

УСПЕХИ ФИЗИЧЕСКИХ НАУКИЗ ТЕКУЩЕЙ ЛИТЕРАТУРЫПОЛУЧЕНИЕ И ИЗМЕРЕНИЕ СВЕРХВЫСОКОГО
ВАКУУМА

В течение длительного времени возможности получения и измерения высокого вакуума были практически ограничены давлениями порядка 10^{-7} мм рт. ст. Развитие вакуумной техники за этот период шло главным образом по линии увеличения скорости откачки и более или менее значительных усовершенствований отдельных узлов вакуумной системы. Правда, в отдельных случаях удавалось получать разрежения даже до 10^{-10} мм рт. ст.; однако это были редкие исключения, причём столь высокий вакуум достигался почти исключительно в отпаянных от вакуумной установки сосудах путем применения всевозможных «ловушек» и гетеров.

Вместе с тем разрежения порядка 10^{-9} — 10^{-10} мм рт. ст. стали насущной потребностью для целого ряда научных исследований и практических применений, например, в области электроники, физики изотопов, физики поверхностных явлений и т. п. В связи с этим за последние годы появился ряд усовершенствований, позволивших существенно продвинуться в область сверхвысокого вакуума и приведших в настоящее время к созданию достаточно разработанной и сравнительно простой в обращении методики получения и измерения давлений вплоть до 10^{-10} — 10^{-11} мм рт. ст. Изложению основ этой новой техники сверхвысокого вакуума и посвящена реферируемая работа ^{*}), на которой нам представляется целесообразным остановиться, хотя некоторые из описываемых в ней приёмов уже излагались на страницах УФН.

1. ИЗМЕРЕНИЕ СВЕРХВЫСОКОГО ВАКУУМА

Среди различных устройств, предназначавшихся для измерения вакуума до 10^{-7} мм ртутного столба ^{**}), наибольшее распространение за последнее десятилетие получил ионизационный манометр. По существу это обычный триод, в котором роль анода играет управляющая сетка, имеющая положительный относительно катода потенциал 100—200 в, тогда как анод, находящийся под отрицательным относительно катода потенциалом 10—50 в, служит коллектором положительных ионов, образующихся в результате

^{*}) D. Alpert, J. Appl. Phys. 24, № 7, 860 (1953).

^{**}) Были разработаны методы определения и более низких давлений по зависимости работы выхода и скорости дезактивации катода от давления, однако эти методы оказались мало пригодными для практического использования и имели значение преимущественно в процессе разработки техники сверхвысокого вакуума.

электронной бомбардировки газа, заполняющего пространство между сеткой и коллектором. Давление газа определяется из простого соотношения

$$p = \frac{1}{S} \frac{i_{\text{кол}}}{i_{\text{сетки}}} \text{ мм рт. ст.},$$

где $i_{\text{кол}}$ — ионный ток на коллектор, $i_{\text{сетки}}$ — электронный ток на сетку и S — чувствительность манометра. В типичном случае $i_{\text{сетки}} \cong 10 \text{ ма}$ и $S \cong 10 \frac{1}{\text{мм рт. ст.}}$, что соответствует при давлении $10^{-8} \text{ мм рт. ст.}$ $i_{\text{кол}} = 10^{-9} \text{ а.}$

Если бы эффективность манометра ограничивалась только возможностью измерять слабые токи, то оказались бы измеримыми давления порядка $10^{-16} \text{ мм рт. ст.}$ Однако в действительности границы применимости ионизационного манометра определяются иным обстоятельством. Именно, анодная сетка манометра, подвергаясь облучению электронным потоком, является источником мягких рентгеновских лучей, вызывающих фотоэлектронную эмиссию с коллектора ионов, маскирующую основной эффект уже при давлениях порядка $10^{-7} \text{ мм рт. ст.}$ Для преодоления этого препятствия первоначально был предложен следующий способ. В манометр помещалась тонкая металлическая проволочка, которая кратковременно перегревалась до температуры порядка 1500° К для удаления окклюдированных газов, после чего проволочка охлаждалась до комнатной температуры. По истечении некоторого времени t производилось вновь кратковременное перегревание проволочки для внезапного испарения с её поверхности газов, адсорбированных за это время. Это вело к мгновенному увеличению давления, отмечаемому манометром. Количество адсорбированных за время t газов зависит от времени t и давления газа и может быть рассчитано на основании кинетической теории. По мере увеличения времени t достигается насыщение, соответствующее отложению на поверхности нити мономолекулярного адсорбированного слоя. Поэтому, производя измерения при различных t , можно найти значение $t_{\text{макс}}$ соответствующее насыщению, и по величине $t_{\text{макс}}$ определить давление газа в сосуде. Несмотря на простоту этого метода, он не мог получить большого распространения вследствие большой длительности измерений, а также существенной зависимости $t_{\text{макс}}$ не только от давления, но и от природы газа.

Решительным шагом в направлении усовершенствования ионизационного манометра явилось уменьшение роли фона, создаваемого рентгеновским излучением анодной сетки. Это было достигнуто двояким путём. Во-первых, путём уменьшения вероятности попадания рентгеновских квантов на поверхность коллектора. С этой целью обычная конструкция триода была обращена, а именно, катод размещался вне цилиндрической анодной сетки, а коллектор ионов, к которому была придана форма тонкой нити, — в центре этой сетки. Это вело к уменьшению телесного угла, под которым виден коллектор, а следовательно и фона фотоэлектронов на несколько порядков. Кроме того, такая конфигурация электродов обеспечивала большую эффективность электронного потока в отношении ионизации газа. В самом деле, распределение потенциала в этом случае таково, что энергия электронов спадает от начальной ($\sim 150 \text{ эв}$) ниже 50 эв (что соответствует потери электронами способности к эффективной ионизации) только на расстоянии $0,25 \text{ мм}$ от коллектора, в то время как при прежней конфигурации вследствие сильного торможения электронов ионизация могла происходить лишь в незначительной части межэлектродного объёма.

Вторым путём для снижения роли фона было увеличение ионного тока за счёт предотвращения ухода ионов к стенкам, что достигалось путём заключения коллектора внутри анодной сетки, окружавшей коллектор

со всех сторон. Использование обоих приёмов позволило в отдельных случаях измерять при помощи ионизационного манометра давления вплоть до 10^{-13} мм рт. ст. Столь совершенные конструкции остаются пока исключениями, однако рядовые манометры с обращённым расположением электродов позволяют без труда измерять давления вплоть до 10^{-10} — 10^{-11} мм рт. ст.

Изображения такого манометра на различных стадиях его изготовления приведены на рис. 1.

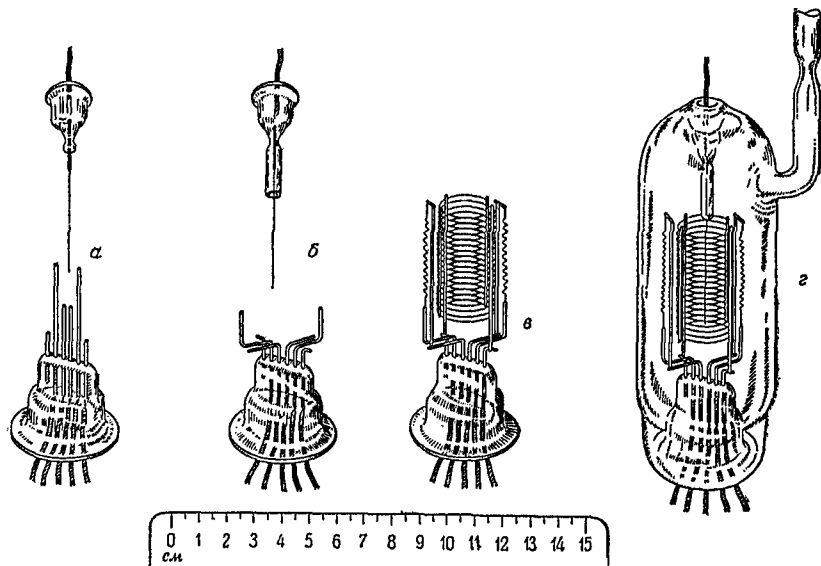


Рис. 1. Ионизационный манометр.

Основные недостатки ионизационного манометра сводятся к следующему. Прежде всего чувствительность манометра существенно зависит от природы газа.

Как видно из таблицы (см. стр. 155), чувствительность манометра для разных газов может различаться более чем в 25 раз, хотя в большинстве случаев остаётся в пределах двух-трёхкратного различия.

Таким образом, пользование ионизационным манометром связано с необходимостью учёта состава измеряемого газа. Учёт этот существенно упрощается тем обстоятельством, что относительная чувствительность манометра к разным газам почти не зависит от индивидуальных особенностей манометра — его конструкции, режима работы и т. п. Особо следует отметить трудности определения чувствительности в случае газов, оказывающих химическое или электрохимическое действие на электроды и стенки, а также в случае газов, разлагающихся под действием электронной бомбардировки или высокой температуры катода.

Второй крупный недостаток ионизационного манометра, как измерительного прибора, состоит в том, что его работа влечёт за собой уменьшение давления в сосуде, что делает затруднительным его применение в случае необходимости сохранения давления неизменным.

Относительная чувствительность ионизационного манометра для различных газов (Чувствительность для азота принята за единицу)

Газ	H ₂	He	Ne	N ₂	A	CO	CO ₂
Чувствительность	0,47—0,53	0,16	0,24	1	1,19	1,07	1,37
Газ	H ₂ O	O ₂	Kr	Xe	Hg	Пары иода	Пары кад- мия
Чувствительность	0,89	0,85	1,19	2,7	3,4	5,5	2,4
Газ	Силиконовое масло	Пары наф- тали- на	Ок- тойль- -S				
Чувствительность	2,7	0,85	5				

2. ОТКАЧКА ДО СВЕРХВЫСОКОГО ВАКУУМА

Получение сверхвысокого вакуума при помощи диффузионных насосов невозможно, так как эти насосы не только не способны откачать систему до давлений ниже $10^{-7} - 10^{-8}$ мм рт. ст., но и сами являются источниками всевозможных загрязнений, проникающих в систему. Однако для получения сверхвысокого вакуума может быть использована способность ряда веществ (гетеров) окклюдировать газы, и в том числе отмеченное свойство ионизационных манометров понижать давление в вакуумной системе. Это свойство имеет двоякую природу. Прежде всего положительные ионы, образованные электронной бомбардировкой, уносятся электрическим полем на коллектор и стенки, где нейтрализуются и адсорбируются. Очевидно такой механизм улавливания ионов и откачки сосуда будет действовать только при наличии ускоряющей электроны разности потенциалов. Кроме того, некоторые газы (например, H₂, O₂, Cl и др.) могут «откачиваться» за счёт химических реакций, протекающих на раскалённом (обычно до ~ 2300° K) катоде, причём этот процесс независим от наличия или отсутствия ускоряющего потенциала. Таким образом, действие ионизационного манометра аналогично действию гетера. Если обозначить через S_E скорость откачки вследствие адсорбции ионов и S_C — скорость откачки вследствие каталитического действия катода, то, полагая, что давление в сосуде (p) много больше предельных давлений, достижимых каждым из этих путей, имеем (V — объём сосуда):

$$\frac{dp}{dt} = - \frac{S_E + S_C}{V} p.$$

Полагая

$$\frac{V}{S_E} = \tau_E \quad \text{и} \quad \frac{V}{S_C} = \tau_C,$$

находим:

$$p = p_0 e^{-\frac{t}{\tau}},$$

где $\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_E} + \frac{1}{\tau_C}$. Таким образом, τ — характеристическое время, в течение которого давление убывает в e раз (τ_E и τ_C — характеристические времена для электрического и химического процессов откачки, соответственно). Используя типичные значения чувствительности манометра

$$S = 10 \frac{1}{\text{мм рт. ст.}} \text{ и } i_{\text{электр}} = 10 \text{ ма, находим, что } i_{\text{ион}} = 10^{-(n+1)} \text{ а для}$$

$p = 10^{-n}$ мм рт. ст., что соответствует $i_{\text{ион}} = 6 \cdot 10^{18} \cdot 10^{-(n+1)}$ молекул в секунду при плотности $n = 3, 2 \cdot 10^{19} \cdot 10^{-n}$ молекул на литр, откуда

$$S_E = \frac{1}{n} \frac{dN}{dt} \cong 1 \text{ литр/минуту}$$

(N — число молекул в откачиваемом объеме $N = nV$), т. е. $\tau_E \cong 1$ минуте для $V = 1$ л.

Поскольку в единицу времени на единицу поверхности попадает (в отсутствие поля) $\nu = \frac{n\bar{v}}{4}$ молекул, где \bar{v} — средняя скорость их теплового движения, скорость химической откачки

$$S_C = \frac{1}{n} \frac{dN}{dt} = \frac{n\bar{v}}{4} \frac{A}{n} = \frac{\bar{v}A}{4},$$

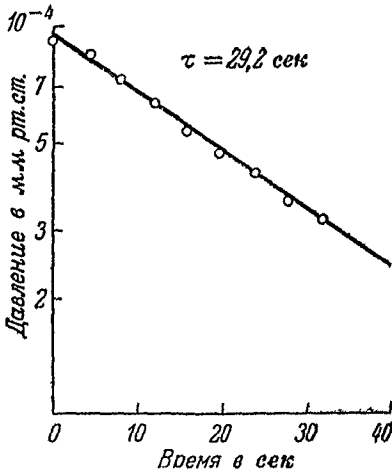


Рис. 2. Скорость откачки ионизационным манометром.

где A — площадь поверхности катода. Полагая $\bar{v} \cong 4 \cdot 10^4$ см/сек и $A \cong \cong 0,2$ см², получаем $S_C \cong 1$ л/сек, т. е. $\tau_C \cong 1$ сек для объема $V = 1$ л. Таким образом, характеристические времена откачки τ_E и τ_C мало различаются по порядку величины. Вышеприведенные оценки подтверждаются экспериментом. На рис. 2 изображена кривая уменьшения давления в отпаянном сосуде с течением времени вследствие работы ионизационного манометра в случае азота, для которого имеет место только электрический механизм откачки (данные приведены к условиям $V = 1$ л и $i_{\text{электр}} = 10$ ма).

Весьма существенным является вопрос о количестве газа, которое может поглотить манометр в результате адсорбции ионов, соответствующей немногим мономолекулярным слоям на адсорбирующих поверхностях, т. е. порядка 10^{15} молекул на 1 см² активной поверхности. Следовательно, при давлении 10^{-4} мм рт. ст. примерно через 1 час работы манометра должно достигаться насыщение и прекращение дальнейшей откачки, что подтверждается опытами. Однако при давлении 10^{-9} мм рт. ст. продол-

жительность процесса насыщения, т. е. время, в течение которого манометр способен работать в качестве насоса, достигает 10^8 сек, или примерно трёх лет. Манометры, работавшие в течение 75 дней при таких давлениях, не обнаруживали ещё никаких признаков насыщения.

В качестве иллюстрации приведём рис. 3, на котором изображены зависимости от времени показаний двух ионизационных манометров, подключённых к двум смежным, но разъединённым вентилями, объёмам (см. сверху рисунка). Пунктирная линия соответствует сосуду, отъединённому от насоса. Вследствие действия ионизационного манометра давление было понижено до $2 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст. и оставалось неизменным в течение 900 часов. Сплошная линия на рис. 3 соответствует системе, подключённой к диффузионному насосу. Первоначально давление было понижено до $5 \cdot 10^{-10}$ мм рт. ст., так как ионизационный манометр поглощал газы, выделяемые насосом, но по истечении примерно суток начало сказываться насыщение манометра, вследствие чего давление стало повышаться и через 100 часов достигло 10^{-7} мм рт. ст., т. е. давления паров масла, используемого в диффузионном насосе.

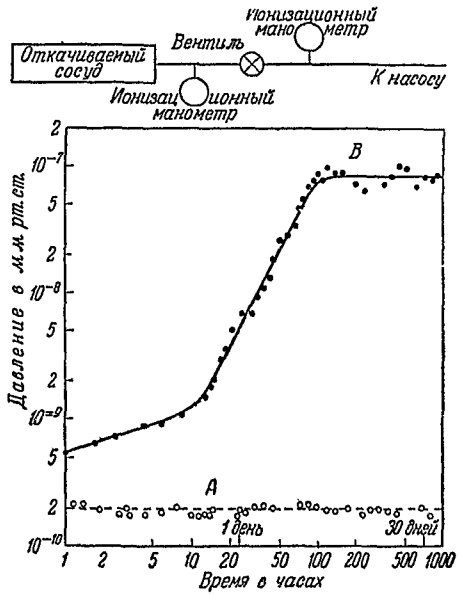


Рис. 3. Насыщение ионизационного манометра.

3. ВАКУУМНАЯ СИСТЕМА

Как показали измерения, в хорошо дегазированной системе парциальное давление окклюдированных газов меньше 10^{-13} мм рт. ст. Однако, даже в отсутствие течей, в запаянной системе наблюдается непрерывное натекание газа, вызывающее, в среднем, повышение давления порядка $3 \cdot 10^{-11}$ мм рт. ст. в минуту, что соответствует скорости диффузии атмосферного гелия (содержащегося в воздухе в концентрации, равной нескольким миллионным) через стеклянные стенки. Такое натекание легко компенсируется работой ионизационного манометра. Следовательно, возможности получения сверхвысокого вакуума могут ограничиваться только 1) наличием течей в системе, 2) выделением газов при работе вакуумных вентилялей и 3) выделением газов из жидкостных манометров (типа манометра Маклеода), предназначенных для измерения низкого вакуума.

Использование ионизационного манометра, позволяющего измерять давления до 10^{-10} — 10^{-11} мм рт. ст., создаёт возможность быстрого обнаружения наличия течей по скорости возрастания давления в отключённой от насоса системе (при выключенном манометре) вплоть до скоростей натекания порядка 10^{-16} л/сек, т. е. на несколько порядков меньших,

чем другими методами. Это даёт возможность быстрого и эффективного исключения течей.

Для исключения из системы жидкостных манометров, выделяющих пары и растворённые газы, применяется дифференциальный манометр, изображённый на рис. 4. Тонкая коваровая диафрагма (толщиной 0,125 мм) отделяет область сверхвысокого вакуума от вспомогательного объёма, к которому подключён жидкостный манометр. Диафрагма вместе с добавочной пластинкой образует конденсатор, включённый в ёмкостный мост. Для измерения давления в высоковакуумной части установки давление во вспомогательном объёме меняется до выравнивания с измеряемым давлением и измеряется жидкостным манометром, причём равенство давлений

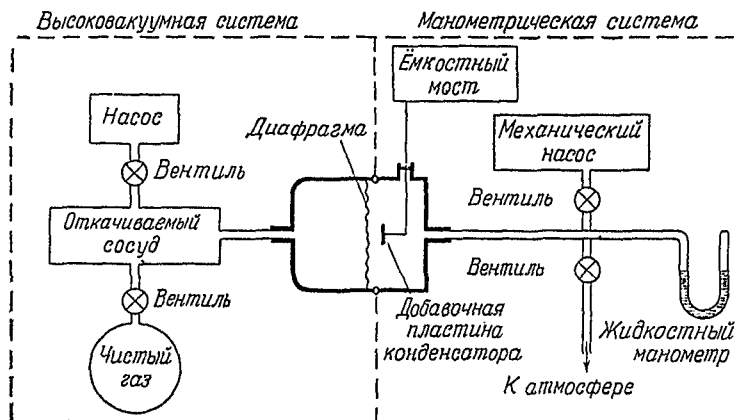


Рис. 4. Манометрическое устройство для низкого вакуума.

устанавливается по равновесию ёмкостного моста, соответствующему ненапряжённому состоянию диафрагмы. Такая конструкция позволяет измерять давления выше 10^{-1} мм рт. ст. с погрешностью около 10^{-2} мм рт. ст. (независимо от величины давления). Вместе с тем такая система легко поддаётся обезгаживанию и полностью гарантирует от попадания загрязнений в высоковакуумную систему. Этот же манометр может быть использован для градуировки ионизационного манометра.

Наиболее ответственной частью вакуумной системы являются вентили. Использование обычных кранов неизбежно связано с введением в систему паров смазки и окклюдированных газов в количествах, на несколько порядков превышающих количество газа в системе, откачанной до предельного вакуума. Поэтому возможность получения сверхвысокого вакуума в неотпаянных сосудах была обусловлена разработкой конструкции вентилей, свободного от указанного недостатка.

Вентиль, схематически изображённый на рис. 5, оказался вполне удовлетворительным. Медная чашечка диаметром 35 мм имеет два отверстия диаметром 6 мм для вакуумных вводов. Чашечка закрыта тонкой коваровой диафрагмой, способной прогибаться примерно на 2,5 мм в обе стороны и снабжённой коваровым стержнем, конец которого сточен под углом 45° и пришлифован к одному из отверстий медной чашечки. В собранном виде детали вентилей спаиваются между собой бронзой (в водородном пламени). Затем на вентиль надевается колпачок, содержащий микрометрический винт для ведения стержня вентилей. Когда стержень вводится в отверстие чашечки — вентиль закрыт, причём у новых вентилей просачи-

вание газа через вентиль не превышает $10^{-10} - 10^{-11}$ л/сек. (По мере работы течь несколько возрастает, достигая в течение года величины $10^{-9} - 10^{-10}$ л/сек.) В открытом состоянии (стержень выдвинут из отвер-

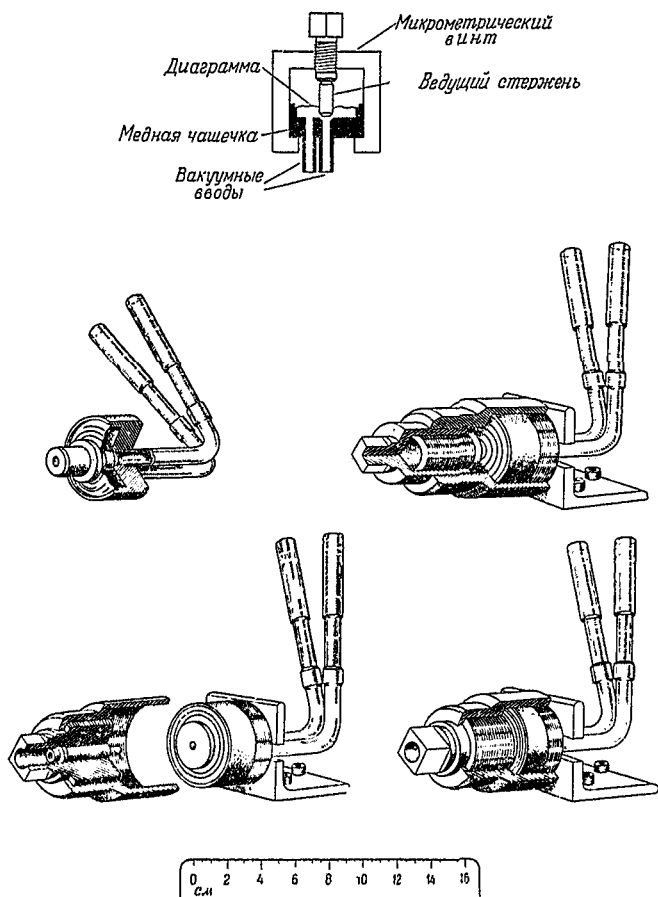


Рис. 5. Схема устройства высоковакуумного вентиля.

стия) вентиль обладает такой же пропускаемостью, как большие вакуумные краны. Вместе с тем он легко поддается обезгаживанию и полностью освобождает от необходимости введения в систему загрязняющих её смазочных веществ. На рис. 5 внизу показаны два типа вентиля (с простым и дифференциальным микрометрическим винтом) в полусобранном и собранном виде.

В результате применения всех описанных устройств вакуумная система приобретает очень компактные размеры и легко собирается из отдельных узлов (рис. 6 и 7). Пуск новой системы происходит следующим образом. После включения механического и диффузионного насосов отыскивают

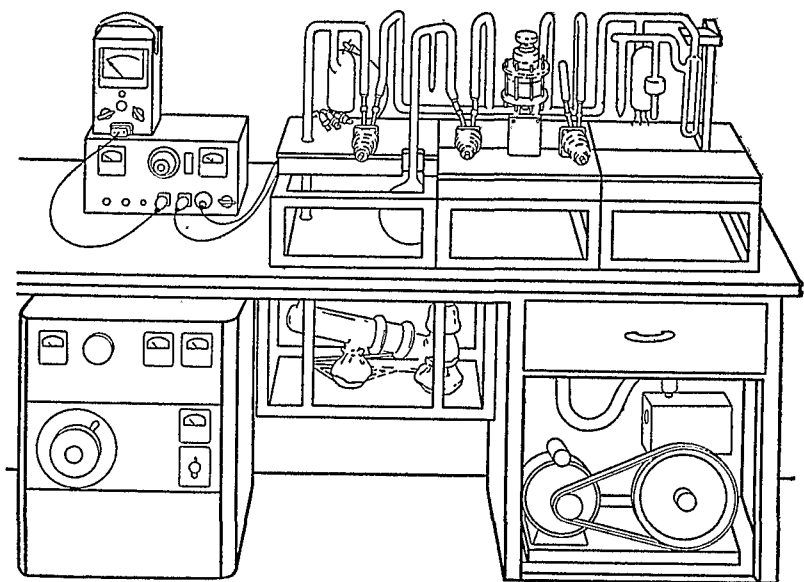


Рис. 6. Общий вид установки для получения сверхвысокого вакуума.

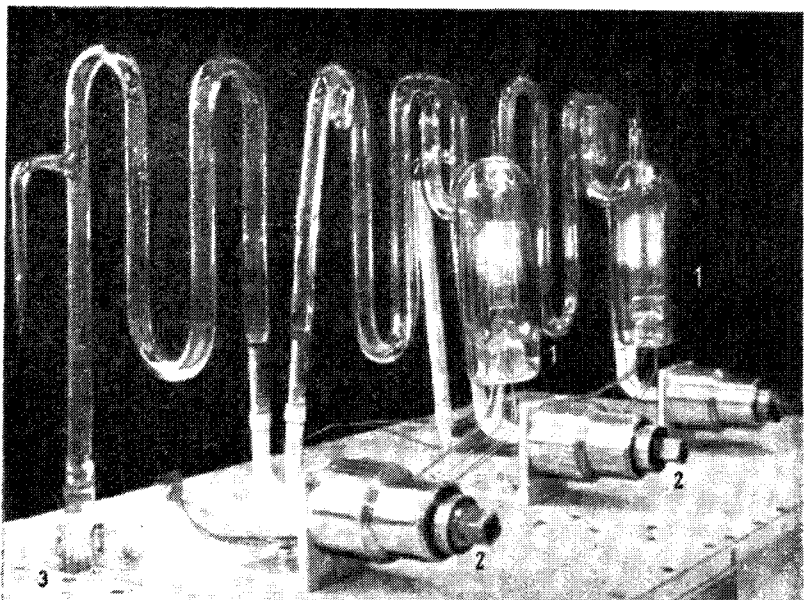


Рис. 7. Высоковакуумная часть установки для получения сверхвысокого вакуума. 1 — ионизационные манометры — насосы, 2 — вентили, 3 — трубка, ведущая к диффузионному насосу.

и ликвидируют крупные течи. Затем высоковакуумная часть системы целиком помещается в специальную печь и обезгаживается при температуре 400—500° С в течение нескольких часов. После этого печь удаляется и металлические части ионизационного манометра прогреваются до температуры свыше 1200° С (путём усиленной электронной бомбардировки при положительном потенциале коллектора ионов). Далее закрывают вентили и отыскивают и ликвидируют слабые течи, после чего ионизационные манометры откачивают систему до сверхвысокого вакуума.

Время, необходимое для проведения всех этих операций, характеризуется следующими данными. После того как отдельные детали системы установлены на станине, они спаиваются в течение утренних часов стеклодувом, в течение второй половины дня устраняются крупные течи, ночью производится обезгаживание и к следующему полудню в системе уже получается давление порядка 10^{-10} мм рт. ст. При этом в отсутствие мелких течей откачка до давления 10^{-9} — 10^{-10} мм рт. ст. занимает не более часа.

Таким образом, описанная аппаратура позволяет получать и измерять сверхвысокий вакуум столь же просто с технической точки зрения, как и обычный высокий вакуум порядка 10^{-7} мм рт. ст.

Р. Г.