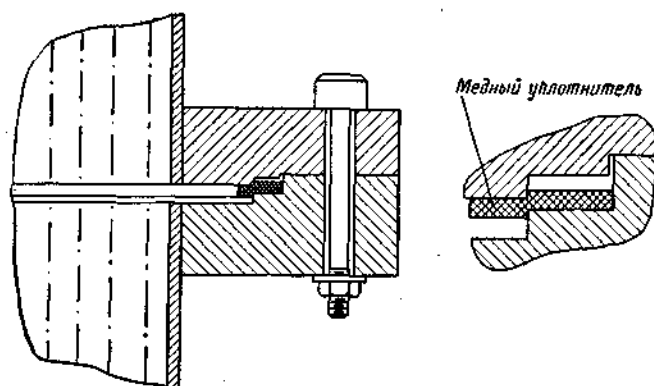
Качество фланцевого соединения в общем случае определяется числом возможных циклов нагрева. Фланцы описанного вида с золотым уплотнением выдерживают по крайней мере 50 циклов нагрева, если они были тщательно собраны и их диаметр не превышает 250 мм. При увеличении размеров фланцев надежность значительно падает. Причины этого пока не ясны. Можно считать, что в настоящее время еще не существует надежного прогреваемого фланцевого соединения большого диаметра.

Во многих случаях из соображений экономии предлагают золото, используемое в качестве материала для уплотнителей, заменять медью. Этот аргумент не очень убедителен, так как, во-первых, стоимость золотой проволоки не так уже велика и, во-вторых, требуется лишь однократная затрата на материал, который после употребления может быть вновь использован. Медь гораздо тверже золота, и поэтому приходится конструировать фланцы так, чтобы они позволяли достигать более высоких удельных нагрузок. На фиг. 120 и 121 показаны два примера таких фланцев с медными уплотнителями. Особенностью конструкции, свойственной как для этих, так и для большого числа аналогичных деталей, является то, что сжатие происходит между двумя острыми краями для получения необходимого давления. Мы не будем более подробно обсуждать здесь медные уплотнители, так как основным принципом нашего изложения является исследование лишь исключительно надежных методов.

Медные уплотнения выдерживают весьма ограниченное число циклов прогрева, так как медь при прогреве окис-



Фиг. 120. Двойное ножевое соединение с медной прокладкой (Петти [16]).



Фиг. 121. Ступенчатое уплотнение с медной прокладкой (Ланге и Альперт [20]).

ляется и окисный слой довольно быстро «прорастает» через уплотняющую поверхность. Поэтому медные уплотнения можно рекомендовать только для временных конструкций, когда нет золота или заранее известно, что

данное соединение будет прогреваться только один раз или весьма небольшое число раз (например, при изготовлении специальных ламп)<sup>1)</sup>.

Применять серебряные или алюминиевые уплотнители в сверхвысоковакуумных установках, хотя их тоже предлагали, не рекомендуется ни при каких обстоятельствах. Если в случае медных уплотнителей еще можно предполагать с некоторой степенью достоверности, что время их жизни составит несколько циклов прогрева, то при использовании алюминия или серебра, как показывает опыт, возможны нарушения герметичности после прогрева.

Однако и фланец с золотым кольцом до сих пор не позволил решить две задачи, а именно:

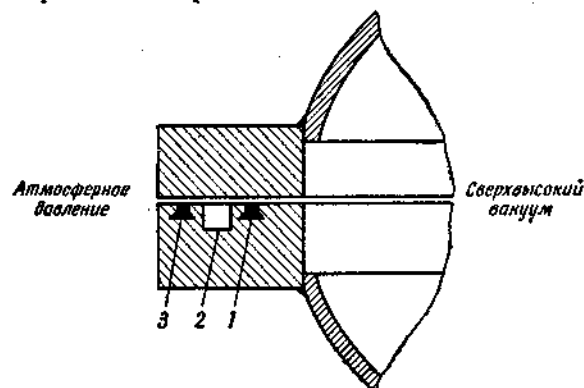
- 1) создание фланцевого соединения большого диаметра;
- 2) создание легко вскрываемых фланцевых соединений, требующихся, например, в установках для напыления.

При конструировании фланцевых соединений большого диаметра следует переходить к другому способу уплотнения, описанному Фаркашем и Берри [9] (фиг. 122).

В этом случае уплотнение производится с помощью кольца из резиноподобного материала витон (фирма «Дюпон»). Витон является эластомером на основе соединения углерода с фтором, выдерживающим нагрев до 250°С. На фиг. 123, взятой из работы Эддикса и сотр. [10], показаны спектры масс газов, выделенных из обезгаженного на воздухе при 200°С витона и обезгаженной при 80°С резины «буна», которая часто используется в качестве уплотняющего материала в высоковакуумных установках. Совершенно очевидно, что витон предпочтительнее резины «буна» как по газоотдаче, так и по выделению высокомолекулярных компонентов. Как показано на фиг. 122, в канале между собственно высоковакуумным уплотнением и внешним уплотнительным

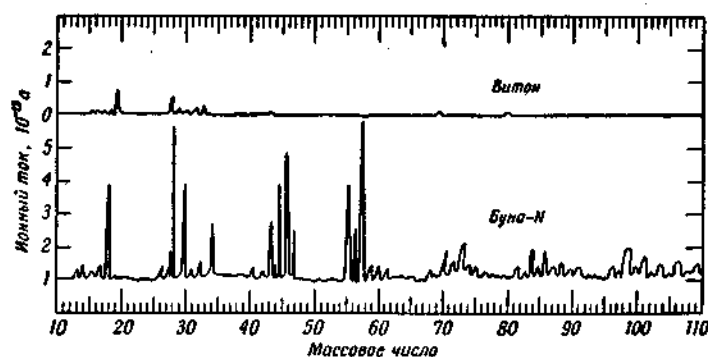
<sup>1)</sup> Возможно, что рекламируемый фирмой «Вариан» так называемый фланец «конфлэт» может дать хорошие результаты при длительной эксплуатации [21].

кольцом циркулирует вода для охлаждения фланца во время прогрева установки. Это предохраняет уплотнения от вредного нагрева.



Фиг. 122. Охлаждаемое уплотнение с резиновыми или витоновыми уплотнителями для прогреваемых сверхвысоковакуумных систем (Фаркаш и Берри [9]).

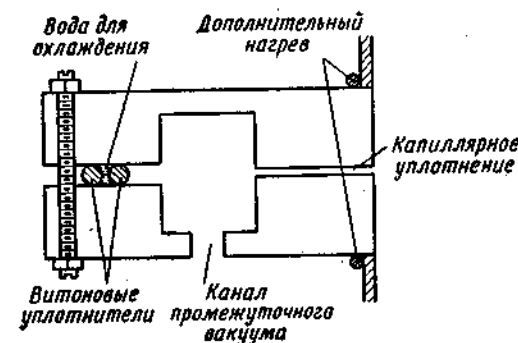
1, 3 — уплотнители; 2 — канал для воды или хладагента.



Фиг. 123. Спектр масс резины 'буна', прогретой при температуре 80° С, и витоны, прогретого при 200° С (Эддис и др. [10]).

При использовании таких или аналогичных конструкций следует учитывать, что прилегающие к фланцу места не прогреваются и поэтому их газоотдача на несколько порядков величины больше, чем у остальной

части установки. Точные величины газовыделения с таких уплотнений неизвестны. Поэтому при изготовлении больших установок с такими фланцами целесообразно предварительно исследовать газовыделение на модельной установке. Если оно окажется недопустимо высоким, то следует рассмотреть возможность комбинирования принципа, показанного на фиг. 122, с капиллярным уплотнением, как это схематически показано на фиг. 124.



Фиг. 124. Капиллярное уплотнение с дополнительным нагревом и охлаждением уплотняющего кольца.

В этом случае основная часть газа, выделяемого из витонového уплотнителя, откачивается вспомогательным насосом через канал промежуточного вакуума и лишь в малой степени попадает в откачиваемый сосуд.

Если на внутренней стороне фланца смонтировать дополнительную нагревательную обмотку, то, несмотря на охлаждение витонového уплотнения, можно будет настолько обезгаживать фланец, чтобы значительно понизить газовыделение с его внутренней стороны. Поскольку еще не накоплен опыт практического применения фланцевых соединений такого рода, нельзя дать рекомендаций по выбору их размеров.

Вообще говоря, описанные фланцевые соединения с охлаждением и в конструкционном, и в эксплуатационном отношении не очень хороши, тем более что они требуют бесперебойного водяного охлаждения. Тем не

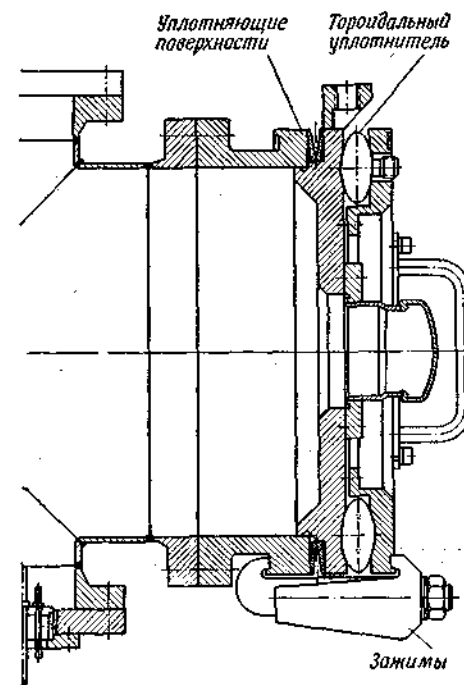
менее к ним иногда приходится обращаться, поскольку нет лучшего решения задачи осуществления металлических соединений больших диаметров.

Следует также отметить, что тефлон, сам по себе выдерживающий температуру до  $325^{\circ}\text{C}$ , по своим свойствам уступает витону. Дело в том, что тефлон в значительной степени термопластичен, т. е. нельзя использовать его термостойкость для применения тефлона с прогреваемыми фланцами, так как тефлоновое уплотнение будет растекаться. Если же само уплотнение не подвергается нагреву, как в приведенных примерах, то и здесь витон ведет себя в вакуумно-техническом отношении не хуже тефлона и даже превосходит тефлон при использовании в конструкциях благодаря своей эластичности.

Описанные соединения на основе витона можно применять как быстроразборные соединения, например когда требуется часто открывать и закрывать установки для напыления (слово «быстроразборный» следует, конечно, понимать в сравнительном смысле — по отношению к минимальному циклу работы установки, определяемому временем прогрева). Так как в случае витонových уплотнений удельные усилия в области сверхвысокого вакуума не больше, чем в области высокого вакуума, то в принципе можно отказаться от болтов и изготавливать фланцы в виде откидных дверок с рычажным запором. В случае же цельнометаллических фланцев затяжка болтов, как уже говорилось, должна выполняться чрезвычайно тщательно и занимает очень много времени. Кроме того, металлические уплотнители можно применять всего лишь один раз, а уплотняющие плоскости необходимо каждый раз подвергать полировке, чтобы удалить остатки уплотняющего металла и слои окислов. Правда, после достижения известного опыта такая полировка выполняется довольно быстро.

Были сделаны попытки осуществить быстроразборное соединение целиком из металла. Одна из таких конструкций показана на фиг. 125 [11]. Конструкторы стремились разделить функции фиксации положения фланца и его прижима. Фиксация осуществляется здесь при помощи зажимов с болтами, причем болты затягиваются

слабо, что не требует много времени. Прижим же осуществляется таким образом, что тороидальный уплотнитель овального сечения раздувается гидравлически под большим давлением. При этом уплотнитель стремится



Фиг. 125. Быстроразборное соединение с гидравлическим прижимом (Тренделенбург и Винклер [11]).

принять круговое сечение и благодаря этому оказывает давление на уплотняющие поверхности. В качестве гидравлической жидкости хорошо зарекомендовало себя масло марки OS 124, применяющееся в качестве рабочей жидкости в диффузионных насосах. Это масло можно нагревать без доступа воздуха до  $450^{\circ}\text{C}$  без опасности разложения. Несмотря на то что описанная конструкция уже проверена в эксплуатации, она еще не совсем удовлетворительна ввиду довольно высокой стоимости.

Были также предприняты попытки использовать для создания фланцевых соединений то свойство индия, что он, обладая весьма низким давлением пара, становится жидким уже при температурах выше  $156^{\circ}\text{C}$ . Фланцы при этом как бы спаиваются [12]. Однако опыты с этим уплотнителем не дали хороших результатов в связи с тем, что индий чрезвычайно агрессивен и при высоких температурах разрушает материал фланцев.

В заключение можно лишь сказать, что еще нет идеального фланцевого соединения для сверхвысокого вакуума и в этой области следует еще много поработать.

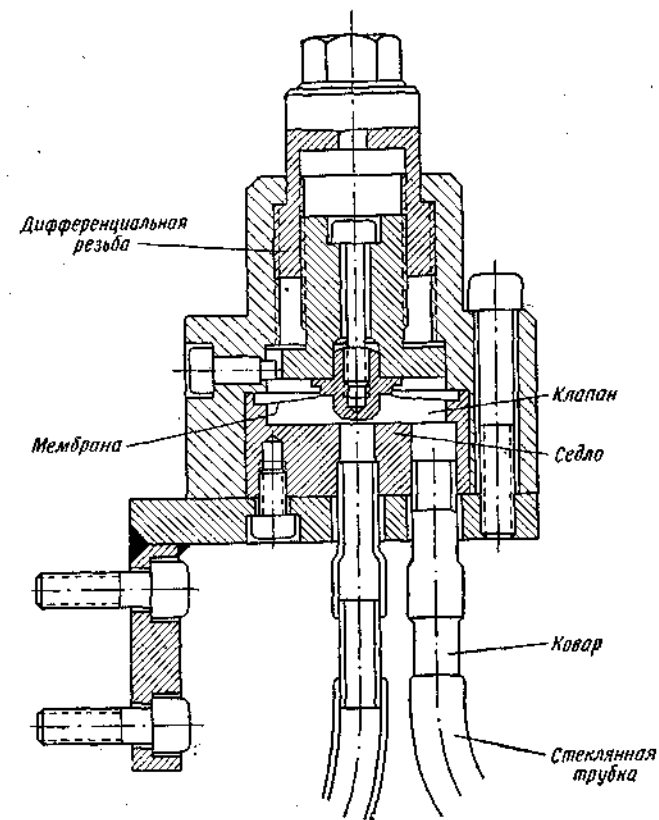
### § 5. Элементы сверхвысоковакуумных систем

Для проведения экспериментов в сверхвысоком вакууме необходимы вентили и электрические вводы, а во многих случаях также и приспособления для передачи механического движения в вакуум и смотровые стекла. Устройство этих элементов может быть различным, в частности, в зависимости от того, имеет данная установка одинарные или двойные стенки. Как и в предыдущих разделах, мы не будем давать исчерпывающего описания всех известных конструкций и ограничимся лишь некоторыми типичными примерами.

#### 1. ВЕНТИЛИ

Почти всякая вакуумная установка содержит один или несколько вентиля. Прежде всего почти всегда ставят вентили между откачным устройством и вакуумной камерой. В случае диффузионных насосов это целесообразно уже из соображений надежности, чтобы обезопасить насосы от прорыва воздуха. Но и там, где нет необходимости ставить вентили для защиты насосов, как, например, в случае геттеро-ионных и молекулярных насосов, включение вентиля весьма полезно, так как лишь таким образом можно локализовать неисправности установки (подробнее об этом будет сказано в § 7). Кроме этого, часто применяются вентили для впуска газов, для напуска воздуха, а также так называемые байпасные вентили, которые служат для того, чтобы можно было

откачать до желаемого вакуума установку, в которую был напущен воздух, отсоединив ее главным вентилем



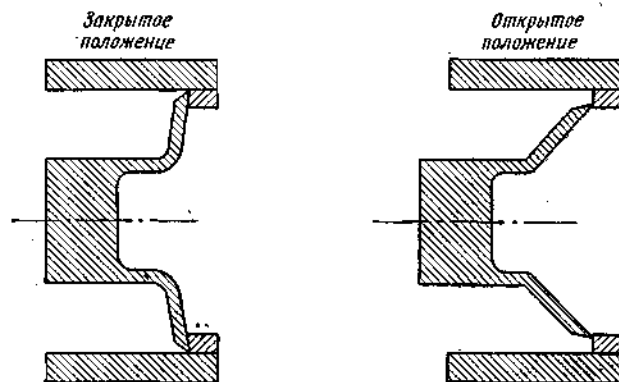
Фиг. 126. Сверхвысоковакуумный вентиль (Альперт [13]).

от продолжающего работать под сверхвысоким вакуумом откачного устройства.

Почти все известные в настоящее время сверхвысоковакуумные вентили представляют собой модификации вентиля, предложенного Альпертом [13] (фиг. 126). Уплотнение достигается благодаря тому, что металлический клапан с такой силой вдавливается в седло, что



между клапаном и седлом возникает вид холодной сварки. На фиг. 126 уплотнение выполняется посредством металлического конуса, прижимаемого к краям цилиндрического седла. В конструкции, изображенной на фиг. 127 [14], колоколообразный тарельчатый клапан сначала под давлением расплющивается, а потом своими острыми краями прижимается к седлу, имеющему форму полого цилиндра. В примере, показанном на фиг. 128 [15], уплот-



Фиг. 127. Уплотнение вентилей с радиальным смятием седла (Уишарт и Бенкрофт [14]).

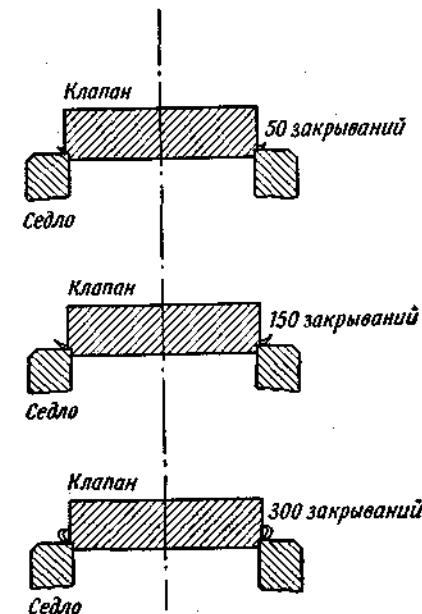
нение выполняется впрессовкой цилиндрического клапана в полый цилиндр (конусное уплотнение, представленное на фиг. 126, в дальнейшем нашло наиболее широкое применение).

Было бы, пожалуй, излишне подробно обсуждать здесь зависимость между выбором материала для седла и клапана вентилей, сдвигающим усилием и другими свойствами таких вентилей, тем более что в настоящее время, хотя и можно для некоторых конструкций сделать вполне надежные рекомендации, все же общие соотношения еще недостаточно ясны.

Вместо этого мы кратко сформулируем общие правила, которыми следует руководствоваться при выборе того или иного вентилей.

1. Герметичность вентилей в закрытом состоянии. Она должна быть особенно хорошей, если требуется, чтобы

вентиль был плотным по отношению к атмосферному давлению. Условия становятся менее строгими, если требуется плотность по отношению к предварительному вакууму. Такой случай может, например, иметь место, когда необходимо защитить вакуумную камеру, откачиваемую



Фиг. 128. Уплотнение вентилей с осевым смятием клапана (Паркер и Марк [15]).

несколькими параллельно включенными насосами, лишь от выхода из строя одного из насосов (защитный вентиль).

2. Возможность прогрева вентилей в закрытом состоянии. Это может играть важную роль, например, в случае проходных вентилей или вентилей для впуска газов.

3. Число возможных закрываний. В случае защитных вентилей оно не должно быть обязательно очень большим. Однако возможны случаи, когда вентили должны допускать очень большое число закрываний, например в экспериментах по изучению плазмы, в которых перед

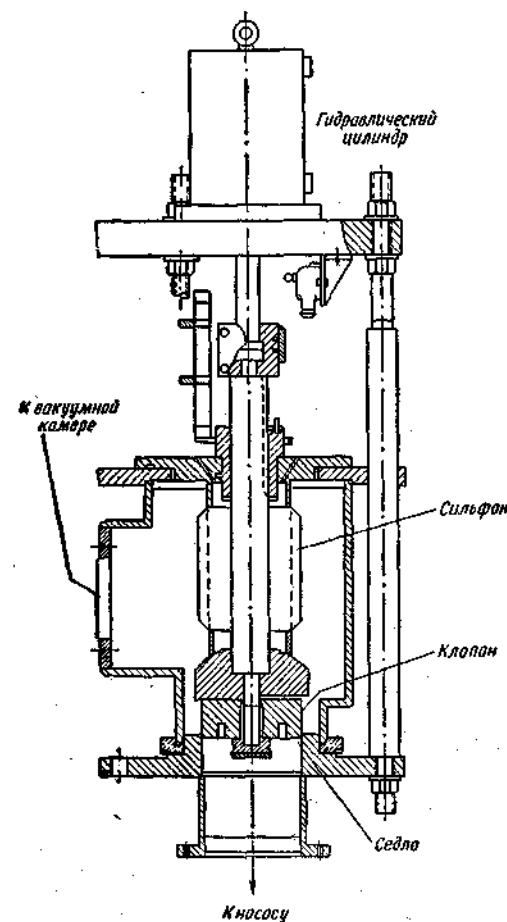
каждым разрядом аппаратуру сначала откачивают до сверхвысокого вакуума, а затем при помощи вентиля разрядную камеру отделяют от насосов и после впуска разрядного газа проводят эксперимент.

4. Возможность дистанционного или автоматического управления, что особенно важно для защитных вентилях.

Некоторые из перечисленных требований противостоят друг другу, в частности требование максимальной герметичности и возможности производить очень большое число закрываний. Очевидно, что высокая герметичность может быть достигнута только в случае, когда для уплотнения применяются сравнительно мягкие металлы, например медь или серебро. Но эти металлы настолько пластичны, что уплотняющие поверхности уже после небольшого числа закрываний так деформируются, что уплотнение сильно ухудшается. С другой стороны, хотя вентили, у которых уплотняющие поверхности изготовлены из твердых металлов, можно использовать большое число раз, они все-таки не совсем герметичны. Хорошо зарекомендовали себя в качестве материала для уплотняющих поверхностей монель и инконель. При использовании конусных уплотнений из этих материалов можно добиться того, чтобы поток через вентиль не превышал  $10^{-10}$  л·тор·сек<sup>-1</sup> на каждый сантиметр периметра уплотнения (по отношению к атмосферному давлению). Необходимое усилие составляет около 250 кг на один сантиметр периметра уплотнения.

По мере увеличения числа закрываний прижимное усилие должно медленно увеличиваться примерно до удвоенного значения, а после 5000—10 000 закрываний необходимо вентиль перебирать и обтачивать уплотняющие поверхности. Поскольку удельное прижимное усилие довольно велико, то изготавливать вентили с механическим управлением можно только при проходном диаметре не более 2 см (максимальная пропускная способность в открытом состоянии составляет несколько десятков литров в секунду). В случае больших вентилях необходимо переходить к гидравлическому управлению (фиг. 129 и 130). Вентили с гидравлическим управлением обладают, кроме того, еще двумя преимуществами:

во-первых, ими можно управлять на расстоянии, во-вторых, их можно прогревать в закрытом состоянии. По-

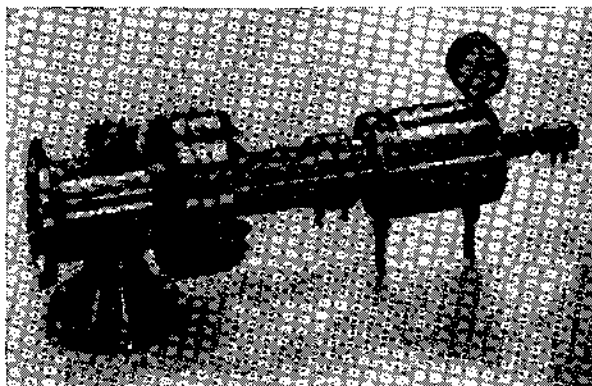


Фиг. 129. Вентиль с гидравлическим приводом (Паркер и Марк [15]).

Уплотнение согласно фиг. 128.

следнее лишь в ограниченной мере допустимо в случае механически управляемых вентилях, так как очень трудно при механическом управлении поддерживать

неизменным прижимное усилие при нагреве. При эксплуатации цельнометаллических вентилях необходимо вообще следить за тем, чтобы прижимное усилие точно контролировалось и не превышало величины, необходи-



Фиг. 130. Гидравлически управляемый вентиль с конусным седлом (Хубер и Тренделенбург [17]).

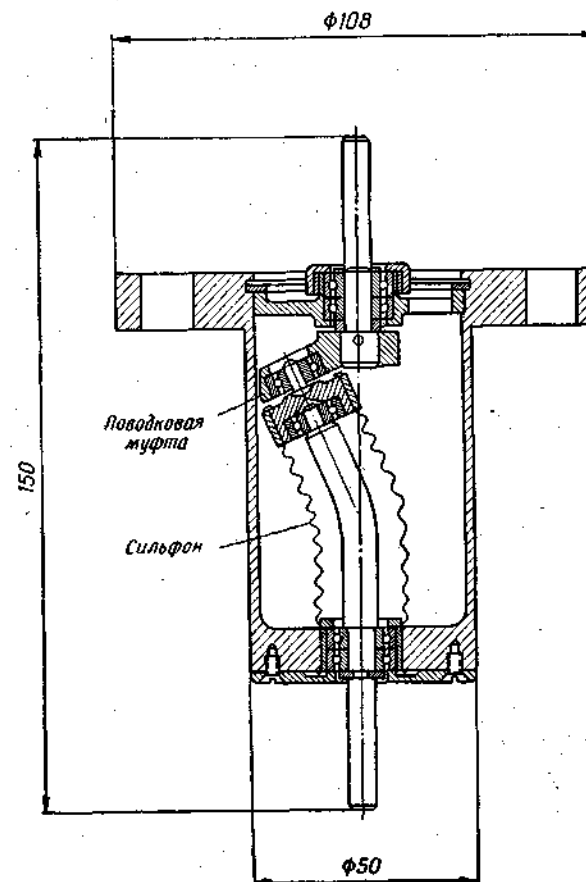
Пропускная способность в открытом состоянии  $140 \text{ л·сек}^{-1}$ ; натекание в закрытом состоянии  $10^{-9} \text{ л·тор·сек}^{-1}$  по отношению к атмосферному давлению.

мой для создания уплотнения. Вследствие износа уплотняющих поверхностей прижимное усилие увеличивается вместе с ростом числа закрываний. Слишком большие прижимные усилия приводят к преждевременному износу.

## 2. ПЕРЕДАЧА ВРАЩАТЕЛЬНОГО ДВИЖЕНИЯ

Следует различать передачу вращательного движения с малой и с большой скоростями. В случае малых скоростей вращения оправдала себя конструкция, изображенная на фиг. 131. Здесь вращательное движение сначала превращается в качающееся движение, которое передается через сильфон внутри аппаратуры, а там опять превращается во вращательное движение. При помощи такого устройства можно передавать довольно значительные вращательные моменты, однако число

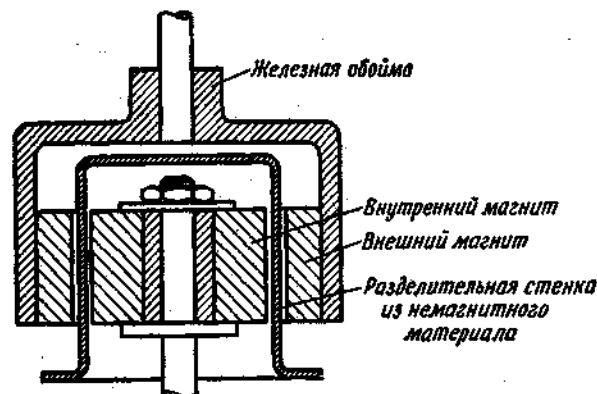
оборотов не очень велико (около 1 об/сек) из-за ограниченного срока жизни сильфона, постоянно подвергающегося изгибу.



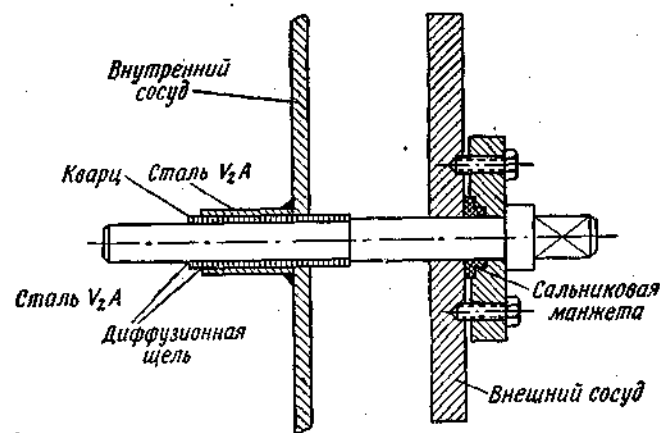
Фиг. 131. Передача вращательного движения с помощью сильфона

Для передачи более быстрых вращательных движений удобнее применять магнитную муфту (фиг. 132), которая может передавать вращательные движения теоретически со сколь угодно высокими скоростями при

весьма ограниченном вращательном моменте (10—100  $\kappa\Gamma \cdot \text{см}$ ). Этот метод передачи вращательного движения вполне пригоден и для сверхвысокого вакуума,



Фиг. 132. Магнитная передача вращательного движения.

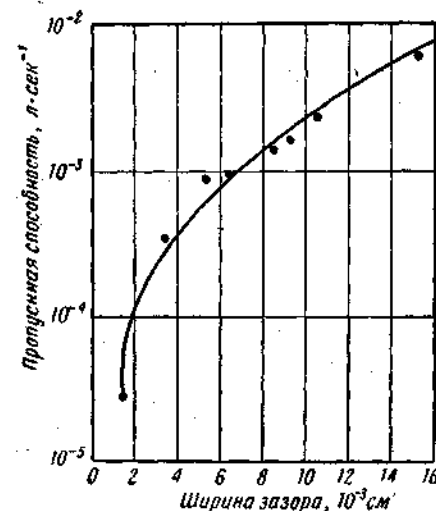


Фиг. 133. Передача вращательного движения в установке с двойными стенками (Кинель и Лоренц [18]).

так как сейчас имеются специальные магниты, выдерживающие нагрев до 500°С.

Для установок с двойными стенками подходит устройство, изображенное на фиг. 133. Здесь между обла-

стями промежуточного и сверхвысокого вакуума допускается зазор, через который может диффундировать газ. На фиг. 134 представлен график зависимости пропускной способности зазора ввода, изображенного на фиг. 133, от его ширины. Видно, что в данном случае требуется высокая точность обработки.

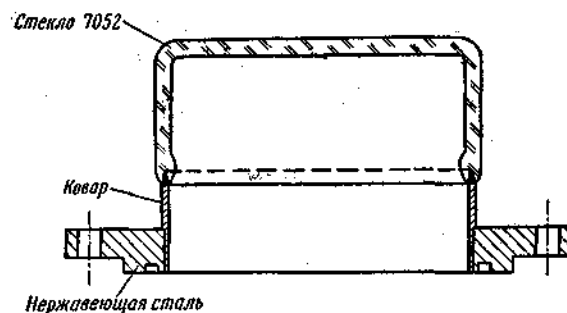


Фиг. 134. Зависимость пропускной способности зазора в устройстве для передачи вращательного движения (см. фиг. 133) от его ширины (Кинель и Лоренц [18]).

Применение вводов вращательного движения в сверхвысокий вакуум затрудняется тем, что до сих пор не удается удовлетворительно решить задачу смазки подшипников в сверхвысоком вакууме. Все известные в настоящее время подшипники по истечении некоторого времени, зависящего от числа циклов прогрева и числа сделанных оборотов, начинают, к сожалению, заедать. Поэтому описанные входы удобны для передачи в сверхвысокий вакуум лишь кратковременных движений; для передачи длительных вращений не существует удовлетворительного решения.

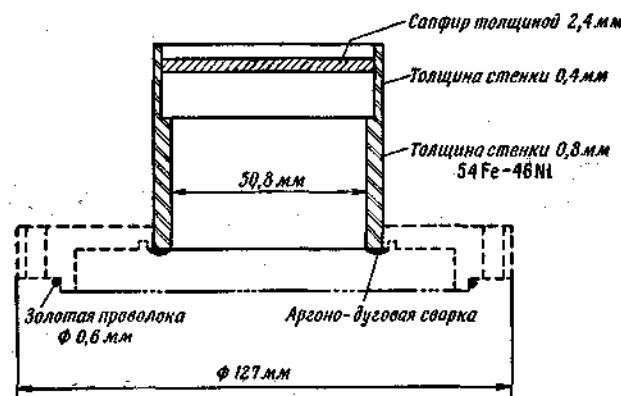
## 3. СМОТРОВЫЕ СТЕКЛА

Для наблюдения применяются смотровые стекла, которые припаиваются к металлическим фланцам подобно



Фиг. 135. Смотровое окно для сверхвысоковакуумных установок.

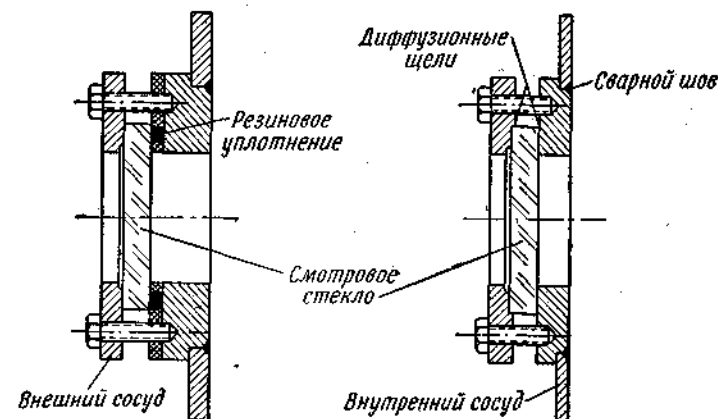
тому, как показано на фиг. 135. Передача в камеру микроволн осуществляется через сапфировые окна. Пример



Фиг. 136. Прогреваемое сапфировое окно (Гроув [7]).

установки такого окна показан на фиг. 136. Здесь сапфир сначала с краев был металлизирован при помощи гидрида титана описанным выше способом, а затем впаян во фланец в атмосфере сухого водорода. Наконец,

на фиг. 137 изображено устройство со смотровым стеклом для установок с двойными стенками.

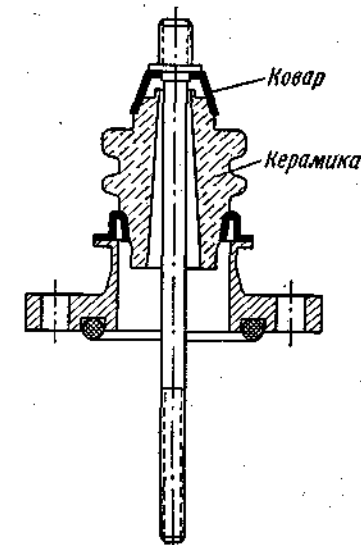


Фиг. 137. Смотровое окно для установок с двойными стенками (Кинель и Лоренц [18]).

## 4. ЭЛЕКТРОВВОДЫ

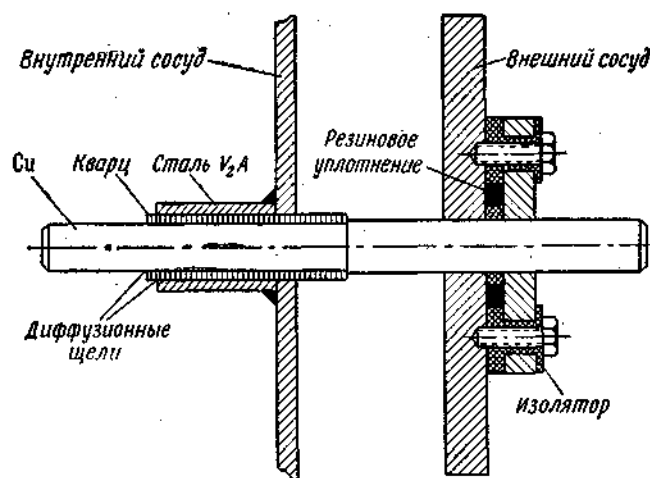
Для ввода небольших токов почти всегда применяют ножки или прессованные впай в стекло, давно уже известные в технике изготовления ламп и поэтому не нуждающиеся в описании. Стекланные части соединяются с металлическим фланцем так, как показано на фиг. 135.

Такие вводы на основе спая стекло — ковар можно применять при силе тока примерно до 100 а. Возможно изготовление коаксиальных вводов для токов высокой частоты. При боль-



Фиг. 138. Прогреваемый сильноточный ввод (фирма „Бальцерс“).

шой силе тока часто применяют металлокерамические вводы (фиг. 138), причем соединение выполняется при



Фиг. 139. Сильноточный ввод для установки с двойными стенками (Кинель и Лоренц [18]).

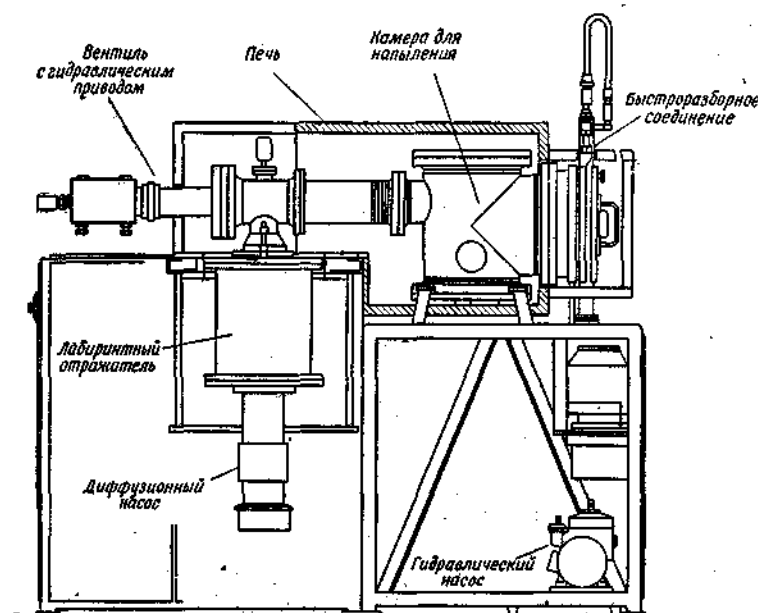
помощи гидрида титана. Наконец, на фиг. 139 изображен сильноточный ввод для установок с двойными стенками.

### § 6. Сверхвысоковакуумные установки

В § 1 говорилось о том, что в настоящее время сверхвысокий вакуум применяется во многих областях. Вместо того чтобы рассматривать примеры для каждой области применения, ограничимся описанием двух типичных сверхвысоковакуумных установок: одной с одинарными стенками, другой — с двойными. В обоих случаях речь будет идти о сверхвысоковакуумных установках для напыления.

Установка с одинарными стенками схематически показана на фиг. 140 [16]. Сверхвысокий вакуум создается здесь масляными диффузионными насосами. Два насоса с номинальной быстротой действия 650 и 170 л·сек<sup>-1</sup>

включены последовательно и соединены с камерой через один лабиринтный отражатель типа показанного на фиг. 85 и клапан (см. фиг. 130). Быстроразборное соединение достигается при помощи конусного уплотнения с торидальным уплотнителем (см. фиг. 125). Быстрота

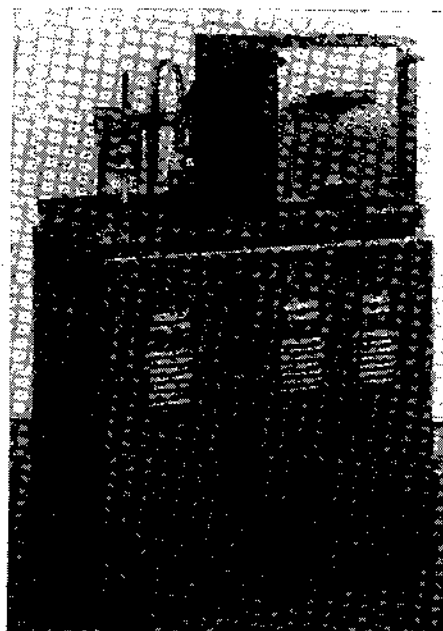


Фиг. 140. Сверхвысоковакуумная установка для напыления с одинарными стенками (Винклер и Тренделенбург [11]).

Диаметр 350 мм; быстрота действия насоса на входе в насос 100 л·сек<sup>-1</sup>; предельный вакуум  $3 \cdot 10^{-10}$  тор.

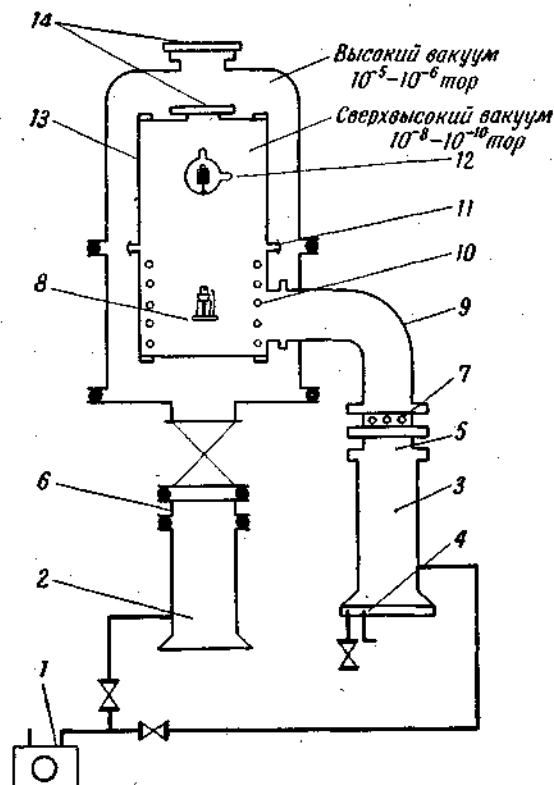
откачки из камеры составляет около 100 л·сек<sup>-1</sup>. Вводы и смотровые стекла аналогичны конструкциям, изображенным на фиг. 131 и 135. Прогрев производится при помощи надвигаемой печи, как показано на фиг. 141. Управление установкой полностью автоматизировано и выполняется программированным устройством на основе реле вакуума и термозащитных элементов. После включения и

задания нужной температуры прогрева установка не требует никакого наблюдения. При мощности печи около 10 кВт нагрев до  $400^{\circ}\text{C}$  продолжается около 2 час. После выключения печи должно пройти еще по крайней мере 2 час, пока установка опять не охладится и будет достигнут сверхвысокий вакуум, т. е. давление будет равно нескольким единицам  $10^{-10}$  тор. Так как установку необходимо еще выдержать при температуре  $400^{\circ}\text{C}$



Фиг. 141. Небольшой сверхвысоковакуумный откачной пост для лабораторных целей с печью для прогрева (фирма „Бальцерс“).

около 2 час, чтобы добиться низкого газовыделения, то получается, что с учетом времени, требуемого непосредственно на напыление и на открывание и закрывание установки, минимальная продолжительность рабочего цикла составляет приблизительно 8 час. Следовательно,

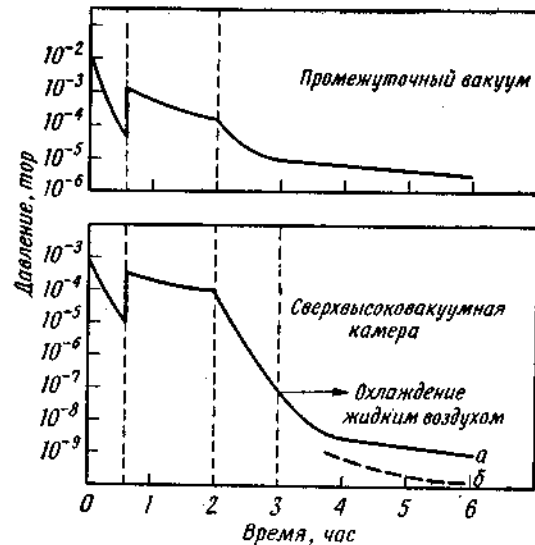


Фиг. 142. Сверхвысоковакуумная установка с двойными стенками (Элерс и Молль [19]).

Предельный вакуум около  $10^{-10}$  тор. Прогрев производится пропусканием электрического тока непосредственно через сверхвысоковакуумную камеру. 1 — механический насос предварительного разрежения; 2, 3 — масляные диффузионные насосы; 4 — быстрое охлаждение; 5, 6 — отражатели с водяным охлаждением; 7 — ловушка глубокого охлаждения; 8, 12 — манометры Байярда — Альперта; 9 — прогреваемое соединение; 10 — ловушка с жидким воздухом; 11 — капиллярное уплотнение; 13 — прогреваемый тонкостенный сосуд; 14 — смотровое окно.

в течение рабочего дня можно провести самое большее два эксперимента, если использовать ночь для прогрева установки.

Типичная установка с двойными стенками изображена на фиг. 142 [17]. Здесь сверхвысокий вакуум до-



Фиг. 143. Временной ход давления в установке с двойными стенками (Элерс и Молль [19]).

а — открытый датчик манометра Байярда — Альперта; б — датчик присоединен через трубку.

стигается всего лишь с одним масляным насосом. Зато применяется охлаждение жидким воздухом, причем, кроме холодной ловушки, в вакуумпроводе имеется охлаждаемый змеевик, расположенный непосредственно в откачиваемом объеме. Это дополнительное охлаждение применяется прежде всего для того, чтобы создать высокую быстроту откачки для водяного пара, проникающего через зазоры из области промежуточного вакуума. Так как вентиль не предусмотрен, то перед впуском воз-

духа в установку приходится каждый раз выключать насосы, что значительно увеличивает продолжительность рабочего цикла. Некоторое сокращение рабочего цикла по сравнению с одностеночной установкой все же достигается за счет того, что внутренняя оболочка прогревается непосредственно пропусканием через нее электрического тока, благодаря чему прогрев занимает значительно меньше времени, чем в случае надвигаемой снаружи печи. На продолжительность охлаждения это не влияет, и потому, как показано на фиг. 143, для достижения сверхвысокого вакуума требуется от 4 до 6 час.

Проведенное сравнение показывает, что в настоящее время нельзя принять однозначного решения в пользу одно- или двухстеночных установок; необходимо продолжать технические разработки в этой области. В пользу конструкций с двойными стенками говорит то, что в этом случае можно обойтись без тяжелых и дорогостоящих сверхвысоковакуумных элементов, а также то, что цикл прогрева при этом несколько короче. Последнее обстоятельство играет тем большую роль, чем больше размеры данной установки.

Например, одностеночную большую камеру для имитации космического пространства невозможно прогреть с помощью надвигаемой печи и охладить в пределах разумного времени. Можно, конечно, представить, что прогрев и охлаждение производятся при помощи наложенных на установку шлангов, через которые пропускают нагретую или охлажденную в теплообменнике жидкость, благодаря чему ускоряется изменение температуры камеры. И все-таки такой метод, по крайней мере для установок с цельнометаллическими фланцами, не кажется целесообразным по следующим причинам: легко предположить, что сверхвысоковакуумные фланцевые соединения, выполненные целиком из металла, лишь тогда остаются плотными в отношении вакуума, когда все части фланца равномерногреваются и поэтому не могут расходиться вследствие различного теплового расширения. (Между прочим, по этой причине желательно отжигать сверхвысоковакуумные детали перед окончательной обработкой, чтобы снизить до



минимума деформации при прогреве.) При использовании правильно сконструированной печи можно сравнительно легко добиться равномерного прогрева. Напротив, в случае применения системы прогрева и охлаждения в виде трубчатых шлангов, когда выравнивание температуры происходит без конвекции внешнего воздуха, а лишь в силу теплопроводности материала, почти невозможно избежать термических напряжений. Хотя двухстеночная конструкция представляет единственное технически возможное решение в случае очень больших установок, все же две причины препятствуют универсальному применению двойных стенок в установках средней величины. Первая уже упоминалась: в таких установках довольно трудно производить изменения. Вторая причина заключается в том, что предельный вакуум в установке с двойными стенками определяется в основном потоком газа через зазоры. Это означает, что нельзя произвольно увеличивать количество вводов и т. п. без опасности увеличить скорость натекания до недопустимо большой величины.

### § 7. Заключение

Из множества известных в настоящее время конструктивных решений и технологических приемов в области сверхвысокого вакуума мы смогли описать лишь небольшую часть. Рассмотрение ясно показало, что сейчас во многих случаях нельзя рекомендовать известные стандартные решения. Это справедливо в отношении как основного принципа механической конструкции сложной установки, так и отдельных ее элементов. Причина такого неудовлетворительного положения заключается прежде всего в том, что в области сверхвысокого вакуума выдвигаются чрезвычайно жесткие требования, в особенности к вакуумной плотности и стойкости к перемене температуры; сочетание этих требований специфично для сверхвысокого вакуума. Следующая причина заключается в том, что дальнейшие технические разработки в области сверхвысокого вакуума лишь в последние годы перешли из рук физиков в руки инженеров, более компе-

тентных в этих вопросах. В то же время в этой области от инженера требуется большое физическое чутье, поскольку в его распоряжении нет достаточно надежных опытных данных. Поэтому, несомненно, пройдет еще немало времени, прежде чем появятся технические решения для всех случаев, которые будут безупречны во всех отношениях, особенно в отношении надежности. Другим словами, сверхвысоковакуумные установки можно изготавливать, хотя и с большими затратами, уже сейчас, и при этом необходимо преодолевать известные технологические трудности.

## Глава 7

# ВВОД В ДЕЙСТВИЕ СВЕРХВЫСОКОВАКУУМНЫХ СИСТЕМ И ОТЫСКАНИЕ НЕИСПРАВНОСТЕЙ

## § 1. Общие замечания

Часто случается, что, несмотря на добросовестное соблюдение всех правил выбора узлов, о которых шла речь в предыдущих разделах книги, все же не удастся сразу после первого прогрева новой сверхвысоковакуумной установки получить ожидаемые результаты. Такая неудача может быть вызвана следующими причинами:

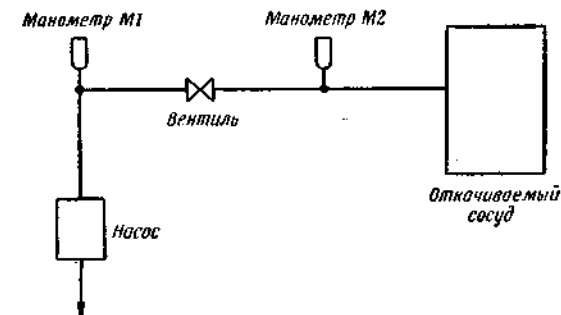
1. Плохо работают насосы. Возможно, например, что неправильно выбрана мощность подогрева диффузионного насоса. Приводимые в каталогах значения мощности подогрева не обязательно являются оптимальными для получения сверхвысокого вакуума. Это особенно относится к тому случаю, когда применяется масло (например, DC 704 или DC 705), для которого изготовитель насоса не приводит значения мощности подогрева, так как не является его поставщиком, а именно это масло является более подходящим для получения сверхвысокого вакуума, чем другие масла, рекомендуемые каталогом. В таких случаях необходимо самим находить оптимальную мощность подогрева насоса.

2. Манометр дает завышенные значения давления. Это может случиться в том случае, если датчик манометра не был достаточно хорошо обезгажен после прогрева установки с использованием средств прогрева электродов датчика, предусмотренных во всех блоках питания сверхвысоковакуумных манометров (электронная бомбардировка или пропускание тока). Такое обезгаживание следует проводить от 30 мин до 1 час. Кроме того, довольно часто в манометрах после продолжи-

тельной работы стеклянные изоляторы у вводов покрываются металлическими слоями, в результате чего возникают токи утечки, ведущие к завышенным показаниям манометра.

3. В установке есть течи. Они либо появились в сварных и паяных соединениях после прогрева, либо являются следствием плохого уплотнения фланцевых соединений.

Мы уже указывали на то, что для определения мест течей весьма желательно установить вентиль между насосом и вакуумной камерой. Правильно сконструированная сверхвысоковакуумная система должна поэтому



Фиг. 144. Принципиальная схема сверхвысоковакуумной установки для отыскания неисправностей.

всегда соответствовать схеме, изображенной на фиг. 144, где по обе стороны вентили имеются манометры. Когда установка не дает желаемых параметров, вентиль закрывают и следят за изменением во времени показаний манометров  $M_1$  и  $M_2$ . При этом возможны следующие случаи:

1. Показания манометра  $M_1$  после перекрытия вентили уменьшаются, а показания манометра  $M_2$  возрастают быстрее, чем можно было ожидать, судя по предварительным опытам или расчетам газовыделения.

Причина: течь в установке.

Меры: отыскать и устранить течь или заменить негерметичные части.

2. Показания манометра  $M_1$  не уменьшаются после перекрытия вентили.

- Причины: а) в манометре  $M_1$  имеется ток утечки;  
 б) имеется течь между вентилем и насосом;  
 в) плохо работают насосы.

Чтобы различить случаи а), б) и в), прежде всего необходимо проверить датчик манометра. Для этого, не изменяя диапазона измерений усилителя и не включая других рабочих напряжений, прекращают электронную эмиссию путем отключения накала катода и устанавливают, имеется ли ток утечки. Если утечки нет, приступают к поискам течи. В данном случае это не занимает много времени, так как между вентилем и откачным устройством течь обычно бывает лишь в одном из немногих соединений. Если поиски течи не дают результатов, нужно изменить мощность подогрева диффузионных насосов. Если и эта мера не поможет, необходимо проверить откачное устройство в соответствии с рекомендациями изготовителя или применить другие насосы.

Сравнительно просто производится отыскание неисправности путем открывания и закрывания вентиля, когда достигнутое в установке давление сильно отличается от ожидаемого. Напротив, если это отклонение не очень велико (например, в 2 или 3 раза), часто бывает трудно сделать однозначное заключение (случай 2, а). В таких случаях целесообразно перед поисками течи сначала еще раз прогреть установку. После такого повторного прогрева скорость газоотделения еще несколько снизится. С другой стороны, течи имеют тенденцию увеличиваться при возрастании продолжительности прогрева и при увеличении числа циклов прогрева, так что возрастает и вероятность их отыскания.

Можно сказать, что подавляющее большинство неполадок в работе сверхвысоковакуумных систем обусловлено течами. Чтобы по возможности уменьшить вероятность возникновения течи в уже собранной установке, желательно перед сборкой все детали подвергать испытанию на течь. В случае больших установок нужно стараться все узлы еще раз проверить перед окончательной сборкой. При этом детали или узлы необходимо перед вторичной проверкой прогреть в вакуумной печи или

в восстановительной атмосфере, так как часто течи возникают после первого же прогрева.

Все перечисленные неисправности могут, конечно, появиться и после длительной эксплуатации установки. Так, например, оптимальная мощность подогрева какого-нибудь диффузионного насоса может измениться вследствие понижения уровня масла в насосе. В результате непрерывного поступления газа может наступить отравление геттеро-ионных насосов, так что с их помощью уже нельзя будет получить низкое давление. Наконец, после повторных прогревов могут возникнуть токи утечки в манометрах или появиться новые течи. Чтобы определить неисправность, следует опять действовать описанным выше образом. Если установка не прогревается в течение длительного времени, давление может повыситься в случае применения масляных диффузионных насосов в результате насыщения ловушки и проникновения вследствие этого в камеру рабочей жидкости. Для проверки желательно в установке заранее предусмотреть в подходящем месте холодную ловушку или охлаждаемый отросток, даже если это и не требуется для работы аппаратуры. Если после продолжительной работы установки давление повысится, эту ловушку охлаждают каким-либо охлаждающим средством. Если сразу же после охлаждения давление сильно понизится, можно быть уверенным, что в камеру попали молекулы рабочей жидкости, поэтому необходимо очистить аппаратуру и отражатели путем прогрева. Если эта мера не принесет успеха, причину следует искать в том, что у насосных агрегатов с двумя диффузионными насосами, соединенными последовательно, по какой-либо причине вышел из строя промежуточный насос, в результате чего продукты крекинга из механического насоса могут попадать в сверхвысоковакуумную камеру.

## § 2. Отыскание течей

### 1. Отыскание течей при помощи масс-спектрометра

В области сверхвысокого вакуума универсальными течеискателями могут быть только приборы, основанные на принципе масс-спектрометра. Мы не будем занимать

ся их описанием [1]; отметим только, что это приборы, настроенные, как правило, постоянно на гелий и обладающие очень высокой чувствительностью. Применение гелия обусловлено двумя причинами:

1. Масса атома гелия очень мала ( $M/e=4$ ), следовательно, относительное расстояние  $M/\Delta M$  между пиком гелия и соседним пиком ( $HD$ ,  $M/e=3$ ) велико. Благодаря этому можно ограничиться небольшой разрешающей способностью, которая у всех магнитных масс-спектрометров пропорциональна величине  $M/\Delta M$ , и получить тем самым выигрыш в чувствительности.

2. Пик с  $M/e=4$  свободен от фона.

Напротив, водород, например, нельзя применять в качестве пробного газа, поскольку он всегда присутствует в аппаратуре как остаточный газ. В случае других газов всегда приходится считать с тем, что на пик пробного газа будут накладываться пики одно- или многократно заряженных ионов углеводородов. Поэтому почти все масс-спектрометрические теченскатели заранее настраиваются на пик гелия, что, конечно, значительно облегчает изготовление прибора.

Масс-спектрометрические теченскатели характеризуются теми же параметрами, что и аналитические масс-спектрометры. Применяемая терминология уже приводилась нами в гл. 4, § 3, п. 1, и мы ограничимся лишь тем, что укажем типичные значения параметров для приборов, имеющих в продаже.

1. Минимальное регистрируемое давление  $P_{\min}$  составляет  $10^{-10}$ — $10^{-12}$  тор. Его можно было бы еще снизить, применив умножитель для регистрации ионов, но пока таких приборов в продаже нет.

2. Верхний предел давлений  $P_{\max}$  около  $10^{-4}$  тор.

3. Газоаналитическая чувствительность  $(P_p/P_t)_{\min}$   $10^{-3}$ — $10^{-4}\%$ . Нег принципиальной причины, препятствующей увеличению этого параметра до значений, характерных для аналитических приборов (около  $10^{-6}\%$ )<sup>1)</sup>.

4. Диапазон масс в данном случае несуществен.

<sup>1)</sup> Газоаналитическая чувствительность отечественного теченскателя ПТИ 6 составляет  $10^{-5}\%$ . — Прим. ред.

5. Разрешающая способность  $M/\Delta M=10$ — $20$ . Этой величины достаточно, чтобы получить нужное отделение гелия от соседних пиков даже в том случае, когда эти соседние пики имеют большую интенсивность (например,  $H_2$ ).

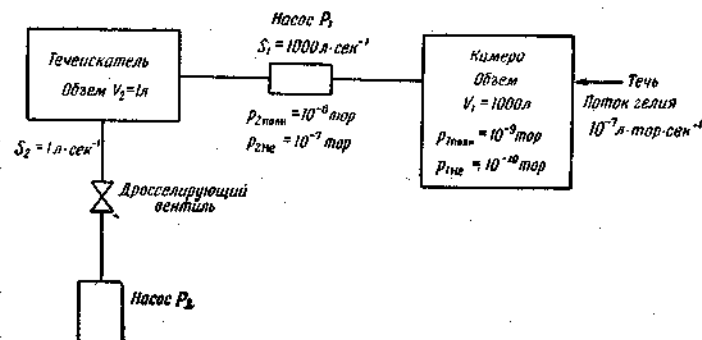
По поводу часто применяющегося термина «минимальный регистрируемый поток» необходимо сделать следующее критическое замечание. Так как величину натекания измеряют в  $л \cdot \text{тор} \cdot \text{сек}^{-1}$ , то в этих же единицах выражают и минимальный регистрируемый поток. Это может привести к недоразумению. На самом деле любой масс-спектрометр измеряет парциальные давления, а для вычисления потока в  $л \cdot \text{тор} \cdot \text{сек}^{-1}$  необходимо знать эффективную быстроту откачки. Если же принять поток за непосредственно определяемую величину, то путем изменения быстроты откачки (например, посредством дросселирования вентилем) можно получить сколь угодно высокое значение чувствительности, которое, однако, совершенно не будет характеризовать данный прибор. Однако уже работа самого теченскателя требует определенной минимальной быстроты откачки. Помимо этого, некоторая необходимая быстрота откачки однозначно определяется условиями данного испытания на течь, а именно полным потоком газа из испытуемого объекта. Если обозначить эту быстроту откачки через  $S_{\min}$ , то минимальную обнаруживаемую величину натекания можно выразить формулой

$$Q_{L_{\min}} = S_{\min} P_{\min}. \quad (62)$$

Из сказанного следует, что необходимо очень осторожно подходить к оценке чувствительности приборов промышленного производства, когда она выражается в виде минимального регистрируемого потока. Если указывается быстрота откачки, при которой была измерена эта величина, можно вычислить минимальное регистрируемое парциальное давление, которое уже можно использовать для сравнения. Если же значение быстроты откачки не указано, невозможно оценить относительную или абсолютную чувствительность данного прибора.

Необходимо обратить внимание еще на следующее обстоятельство: как уже указывалось, масс-спектроме-

трические теченскатели работают лишь при полном давлении ниже  $10^{-4}$  тор. Если течь настолько велика, что полное давление в аппаратуре превышает это значение, необходимо часть газового потока откачивать отдельным насосом и присоединять теченскатель к аппаратуре через дросселирующий вентиль. При этом, правда, снижается чувствительность; однако в данном случае это



Фиг. 145. Компрессионный метод повышения чувствительности теченскателя.

не очень важно, так как течь, по-видимому, очень велика и ее можно обнаружить и при пониженной чувствительности. И напротив, величина течи может быть настолько мала, что ее нельзя обнаружить, не прибегая к специальным приемам. В этом случае целесообразно применить компрессионный метод, схема которого показана на фиг. 145.

В приведенном примере парциальное давление гелия в аппаратуре составляет всего лишь  $10^{-10}$  тор. Это давление близко к минимальному регистрируемому давлению многих коммерческих теченскателей. Если такой теченскатель присоединить к выходному патрубку диффузионного насоса и уменьшить быстроту откачки теченскателя при помощи вентиль, можно в данном примере повысить парциальное давление гелия в месте измерения до  $10^{-7}$  тор и в то же время сохранить полное давление значительно ниже верхнего допустимого предела. В этом примере не учитывалось собственное газовыделе-

ние теченскателя. На практике оно учитывается, поскольку быстроту откачки теченскателя никогда не снижают до величины  $10^{-2}$  л·сек $^{-1}$ , которая допускается по приближенному расчету. Могут возразить, что такой же эффект получается, если присоединить теченскатель непосредственно к испытываемому объекту и уменьшить быстроту откачки до  $S_L = 1$  л·сек $^{-1}$ . Это возражение справедливо в отношении баланса давлений, но оно не учитывает постоянных времени вакуумной системы. Легко понять, что установление места течи возможно только в том случае, когда пробный газ, попадающий в аппаратуру при ее обдувании, быстро удаляется из нее или, иными словами, когда можно обнаружить точное местоположение течи путем наблюдения изменения отсчета прибора во времени. В рассматриваемом примере в случае применения компрессионного метода общая постоянная времени системы

$$\tau = \tau_1 + \tau_2 = \frac{V_1}{S_1} + \frac{V_2}{S_2} = \frac{1000}{1000} + \frac{1}{1} = 2 \text{ сек},$$

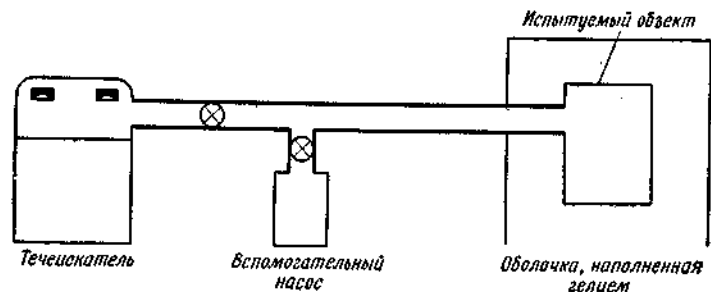
а при непосредственном присоединении теченскателя и снижении быстроты откачки до  $S'_1 = 1$  л·сек $^{-1}$  постоянная времени возросла бы до совершенно неприемлемого значения

$$\tau = \frac{V_1}{S'_1} = \frac{1000}{1} = 1000 \text{ сек}.$$

Компрессионный метод, кроме того, имеет то преимущество, что испытываемый объект можно прогревать и, таким образом, работать в условиях сверхвысокого вакуума, т. е. с незначительным газоотделением стенок (которое определяет суммарный поток газа через насос), не прогревая самого теченскателя.

Как уже упоминалось, отдельные детали или узлы сверхвысоковакуумной установки целесообразно проверять перед сборкой. При такой проверке следует различать предварительное испытание на герметичность и отыскание места течи. Предварительное испытание проводят по методу гелиевой камеры (фиг. 146). Испытуемые детали на время уплотняют и откачивают через теченскатель. В оболочку, окружающую испытываемый объ-

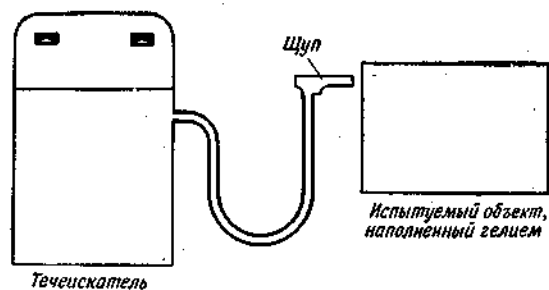
ект (изготовленную, например, из пластика), впускают гелий и наблюдают, имеется ли течь. Если течи нет, деталь можно использовать. Если же течь имеется, то требуется сначала решить, что целесообразнее: заменить



Фиг. 146. Обнаружение течи методом гелиевой камеры (Бриггс и др. [1]).

деталь или отремонтировать ее. Если вопрос решается в пользу ремонта, необходимо искать место течи.

Если течь очень велика, часто применяют метод щупа (фиг. 147). В этом случае испытуемый объект напол-

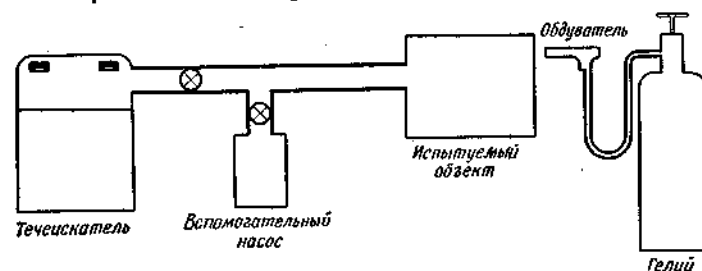


Фиг. 147. Отыскание течи методом щупа (Бриггс и др. [1]).

няют гелием под избыточным давлением и обследуют снаружи щупом, через который выходящий из щели газ поступает в масс-спектрометр. При этом, конечно, давление газа при помощи отдельного насоса понижается до максимально допустимого для течеискателя. Если течь

мала, для определения ее местоположения деталь откачивают через течеискатель и обдувают снаружи гелием при помощи пистолета-обдувателя (фиг. 148).

Приведенные методы течеискания, в особенности последний, пригодны также для испытания уже собранной установки, причем иногда для повышения чувствительности применяют компрессионный метод, показанный на



Фиг. 148. Отыскание течи методом обдувания (Бриггс и др. [1]).

фиг. 144. Это особенно легко сделать в случае откачного поста с двумя последовательно включенными диффузионными насосами. В таком случае течеискатель присоединяют между диффузионными насосами.

## 2. ТЕЧЕИСКАНИЕ С ПОМОЩЬЮ МАНОМЕТРОВ

Часто по каким-либо причинам нельзя применить масс-спектрометрический течеискатель. Возможны, например, случаи, когда трудно присоединить течеискатель к работающей установке, в которой предполагается течь, так как для этого необходимо прервать работу насоса. В этих случаях для обнаружения течи можно использовать тот факт, что чувствительность ионизационных манометров зависит от рода газа (см. фиг. 26). Так, например, у ацетона вероятность ионизации в несколько раз выше, чем у постоянных газов. Основанный на этом явлении метод обнаружения течи заключается в том, что подозреваемое место опрыскивают ацетоном и наблюдают за показаниями вакуумметра, измеряющего полное давление. Когда струя ацетона попадает на течь, ацетон проникает в аппаратуру и благодаря высокой ве-

ростности ионизации вызывает кажущееся увеличение давления (в случае электроразрядных насосов разрядный ток можно непосредственно использовать для индикации течи [2]).

Чувствительность этого метода зависит от двух факторов, а именно:

1) от того, является ли данная течь единственной в аппаратуре, иначе говоря, обусловлено ли увеличение общего давления в аппаратуре, а также изменение показаний манометра проникновением ацетона исключительно через данную течь;

2) от соотношения между полным давлением, быстротой откачки и величиной течи.

Последний фактор можно пояснить следующим образом: полное давление в аппаратуре перед попаданием в нее ацетона равно

$$P_1 = \frac{Q_L + \bar{Q}}{S} + P_B, \quad (63)$$

где  $Q_L$  — поток натекания, а  $\bar{Q}$  — сумма всех других газовых потоков. Увеличение чувствительности манометра в  $n > 1$  раз при замене воздуха ацетоном феноменологически эквивалентно замене потока воздуха через течь  $Q_L$  потоком ацетона

$$Q'_L = nQ_L.$$

Тогда давление после проникновения в установку ацетона можно выразить в виде

$$P_2 = \frac{Q'_L + \bar{Q}}{S} + P_B, \quad (64)$$

а кажущееся увеличение давления

$$P_2 - P_1 = \Delta P = \frac{1}{S} (Q'_L - Q_L). \quad (65)$$

Отсюда следует (так как  $Q'_L = nQ_L$ ), что минимальное обнаруживаемое натекание

$$Q_{L_{\min}} = \frac{\Delta P_{\min} S}{n - 1}. \quad (66)$$

Чувствительность этого метода можно проиллюстрировать следующими двумя численными примерами:

1. Допустим, что можно зарегистрировать разницу в показаниях вакуумметра  $\Delta P_{\min} = 10^{-9}$  тор. Пусть, далее, быстрота откачки равна  $1000 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$ ; коэффициент  $n$  в этом и в следующем примере примем равным 10. Разницу в быстроте откачки воздуха и ацетона, определяемую коэффициентом  $\sqrt{M_{\text{воздух}}}/\sqrt{M_{\text{ацетон}}}$ , можно не учитывать, так как этот же коэффициент определяет отношение потоков воздуха и ацетона через течь. Тогда минимальная обнаруживаемая течь будет равна

$$Q_{L_{\min}} = \frac{10^{-9} \cdot 10^3}{9} \approx 10^{-7} \text{ л} \cdot \text{тор} \cdot \text{сек}^{-1}.$$

2. Пусть минимальная регистрируемая разница давлений  $\Delta P_{\min} = 10^{-11}$  тор, быстрота откачки  $S = 1 \text{ л} \cdot \text{сек}^{-1}$ . В этом случае минимальная обнаруживаемая течь равна

$$Q_{L_{\min}} = \frac{10^{-11} \cdot 1}{9} \approx 10^{-12} \text{ л} \cdot \text{тор} \cdot \text{сек}^{-1}.$$

Таким образом, чувствительность этого метода сильно зависит от параметров аппаратуры.

В случае смонтированной установки этим методом всегда можно обнаружить течь, которая заметным образом влияет на давление в установке. В меньшей степени этот метод подходит для проверки деталей, так как детали обычно проверяются в условиях, весьма сильно отличающихся от условий работы в действующей установке (иная быстрота откачки, иное давление).

### § 3. Заключение

Предыдущие замечания могут создать впечатление, что ввод в действие сверхвысоковакуумной аппаратуры сопряжен с очень большими трудностями. Действительно, всегда необходимо считаться с тем, что вначале могут иметь место какие-либо неисправности. Однако, если при отыскании неисправностей следовать изложенным выше правилам, можно ввести в действие установку за сравнительно короткое время. Число неисправно-

стей после их устранения и повторного прогрева аппаратуры, как правило, быстро уменьшается. Если при изготовлении установки тщательно соблюдать рассмотренные рекомендации, она выдержит большое число циклов прогрева (25—100 циклов), прежде чем появятся новые неисправности, в частности во фланцевых соединениях. Если отказы в работе начнут учащаться, лучше всего не устранять каждую неисправность в отдельности, а полностью перебрать установку, заново отполировать уплотняющие поверхности фланцев и заменить металлические уплотнения. После приобретения известного опыта эту работу можно даже на больших установках выполнять в течение нескольких дней.

## Глава 8

## ПРИЛОЖЕНИЕ

## § 1. Список наиболее важных физических величин

1) Давление ( $P$ )

$$1 \text{ тор} = 1,33 \text{ дин} \cdot \text{см}^{-2} = 1,316 \cdot 10^{-3} \text{ атм.}$$

2) Количество газа ( $Q$ )

$$1 \text{ тор} \cdot \text{л} = 3,30 \cdot 10^{19} \text{ частиц.}$$

3) Число частиц в единице объема ( $n$ )

$$n = 9,65 \cdot 10^{18} \cdot \frac{P}{T} \text{ см}^{-3} \quad (P \text{ тор, } T^{\circ}\text{K})$$

при комнатной температуре  $n = 3,53 \cdot 10^{16} \cdot P \text{ см}^{-3}$ .

4) Число ударов о единицу поверхности стенки ( $\nu$ )

$$\nu = 3,5 \cdot 10^{22} \cdot \frac{P}{\sqrt{MT}} \text{ см}^{-2}$$

для воздуха ( $M=29$ ) при комнатной температуре ( $293^{\circ}\text{K}$ )

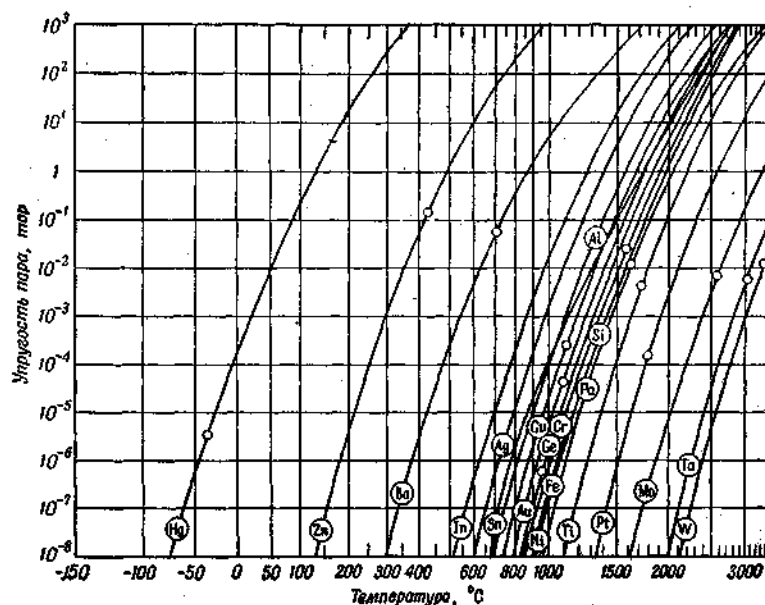
$$\nu = 3,75 \cdot 10^{20} \cdot P \cdot \text{см}^{-2}.$$

5) Число частиц в монослое на  $1 \text{ см}^2$  ( $N$ )

$$N \approx 3 \cdot 10^{14} \approx 10^{-5} \text{ тор} \cdot \text{л.}$$



## § 2. Зависимость давления насыщенного пара от температуры для различных материалов



## ЛИТЕРАТУРА

### Общая литература

### ТЕХНИКА ВЫСОКОГО ВАКУУМА

- Buch S., Einführung in die allgemeine Vakuumtechnik, Stuttgart, 1962.
- Diels K., Jaeckel R., Leybold Vakuum-Taschenbuch, Berlin—Göttingen—Heidelberg, 1958.
- Dushman S., Scientific Foundations of Vacuum Technique, 2nd ed., New York, 1962. (См. перевод 2-го издания: С. Дэшман, Научные основы вакуумной техники, изд-во «Мир», 1964.)
- Espe W., Werkstoffkunde der Hochvakuumtechnik; Bd. 1: Metalle und metallisch leitende Werkstoffe, 1959; Bd. 2: Silikatwerkstoffe, 1960; Bd. 3: Halbleitendwerkstoffe, Berlin, 1961. (См. перевод: В. Эспе, Металлы и материалы с металлической проводимостью, т. I, М.—Л., 1962; В. Эспе, Технология электровакуумных материалов, т. II, М.—Л., 1962.)
- Heinze W., Einführung in die Vakuumtechnik, Berlin, 1955. (См. перевод: В. Гейнце, Введение в вакуумную технику, т. I, Физические основы вакуумной техники, М.—Л., 1960.)
- Holland-Merten E. L., Handbuch der Vakuumtechnik, Grundlagen der Vakuumverfahrenstechnik, Halle, 1953.
- Holland-Merten E. L., Vakuumpumpen in der Verfahrenstechnik, Halle, 1951.
- Jaeckel R., Kleinste Drucke, ihre Messung und Erzeugung, Berlin—Göttingen—Heidelberg, 1950. (См. перевод: Р. Яккель, Получение и измерение вакуума, М., 1962.)
- Laporte H., Hochvakuum, Seine Erzeugung, Messung und Anwendung im Laboratorium, Halle, 1955.
- Laporte H., Vakuummessungen, Halle, 1955.
- Leck J. H., Pressure Measurement in Vacuum Systems, London, 1957.
- Mönch G., Neues und Bewährtes aus der Hochvakuumtechnik, Halle, 1961.
- Müller K., Vakuumtechnische Berechnungsgrundlagen, Hanau, 1961.
- Pirani M., Yarwood J., Principles of Vacuum Engineering, London, 1961.
- Pupp W., Vakuumtechnik, Teil I: Grundlagen. Thieme Taschenbücher, Bd. 8. München, 1962.
- Reimann A. L., Technique du Vide, Paris, 1956.
- Steyskal H., Arbeitsverfahren in der Hochvakuumtechnik, Technologie der Elektronenröhren, Mosbach, 1955.

- Wagner G., Erzeugung und Messung von Hochvakuum. Aufbau und Betrieb von Hochvakuumaggregaten, Wien, 1950.  
 Yarwood J., Hochvakuumtechnik, 3. Auflage Charlottenburg, 1955. (См. перевод: Д. Ярвуд, Техника высокого вакуума, М.—Л., 1960.)  
 Yarwood J., High Vacuum Technique, London, 1961.

## ТЕХНИКА СВЕРХВЫСОКОГО ВАКУУМА

- Adam H., Ultrahochvakuumtechnik, Erzeugung und Messung sehr niedriger Drücke, Köln, Bayental, 1961.  
 Alpert D., Handbuch der Physik, Bd. 12 (обзор).  
 Kirchner F., Tagungsbuch der Physikertagung München, Mosbach, 1956.  
 Trendelenburg E. A., Tagungsbuch der Physikertagung Wiesbaden, Mosbach, 1960.  
 Trendelenburg E. A., Fortschritte auf dem Ultrahochvakuumgebiet, Phys. Bl., 1963 (в печати).

## Цитированная литература

## К ГЛАВЕ I

1. Nottingham B. W. B., Journ. Appl. Phys., 8, 762 (1937).
2. Dillon B. J. A., Farnsworth H. E., Journ. Appl. Phys., 29, 1195 (1958).
3. Good R. H., Müller E. W., Handbuch der Physik, Bd. 21 (обзор).
4. Günther K. G., Naturwiss., 45, 415 (1958).
5. Bremer J. W., Superconductive Devices, New York, 1962. (См. перевод: Дж. Бремер, Сверхпроводящие устройства, изд-во «Мир», 1964.)
6. Kruithof A. A., Penning F. M., Physika, 4, 430 (1937).
7. Simon A., An Introduction to Thermonuclear Research, London, 1959.
8. Spitzer L., Astrophys. Journ., 95, 239 (1942).
9. Kerst D. H. et al., Phys. Rev., 102, 590 (1956).
10. O'Neill G., Phys. Rev., 102, 1418 (1956).
- 11<sup>1)</sup> Simons J. C., Vac. Symp. Trans., 6, 48 (1959).
12. Caswell H. L., Journ. Appl. Phys., 32, 105 (1961).

<sup>1)</sup> Здесь и ниже сохранена система ссылок автора, часто используемая в цитированной литературе в статьях по вакуумной технике. В данном случае автор имеет в виду труды шестого симпозиума по вакуумной технике, состоявшегося в США в 1959 г. (труды изданы в 1960 г. издательством «Пергамон пресс»). Полное название издания трудов этого регулярно созываемого симпозиума (например, для указанного в ссылке [11]) следующие: 1959 Transactions of the sixth National Vacuum Symposium of the American Vacuum Society, Pergamon Press, 1960, p. 48. — Прим. ред.

## К ГЛАВЕ 2

1. Dushman, Scientific Foundations of Vacuum Technique, 2nd ed., New York, 1962. (См. перевод: С. Дэшман, Научные основы вакуумной техники, изд-во «Мир», 1964.)
2. Jaeckel R., Kleinste Drucke, ihre Messung und Erzeugung, Berlin—Göttingen—Heidelberg, 1950. (См. перевод: Р. Яккель, Получение и измерение вакуума, М., 1962.)
3. Yarwood J., High Vacuum Technique, London, 1961.
4. Yarwood J., Hochvakuumtechnik, Charlottenburg, 1955. (См. перевод: Д. Ярвуд, Техника высокого вакуума, М.—Л., 1960.)
5. Knudsen M., Ann. Phys., 31, 205 (1910).
6. Kraus T., Vac. Symp. Trans., 6, 204 (1959).
7. Ho T. L., Physics, 2, 386 (1932).
8. Gaede W., Ann. Phys., 41, 353 (1913).
9. Becker W., Vak. Techn., 7, 150 (1958).
10. Gaede W., Ann. Phys., 46, 357 (1915).
11. Jaeckel R., Vacuum, 9, 209 (1959).
12. Jaeckel R., Vacuum, 9, 147 (1959).
13. Venema A., Vacuum, 9, 54 (1959).
14. Matricon M., Journ. Phys. Rad., 3, 127 (1932).
15. Dayton B., Rev. Sci. Instr., 11, 793 (1958).
16. Hengevoss J., Huber W. K., Vacuum, 13, 1 (1963).
17. Pupp W., Lehrgangshandbuch Vakuumtechnik, Düsseldorf, 1962.
18. Buckley O. E., Proc. Nat. Acad. Sci. US, 2, 683 (1916).
19. Compton K. T., van Voorhis C. C., Phys. Rev., 27, 724 (1926).
20. Haefler R., Ergebnisse der Hochvakuumtechnik und der Physik dünner Schichten, Stuttgart, 1957, S. 116.

## К ГЛАВЕ 3

1. Norton F. J., Vac. Symp. Trans., 8, 8 (1961).
2. Eschbach H. L., Jaeckel R., Zs. Naturforsch., 15a, 268 (1960).
3. Norton F. J., Journ. Appl. Phys., 24, 499 (1953).
4. Dowden D., Chemisorption, 1957, London; Nasini A. G., Ricca F., Vac. Symp. Trans., 8, 160 (1961).
5. Hobson J. P., Vac. Symp. Trans., 8, 26 (1961).
6. Dayton B., Vac. Symp. Trans., 8, 42 (1961).
7. Fischhoff F. et al., Le Vide, 17, 195 (1962).
8. Varadi P., Vac. Symp. Trans., 7, 149 (1960). (См. перевод в сб. «Современная вакуумная техника», ИЛ, 1963.)
9. Flecken F. A., Nöller H. G., Vac. Symp. Trans., 8, 58 (1961).
10. Redhead P. A., Vac. Symp. Trans., 5, 148 (1958).
11. Klopfer A., Vac. Symp. Trans., 6, 27 (1959).
12. Becker J. A., Advances in Catalysis, vol. VII, New York, 1955. (См. перевод в сб. «Катализ. Электронные явления», т. 7, 1959.)
13. Dushman S., Scientific Foundation of Vacuum Technique, 2nd ed., New York, 1962. (См. перевод: С. Дэшман, Научные основы вакуумной техники, изд-во «Мир», 1964.)

14. Clausing P., Ann. Phys., 7, 489 (1930).
15. Kirchner F., Zs. Angew. Phys., 11, 167 (1959).
16. Haefer R. A., Hengevoss J., Vac. Symp. Trans., 7, 67 (1960). (См. перевод в сб. «Современная вакуумная техника», ИЛ, 1963.)
17. Blears J., Proc. Roy. Soc., 188, 62 (1946).
18. Haefer R. A., Hengevoss J., Vacuum, 13, 123 (1963).
19. Eschbach H. L., Advances in Vacuum Science and Technique, Pergamon Press, 1960, p. 374.
20. Redhead P. A., Vac. Symp. Trans., 6, 148 (1958).

## К ГЛАВЕ 4

1. Nottingham W., MIT Conference on Physical Electronics, 1947.
2. Bayard R. T., Alpert D., Rev. Sci. Instr., 21, 571 (1950).
3. Huber W. K., Interner Bericht Balzers AG (готовится к печати).
4. Redhead P. A., Rev. Sci. Instr., 31, 343 (1960).
5. Venema A., Bandringa R., Phil. Techn. Rev., 20, 145 (1958).
6. Schütze H. J., Stork F., Vac. Symp. Trans., 9, 431 (1962).
7. Plücker J., Ann. Phys., 105, 84 (1858).
8. Meyeren W., Zs. Phys., 91, 727 (1934).
9. Varnerin L., Carmichael J., Journ. Appl. Phys., 28, 913 (1957).
10. Cobic B., Carter G., Leck J. H., Vacuum, 11, 247 (1961).
11. Redhead P. A., Vac. Symp. Trans., 7, 108 (1960).
12. Lee D., Tomaschke H., Alpert D., Vac. Symp. Trans., 8, 151 (1961).
13. Alpert D., Le Vide, 17, 19 (1962).
14. Langmuir I., Journ. Am. Chem. Soc., 37, 1139 (1915).
15. Blears J., Proc. Soc., 188, 62 (1946).
16. Clausing P., Ann. Phys., 7, 489 (1930).
17. Haefer R. A., Hengevoss J., Vac. Symp. Trans., 7, 67 (1960); Vacuum, 13, 123 (1963).
18. Cobic B., Carter G., Leck J. H., Vacuum, 11, 247 (1961).
19. Penning F. M., Physica, 4, 71 (1937).
20. Haefer R. A., Acta Phys. austr., 9, 200 (1955).
21. Redhead P. A., Vac. Symp. Trans., 5, 148 (1958).
22. Barnes B. et al., Rev. Sci. Instr., 31, 608 (1960).
23. Lafferty J., Vac. Symp. Trans., 7, 97 (1960).
24. Klopfer A., Vac. Symp. Trans., 8, 439 (1961).
25. Riemersma H. et al., Vac. Symp. Trans., 7, 92 (1960).
26. Nier A. O., Rev. Sci. Instr., 18, 398 (1947).
27. Reynolds J. H., Rev. Sci. Instr., 27, 928 (1956).
28. Bleakney W., Hipple J., Phys. Rev., 53, 521 (1938).
29. Lange W., UHV-Research in Support of the Thermonuclear Power Program; Scientific Paper 403, FF, 312, Pt. 1, Westinghouse Res. Labs., Pittsburgh, Pa.
30. Redhead P. A., Kornelsen E. V., Vak. Techn., 10, 31 (1961).
31. Sommer H. et al., Phys. Rev., 82, 697 (1951).

32. Alpert D., Buritz R. S., Journ. Appl. Phys., 25, 202 (1954).
33. Paul W., Steinwedel H., Zs. Naturforsch., 8a, 448 (1953).
34. Günther K. G., Vak. Techn., 9, 232 (1960).
35. Davis W. D., Vanderslice T. A., Vac. Symp. Trans., 7, 417 (1960).
36. Huber W. K., Trendelenburg E. A., Vac. Symp. Trans., 8, 592 (1961).
37. Klopfer A., Schmidt W., Vacuum, 10, 363 (1960); Klopfer A., Zs. Angew. Phys., 13, 490 (1961).
38. Jahn P., Zähringer J., Vak. Techn., 10, 138 (1961).
39. Allen J. S., Rev. Sci. Instr., 18 739 (1947).
40. Becker J. A., Advances in Catalysis, vol. VII, New York, 1955.
41. Haefer R. A., Vak. Techn., 9, 37 (1960).
42. Germer L. H., Hartmann C. D., Journ. Appl. Phys., 31, 2085 (1960).
43. Apker L., Ind. Eng. Chem., 40, 846 (1948).
44. Redhead P., Vac. Symp. Trans., 6, 12 (1959).
45. Hengevoss J., Huber W. K., Vak. Symp. Trans., 8, 1332 (1961).
46. Schwarz H., Zs. Phys., 122, 437 (1944).
47. Brown E., Leck J., Brit. Journ. Appl. Phys., 6, 161 (1955).
48. Carmichael J., Trendelenburg E. A., Journ. Appl. Phys., 29, 1570 (1958).
49. Wehner G., Vac. Symp. Trans., 8, 239 (1961).
50. Lange W., Riemersma H., Vac. Symp. Trans., 8, 167 (1961).
51. Mayer H., Vac. Symp. Trans., 7, 279 (1960); Zs. Phys., 147, 499 (1957).
52. Sauerbrey G., Zs. Phys., 155, 206 (1959).
53. Behrnt K. H., Love R. W., Vac. Symp. Trans., 7, 87 (1960).
54. Varnerin L., Carmichael J., Journ. Appl. Phys., 26, 782 (1955).
55. Reich G., Vac. Symp. Trans., 7, 112 (1960).
56. Ames I., Christensen R. L., Vac. Symp. Trans., 6, 311 (1959).
57. Becker J. A., Hartman C. D., Journ. Chem. Phys., 17, 157 (1953).
58. Eisinger J., Journ. Chem. Phys., 30, 410 (1959).
59. Ehrlich G., Journ. Chem. Phys., 34, 39 (1961).
60. Schlier R., Journ. Appl. Phys., 29, 1162 (1961).
61. Illinois-Lee D., Tomaschke H., Alpert D., Vac. Symp. Trans., 8, 163 (1961).
62. Riemersma H. et al., Vac. Symp. Trans., 7, 92 (1960).
63. Huber W. K., Trendelenburg E. A., Vac. Symp. Trans., 8, 592 (1961).
64. Nottingham W., Vac. Symp. Trans., 8, 494 (1961).
65. Charles D., Warnecke R., Vac. Symp. Trans., 6, 34 (1959).
66. Lichtman D., Hebling A., Vac. Symp. Trans., 7, 187 (1960).
67. Colligon J., Leck J., Vac. Symp. Trans., 8, 275 (1961).
68. Mizushima K., Vac. Symp. Trans., 7, 273 (1960).
69. Lins S., Kukuk H., Vac. Symp. Trans., 7, 333 (1960).

70. Huber W. K., Vacuum, 13, 399 (1963).
71. Schuermann W. C., Vac. Symp. Trans., 9, 428 (1962).
72. Redhead P. A., Can. Journ. Phys., 37, 1260 (1959).

К ГЛАВЕ 5<sup>1)</sup>

1. Haefler R. A., в книге Auwärter M., Ergebnisse der Hochvakuumtechnik und der Physik dünner Schichten, Stuttgart, 1957, S. 100.
2. Hengevoss J., Huber W. K., Vacuum, 13, 1 (1963).
3. Alpert D., Rev. Sci. Instr., 24, 1004 (1953).
4. Haefler R. A., Hengevoss J., Vac. Symp. Trans., 7, 67 (1960). (См. перевод в сб. «Современная вакуумная техника», ИЛ, 1963, стр. 225.)
5. Haefler R. A., Hengevoss J., Vacuum, 13, 123 (1963).
6. Clausen P., Ann. Phys., 7, 489 (1930).
7. Hickman K., Journ. Appl. Phys., 11, 303 (1940).
8. Ullmann J. K., Vac. Symp. Trans., 4, 95 (1957).
9. Huber W. K., Trendelenburg E. A., Vac. Symp. Trans., 6, 146 (1959).
10. Ruf J., Winkler O., в книге Auwärter M., Ergebnisse der Hochvakuumtechnik und der Physik dünner Schichten, Stuttgart, 1957, S. 207.
11. Haefler R. A., Winkler O., Vak. Techn., 4, 3 (1955).
12. Power B., Crawley D. J., Vacuum, 4, 415 (1954).
13. Biondi M., Rev. Sci. Instr., 30, 831 (1959).
14. Biondi M., Vac. Symp. Trans., 7, 24 (1960). (См. перевод в сб. «Современная вакуумная техника», ИЛ, 1963, стр. 136.)
15. Venema A., Vacuum, 9, 54 (1959).
16. Henderson W. et al., Vac. Symp. Trans., 6, 170 (1959).
17. Drawin H., Vak. Techn., 10, 56 (1961).
18. Gaede W., Ann. Phys., 46, 357 (1915).
19. Holweck I., Compt. Rend., 177, 43 (1923).
20. Becker W., Vak. Techn., 7, 149 (1958).
21. Pupp W., Vak. Techn., 8, 158 (1959).
22. Beams J., Vac. Symp. Trans., 7, 1 (1960). (См. перевод в сб. «Современная вакуумная техника», ИЛ, 1963, стр. 19.)
23. Dushman S., Scientific Foundations of Vacuum Technique, N. Y., 1962, 2nd ed. (См. перевод 2-го издания: С. Дэшман, Научные основы вакуумной техники, изд-во «Мир», 1964.)
24. Varadi P., Ettore K., Vac. Symp. Trans., 7, 248 (1960). (См. перевод в сб. «Современная вакуумная техника», ИЛ, 1963, стр. 65.)
25. Turner F., Feinleib M., Vac. Symp. Trans., 8, 300 (1961).
26. Plücker J., Ann. Phys., 105, 84 (1858).
27. Varnerin L., Carmichael J., Journ. Appl. Phys., 28, 913 (1957).

<sup>1)</sup> Литература, отмеченная звездочкой, добавлена редактором перевода, — Прим. ред.

28. Carmichael J., Trendelenburg E. A., Journ. Appl. Phys., 29, 1570 (1958).
29. Colligton J., Leck J., Vac. Symp. Trans., 8, 275 (1961).
30. Schwarz H., Zs. Phys., 122, 437 (1944).
31. Brown E., Leck J., Brit. Journ. Appl. Phys., 6, 161 (1955).
32. Wehner G., Vac. Symp. Trans., 8, 239 (1961).
33. Herb R. J., Vacuum, 9, 97 (1959).
34. Milleron N., Popp E., Vac. Symp. Trans., 5, 153 (1958).
35. Klopfer A., Zs. Angew. Phys., 13, 487 (1961).
36. Penning F. M., Physica, 4, 71 (1937).
37. Hall L. D., Rev. Sci. Instr., 29, 367 (1958).
38. Hamilton A., Vac. Symp. Trans., 8, 388 (1961).
39. Jepsen R. et al., Vac. Symp. Trans., 7, 45 (1960). (См. перевод в сб. «Современная вакуумная техника», ИЛ, 1963, стр. 49.)
40. Reich G., Nöller H. G., Vac. Symp. Trans., 4, 97 (1957).
41. Klopfer A., Ermrich W., Vac. Symp. Trans., 6, 397 (1959).
42. Scott R. B., Cryogenic Engineering, New York, 1959.
43. Klipping G., Mascher W., Vak. Techn., 10, 22 (1961).
44. Bächler W., Klipping G., Mascher W., Vac. Symp. Trans., 9, 216 (1962).
45. Боровик Е. С., ЖТФ, 30, 539 (1960).
46. Hengevoss J., Trendelenburg E. A., Naturforsch., 18a, 481 (1963).
47. Brackman R., Fite W., Journ. Chem. Phys., 34, 1572 (1961).
48. Schmidlin F. W. et al., Vac. Symp. Trans., 9, 197 (1962).
49. Hengevoss J., Trendelenburg E. A., Zs. Naturforsch., 18a, 558 (1963).
50. Caswell H., Vac. Symp. Trans., 6, 66 (1959).
51. Mark J. T., Henderson W., Vac. Symp. Trans., 8, 31 (1961).
52. Haefler R. A., Hengevoss J., Vac. Symp. Trans., 8, 67 (1960).
53. Huntress A. et al., Vac. Symp. Trans., 4, 104 (1957).
54. Carmichael J., Lange W., Vac. Symp. Trans., 5, 137 (1958).
55. Hablanian M., Steinherz H., Vac. Symp. Trans., 8, 333 (1961).
56. Milleron N., Vac. Symp. Trans., 5, 140 (1959).
57. Carter G., Vacuum, 9, 190 (1959).
58. Blodgett K., Vanderslice T., Journ. Appl. Phys., 31, 1017 (1960).
59. Kienel G., Lehrgangshandbuch Vakuumtechnik, Düsseldorf, 1962.
60. Balwanz W. et al., Vac. Symp. Trans., 7, 182 (1960).
61. Crawley D. J. et al., Vac. Symp. Trans., 9, 399 (1962).
- 62\*. Цейтлин А. Б., Фалалеев Л. В., ПТЭ, № 5, 120 (1960).
- 63\*. Цейтлин А. Б., ПТЭ, № 5, 177 (1965).

## К ГЛАВЕ 6

1. River M., le Riche R., Vac. Symp. Trans., 6, 55 (1959).
2. Bernard F., Bumm H., Vak. Techn., 7, 153 (1958).
3. Espe W., Slosiar J., Vak. Techn., 9, 7 (1960).

19. Ehlers M., Moll J., Vac. Symp. Trans., 6, 261 (1959).
20. Lange W., Alpert D., Rev. Sci. Instr., 28, 726 (1957).
21. Wheeler W., Carlson M., Vac. Symp. Trans., 8, 1309 (1961).

#### К ГЛАВЕ 7

1. Briggs W. E. et al., Vac. Symp. Trans., 5, 129 (1958).
2. Young J., Rev. Sci. Instr., 32, 85 (1961).

.....	5
.....	7
.....	9
.....	9
ия .....	11
уума .....	19
.....	19
.....	21
.....	27
§ 4. Измерение вакуума .....	44
Глава 3. Особенности физики сверхвысокого вакуума .....	53
§ 1. Общие замечания .....	53
§ 2. Источники газа .....	55
§ 3. Адсорбция .....	75
§ 4. Пропускная способность в области сверхвысокого вакуума .....	81
Глава 4. Методы измерения сверхвысокого вакуума .....	84
§ 1. Общие замечания .....	84
§ 2. Методы измерения полного давления .....	85
§ 3. Измерение парциальных давлений .....	122
§ 4. Вспомогательные электронные устройства для измерения давлений .....	143
§ 5. Десорбционная спектрометрия .....	145
§ 6. Измерения на тонких пленках .....	151
§ 7. Заключение .....	153
Глава 5. Методы получения сверхвысокого вакуума .....	155
§ 1. Общие замечания .....	155
§ 2. Масляные диффузионные насосы .....	157
§ 3. Ртутные диффузионные насосы .....	181
§ 4. Молекулярные насосы .....	186

§ 5. Насосы поверхностного действия . . . . .	189
§ 6. Заключение . . . . .	222
Глава 6. Вопросы технологии . . . . .	225
§ 1. Введение . . . . .	225
§ 2. Выбор материалов . . . . .	229
§ 3. Неразборные соединения . . . . .	231
§ 4. Фланцевые соединения . . . . .	238
§ 5. Элементы сверхвысоковакуумных систем . . . . .	242
§ 6. Сверхвысоковакуумные установки . . . . .	254
§ 7. Заключение . . . . .	260
Глава 7. Ввод в действие сверхвысоковакуумных систем и оты- скание неисправностей . . . . .	262
§ 1. Общие замечания . . . . .	262
§ 2. Отыскание течей . . . . .	265
§ 3. Заключение . . . . .	273
Глава 8. Приложение . . . . .	275
§ 1. Список наиболее важных физических величин . . . . .	275
§ 2. Зависимость давления насыщенного пара от темпера- туры для различных материалов . . . . .	276
Общая литература . . . . .	277
Цитированная литература . . . . .	278

Э. Тренделенбург

СВЕРХВЫСОКИЙ ВАКУУМ

Редактор В. И. САМСОНОВА

Художник И. А. Литвишко

Художественный редактор Е. И. Вескова

Технический редактор Н. А. Туреукова

Корректор В. С. Соколов

Сдано в производство 26/IV 1966 г.

Подписано к печати 6/X 1966 г.

Бумага 84×108<sup>1</sup>/<sub>2</sub> 4,5 бум. л.

15,12 усл. печ. л.

Уч.-изд. л. 13,17. Изд. № 2/3530

Цена 1 р. 13 к. Зак. № 178.

Тем. план 1966 г. изд-ва «Мир», пор. № 64.

ИЗДАТЕЛЬСТВО «МИР»

Москва, 1-й Рижский пер., 2.

Ленинградская типография № 2 имени  
Евгении Соколовой Главополиграфпрома  
Комитета по печати при Совете Министров  
СССР. Измайловский проспект, 29.