全无油超高真空设备的设计与调试 的几点体会*

张景钦

(兰州物理研究所)

主题词: 超高真空、真空系统、设计、性能分析。

内容提要: 着重介绍“全无油超高真空超纯表面制备和分析设备”、“分子束外延设备”“空间材料二次电子发射测试设备”的设计和调试过程中的一些体会。其中包括全无油超高真空机组的设计和方案比较;整机的结构布局形式;真空机组的布局以及主、辅泵的匹配。较为重点的叙述了升华泵的设计。这几种全无油超高真空设备的极限压力范围为 4×10^{-8} — 6×10^{-8} 帕;真空机组的极限压力为 2×10^{-8} — 3×10^{-8} 帕。

全无油超高真空超纯表面制备和分析设备⁽¹⁾,是在超高真空环境中,采用自加速环形电子枪对铌材料进行区域提纯的,然后再放入分析设备中分析提纯的铌材料的性质。

分子束外延技术是七十年代国际上迅速发展起来的一项新技术⁽²⁾。分子束外延技术是在超高真空环境中,构成晶体的各个组分和掺杂原子(分子)以一定的热运动速度,按一定的比例喷射到热的基底上进行晶体的外延生长方法。

随着航天技术的发展,空间材料评价工作,如空间材料二次电子发射测试设备,就是在超高真空环境中,在不同的入射电子能量下逐一测出 δ 值来评价材料的真空性能。

针对以上的应用,我们根据不同的用途要求设计了两种类型结构的超高真空设备,共设计了六台超高真空机组的全无油超高真空设备,经过加工、安装、调试,台台均达到设计和使用要求。

一、全无油超高真空系统的布局

全无油或少油的超高真空机组有多种多样的设计方法,这是根据不要的技术要求和条件选择的。大多数为:有分子泵加升华泵;低温泵;水银泵和离子泵加升华泵等形式。考虑到分子泵和低温泵,目前仍处于试制阶段,而水银泵易于污染真空室,又对人身有害,因而我们对“全无油超高真空超纯表面制备和分析设备”、“分子束外延技术中超高真空设备⁽³⁾以及空间材料评价中所使用的超高真空设备的超高真空抽气机组均采用:前级真空系统为分子筛吸附泵、辅助泵为离子泵以及主泵为升华泵所构成的典型的全无油超高真空机组。

确定设计方案时首先要确定整机的布局结构形式,然后再确定真空系统的布局。一般的是根据设备的真空室(真空室的设计不包括在此文中)和泵的布局而确定。真空室和泵(主泵)若垂直放置时称为立式结构形式,真空室和泵(主泵)若水平放置时则称为卧式结构形式。这两种形式在机组的配置上均要求主泵尽量地靠近真空室,以减少真空管道的阻力及其

* 1988年1月4日收到

对抽速的影响。然后再在适当的位置上配置离子泵和前级真空管道、分子筛吸附泵。离子泵的位置可布置在升华泵的下方或侧方。一般地说来，升华泵是卧式的则离子泵可以放置在下方；而升华泵是立式的则离子泵可以放置在下方或为了降低整机的高度而放置在侧方，但要特别注意离子泵横放时的磁钢固定和支架问题，前级管道、分子筛吸附泵可接在升华泵和离子泵的连接管道上，也可接在升华泵上，其位置要安排得既不妨碍工艺操作，又便于启动分子筛吸附泵管道阀门和灌液氮的地方。全貌要紧凑，美观大方，一般放置在后方为宜。

为了使溅射离子泵容易启动而尽量不暴露大气，这是由于离子泵暴露大气后会吸附空气中的水蒸汽，为了加速离子泵启动应尽量减少与空气接触的机会，同时为了工作上的方便，尽量缩短更换样品的时间，要在升华泵和真空室之间，或离子泵与升华泵之间而设置隔离阀门。一般来讲在升华泵与真空室之间而设置隔离阀门的困难比较多，这是由于设置此阀后不影响升华泵的抽速，因此就必选用大口径的全金属阀，而此阀在设计和制造上均比较困难些，一时难以实现，同时附属设备又多，且造价较高，所以除特殊需要外一般不在此设置。这样以来就在升华泵与离子泵之间设置隔离阀门。同样理由，一般不选用全金属阀，而选用超高真空氟橡胶插板阀，但此阀受到烘烤温度的限制（不超过 150°C ），而且氟橡胶本身会放出有机物分子污染真空室，使用一个时期就会好些，如分子束外延设备中用此阀对工作没有影响。因此，对使用此阀要满足工作和使用者的要求。

二、真空系统的设计

全无油或少油的超高真空系统的设计是根据不要的用途、技术要求进行方案比较，确定设计方案的选择，其极限压力为： $2 \sim 4 \times 10^{-8}$ 帕。

真空系统的设计主要包括前级真空系统的选配及超高真空排气系统的选配等。

1. 前级真空系统

前级真空系统按有、无机械泵分两类叙述如下：

(1) 无机械泵的前级真空系统，主要用于分子束外延设备，技术要求中不允许有油的污染源存在，清洁的真空系统对分子束外延生长有利，因此前级真空系统的排气全靠分子筛吸附泵来完成。主要由两个五公斤的分子筛吸附泵（内冷式， $13\times$ 和 $5A$ 各半），一个真空压力表，一个热偶规管，三个可烘烤的全金属真空阀（其中一个为总阀），一个放气阀以及真空管道组成。从大气开始排气，采用二级抽气方法，抽到离子泵启动（约为 10^{-1} 帕），同时兼对高能电子衍射仪和电子枪进行排气。

(2) 有机械泵的前级真空系统，主要用于少油的清洁超高真空设备。是由(1)和分子筛吸附阱及机械泵构成。用机械泵从大气开始排气到约 1330 帕后再用分子筛吸附泵排气直到启动离子泵。机械泵兼对分子筛吸附泵进行真空活化。

分子筛吸附阱也是一个较小型的分子筛阱，它是在分子筛吸附泵中的分子筛进行活化时及用机械泵抽容器时，从大气排气到约 1330 帕时使用的，具有吸水和挡油两个作用，防止机械泵油在排气时进入污染真空容器，保证真空容器无油或少油所采取的措施。

2. 清洁的超高真空排气系统，是采用溅射离子泵作为辅助泵、钛升华泵作为主泵而获得超高真空 10^{-8} 帕的方法

溅射离子泵 用以获得高真空和抽除系统中的氩等惰性气体。按技术要求而选配不同结

构类型的离子泵。分子束外延设备和辐照模拟设备中，主要要求对氩的抽速要大，因此，选用抽速为600升/秒的三极型溅射离子泵，该泵对氩的抽速约为对氮抽速的20—30%。其余设备均采用抽速为400升/秒的二极型溅射离子泵，对氩的抽速约为100升/秒。

钛升华泵

钛升华泵实际上是一种吸气剂泵，其工作原理是靠在其吸气面上源源不断地更新新鲜钛来抽气的。

超高真空设备要求升华泵放置的位置不同而分为卧式和立式结构两种。对氮的抽速，不同的设备要求是不一样的，分子束外延等为7000升/秒，超高提纯和分析设备、二次电子发射测试设备等为10000升/秒。泵体用不锈钢制成。泵位于真空室与离子泵之间。

升华泵从结构上分为吸气面和升华器两部分。为了避免钛蒸发到真空室中去而设置了挡板。

(1) 吸气面：关于吸气面的设计已有专文介绍⁽¹⁾。本文仅介绍通过设计计算后所选用的数据。

升华泵的吸气面选用液氮冷却，其结构为：立式的为两个同心圆，卧式的为偏心冷却筒（即冷阱）。采用偏心的目的是，为了维持冷阱中液氮的水平面，延长灌液氮的时间间隔，因此，设计了外圆心向上移15毫米的距离，从而相对地增大了冷阱上部的储液量。而吸气面的直径D和长度L的选择，以抽速为10000升/秒为例介绍其计算方法。根据文献⁽⁴⁾介绍，我们采用敞开口结构形式，并假定底部粘着系数 $\delta = 0$ ，侧壁粘着系数 $\delta = 0.2$ ，同时选用 $L/D = 1.2$ ，则泵的抽气概率为 $K = 0.522$ 。在此情况下为保证20℃下对氮的抽速 $S = 10000$ 升/秒，则泵的吸气面的直径D按 $11.6\pi D^2 K / 4 = S$ ，得D约为45.8厘米，取 $D = 46$ 厘米，则 $L = 550$ 厘米，故冷阱的尺寸为：外径为52.8厘米，内径为46厘米。全部采用厚度为2毫米的不锈钢板制成，并且冷阱表面（除吸气面外）光洁度要求抛至0.80以上。检漏合格后要进行冷热冲击试验，以保证焊缝在使用中不发生漏气，以达安全可靠之目的。

(2) 升华器：是向吸气面连续或间断供给新鲜钛膜的部件，其结构可分为钛钼合金丝和钛球结构两种。

钛钼合金丝式结构：钛钼合金丝的成分为85%钛和15%钼。直接通电加热，使钛不断的升华以达到抽气的目的。根据我们选用的比蒸着率为 6×10^{-9} 克/厘米²·秒，则升华率为0.173克/小时。

若选用钛钼合金丝的直径为1.5毫米，长度 $L = 55$ 毫米，比重为5.0时，则每根的重量为

$$q = 5 \times \frac{\pi}{4} d^2 \cdot L = 4.86 \text{克}，\text{而两根的重量为} 9.72 \text{克}。$$

若考虑两端冷端的影响，有效长度 $L = 500$ 毫米，故钛钼合金丝的有效面积为： $F_0 = D\pi L = 0.15 \times 3.14 \times 50 = 23.5$ 厘米²，则比蒸着率 $M_0 / F_0 = 1.14 \times 10^{-6}$ 克/厘米²·秒，由文献⁽⁵⁾的曲线得知工作温度为 $T = 1720$ K。

通过以上计算，选用直径 $\phi 1.5$ 毫米的钛钼合金丝串联使用。为了减少更换次数，备用两对，分为三组使用，每次使用一组。其升华时采用低压大电流变压器相接，加热使之升华，其功率为720瓦左右。根据真空室的真空度可连续升华也可间断升华。

液氮消耗，若加热功率全部消耗于液氮蒸发，计算得出消耗的液氮为16.5升/时。若再

把周围环境辐射和传导的热量估计在一起，这样每小时大约消耗液氮为18升左右。

钛球结构：钛球分成上、下两半，钛球（TAI工业钛）球壳的外径为16.5毫米，球壳厚度为4毫米，两个半球间短圆柱段的长度为8毫米。钛球本身由四个钼杆支撑着，钼杆插在下半钛球的四个小孔内，下半球中心有一个直径为6毫米的孔，上半球中心也有一个锥孔（上直径为6毫米，下直径为5.8毫米），在此锥孔中配装一个过渡钼块（尺寸与锥孔相同），其中心钻直径为1.1毫米的孔。

钨热子：采用直径为1毫米的纯钨丝（WAL—2型），绕成中径为16毫米，螺距为 1.75 ± 0.2 毫米的螺旋形状，有效圈数为11，展开长度为580毫米。在制作时，先加工好模具，然后成型，再在 2300°C 的高温上烧氢定型。将钨热子装入钛球中，一端穿入上半球过渡钼块上直径为1.1毫米孔中焊好，另一端由下半球直径为6毫米孔中穿过与中心电极连接，而中心电极与支柱之间用陶瓷套绝缘，然后通过金属陶瓷封接件引出真空室外，即构成加热回路。

加热采用的电源、加热功率、消耗液均与钼钛合金丝结构相同。

3. 口径200毫米超高真空氟橡胶插板阀

大口径插板阀，一般地讲均比较困难，我们设计使用了直径为200毫米超高真空插板阀，采用氟橡胶密封。但由于氟橡胶有可凝物挥发出来，且出气率较高，会影响系统的极限真空度，也可能会污染系统，因此，在无油超高真空系统的设计中使用氟橡胶时往往很谨慎。

分子束外延设备的设计中，使用单位要求在离子泵与升华泵之间加用氟橡胶插板阀，这样，当真空室暴露大气时，离子泵仍可保持高真空，不需要烘烤，且启动容易，同时升华泵处于真空室与插板阀之间，可兼起升华阱的作用，使氟橡胶对真空室的污染大大地减少。

为了采用此氟橡胶密封结构，设计中从结构设计加以考虑，其结构特点为：阀门转动密封采用焊接波纹管结构，为了减少出气特意在密封槽的外围和下侧设计了通水冷却结构，支架两侧设置了定位滚轮结构，在支架上设置了双弹簧结构以及全部法兰采用金属丝密封结构等。

氟橡胶插板阀经过加工、安装调试证明，能在超高真空（ 10^{-8} 帕）条件下工作，耐烘烤为 150°C ；不引入油脂污染；操作方便，使用灵活；体积也不大（外形尺寸： $710 \times 310 \times 280$ 毫米）；阀门通导约1500升/秒。

三、全无油超高真空设备的调试结果

1. 真空机组的调试

1976年，在兰州真空设备厂加工了“全无油超高真空超纯表面制备和分析设备”，其中有三台立式和一台卧式全无油超高真空机组。立式机组在验收时，经过24小时， 200°C 烘烤，采用铝金属丝密封，当极限真空度达到 2.7×10^{-8} 帕后，就停止了试验，又经过126小时的考验，没有发生漏气。在没有暴露大气的条件下又开始验收试验，其极限压力仍达到 1.6×10^{-8} 帕。而卧式机组，通过48小时， 250°C 的烘烤，经过20多小时的抽气，其极限压力达到 2×10^{-8} 帕。

2. 整机的调试

1976年,在验收真空机组之后,调试全无油超高真空超纯表面制备和分析设备,其中分析设备经过33小时,在烘烤温度为220—240℃条件下进行验收,极限压力达 5.3×10^{-8} 帕。超纯表面制备设备,由于调试电子枪可达一个多月,其压力一直保持在 5.2×10^{-7} 帕,在验收时仅采用升华泵去气功率,加热升华泵部分,使升华泵内冷阱套外间温度达到100—136℃(用一般温度计直接测量),真空室用电子枪加热去气五小时(其功率小于2000瓦)在此条件下极限压力为 1.9×10^{-8} 帕。该两台设备经过调试验收达到设计要求,交付使用单位。

3. 装有超高真空氟橡胶阀门的分子束外延设备的调试

在沈阳科学仪器厂加工验收的“分子束外延设备”及“独立束源快速换片型分子束外延设备”,这两台均是卧式结构。其中后一台中采用了超高真空氟橡胶插板阀的全无油清洁的超高真空系统。整机调试,经过36小时,200℃烘烤,再经过28小时排气,极限压力为 5.3×10^{-8} 帕。

另外,为了证实氟橡胶插板阀对超高真空的污染是可以忽略的,我们进行了分析实验。实验是这样作的:把清洗好的氟橡胶圈试样,用样品传递结构系统送入真空室,烘烤试样,测量真空室中的残余成分,得到不同的质谱图。比较各谱图可以看到送入样品后碳氢峰的数目有所增加,试样加热时这些碳氢峰都明显地增高,这表明氟橡胶出气会给系统带入一系列的碳氢化合物,对系统有一定的污染。但与空分子束炉(石墨制成)加热出气的谱图相比较,石墨分子束炉是分子束外延设备中碳氢化合物的主要污染源,而氟橡胶的影响(特别是在离子泵口)与分子束炉污染系统的程度相比较是极其次要的。因而认为对于分子束外延设备来说,使用了此阀只会给工作带来方便,对于外延生长可以说影响不大,是可以忽略的,是适用于外延设备的。

另外,再看氟橡胶插板阀对极限压力的影响,未装插板阀时,极限压力为 2.9×10^{-8} 帕,安装上插板阀后,经48小时,200℃烘烤,插板阀150℃烘烤(烘烤时在36小时内氟橡胶槽不通水冷却,使氟橡胶圈充分出气),极限压力为 2.4×10^{-8} 帕,这就说明使用氟橡胶插板阀于离子泵口,只要措施得当,不会明显地影响极限压力的。

四、结 论

六台全无油超高真空设备,经过调试实验均达到原设计对清洁真空度的要求,无油超高真空机组极限压力范围为: $(2-3) \times 10^{-8}$ 帕;整机极限压力范围为: $(2-5.3) \times 10^{-8}$ 帕;经过多年的工作考验都能正常运转使用。

装有直径为200毫米氟橡胶插板阀可适用于分子束外延设备及空间材料评价中,氟橡胶圈对系统的污染是可以忽略的,这对以后超高真空设备的使用带来了很大的方便。

超高真空设备的密封圈除用金丝外,铝金属丝的使用会给工作带来很大的方便。

其他无油超高真空设备由于使用各异,不再叙述。

参 考 文 献

- (1)李希宁、张景钦等,真空技术,3,4(1977)
- (2)张景钦、周增折等,真空,2(1983)
- (3)张景钦,全无油超高真空机组,鉴定会技术报告(1980)
- (4)薛大同、兰增端,真空技术,2,(1975)
- (5)Lawson R. W., J. W. woodward, Vacuum, 17, 4, (1967) 205
- (6)张景钦、周增折等,真空科学与技术,3(1981)