

МАНОМЕТРЫ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ СВЕРХВЫСОКОГО ВАКУУМА *)

У. Ланге

Усовершенствования, внесенные в трехэлектродный ионизационный манометр, сильно расширили область его применимости, а также усложнили его эксплуатацию и интерпретацию результатов измерений.

Действие всех манометров для измерения полного или парциального давления высокого вакуума основано на определении ионизации, создаваемой электронами, пролетающими пространством между двумя электродами.

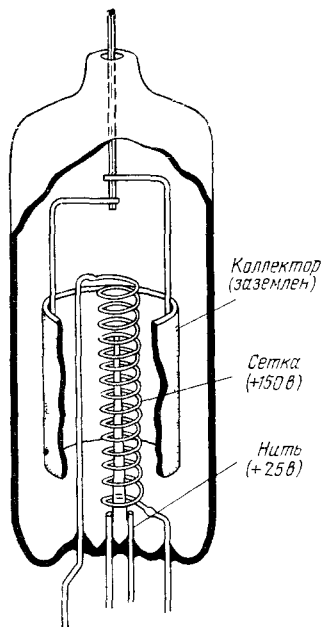


Рис. 1. Трехэлектродный ионизационный манометр.

В результате мягкого рентгеновского излучения область измеряемого давления ограничена (10^{-8} тор).

Измеряется отношение ионного тока к ионизирующему и предполагается, что это отношение пропорционально концентрации газа или давлению. Этим принципом пользуются более пятидесяти лет, он стимулируется и используется электроламповой промышленностью, поэтому естественно, что первые манометры напоминали простые трехэлектродные приемно-усилительные лампы (рис. 1.)

Создание и измерение вакуума всегда было главной задачей при изучении свойств поверхности — в частности термоэлектронной эмиссии, внешнего фотоэффекта и автоэлектронной (холодной) эмиссии. Первые исследователи в этой области достигали вакуума только порядка 10^{-8} тор. Теперь мы знаем, что это было связано не с трудностью создания более высокого вакуума, а с наличием нижней границы чувствительности манометров. В некоторых случаях замечали, что свойства поверхности продолжают изменяться, а показания манометра остаются на том же делении в районе 10^{-8} тор. Наилучшие данные о вакууме получали, по-видимому, методом Апкера (flash-filament method).

Манометр Баярда — Альперта, появившийся около 20 лет назад, позволил перейти через этот барьер и измерять давления ниже 10^{-8} тор, что сильно стимулировало изучение свойств поверхности и вообще развитие вакуумной техники.

В настоящей статье мы будем называть область давлений ниже 10^{-8} тор «сверхвысоким вакуумом» и опишем манометры, пригодные для его измерения. В основном мы остановимся на популярных манометрах, на интерпретации их показаний, на связанных с измерениями ограничениях и укажем на те предосторожности, которые необходимо соблюдать при работе с ними. Часто показания давления не легко интерпретировать, а сам манометр может изменять измеряемое давление. К ошибочному определению давления приводят различные явления: мягкое рентгеновское излучение, образующиеся на поверхности ионы, ионная откачка, адсорбция, изменение химического состава газообразных веществ, высокочастотные колебания и нелинейность.

*) W. T. Lange, Gauges for Ultrahigh Vacuum, Phys. Today 25(8), 40 (1972). Перевод Н. И. Гинзбург.

У. Дж. Ланге — руководитель Вакуумной лаборатории в «Westinghouse Research and Development Center», Питтсбург (США).

К манометрам, измеряющим полное давление, относится сам манометр Баярда — Альперта, некоторые усовершенствованные манометры с горячим катодом и магнитные манометры. Мы также обсудим кратко манометры для измерения парциального давления (с помощью которых можно определять состав остаточного газа или измерять отдельно концентрацию каждого из них), пригодные для измерения сверхвысокого вакуума.

МАНОМЕТР БАЯРДА — АЛЬПЕРТА

Для лучшего понимания действия манометров, измеряющих сверхвысокий вакуум, остановимся на наиболее распространенном манометре Баярда — Альперта (БАМ). Как видно из рис. 2, он напоминает старые трехэлектродные манометры (см. рис. 1), но с измененной геометрией; здесь коллектор ионов расположен вдоль оси трубки. Р. Т. Баярд и Д. Альперт выбрали эту геометрию, чтобы уменьшить паразитные токи в коллекторе ионов¹.

Как и в других ионизационных манометрах, в манометре Баярда — Альперта измеряется отношение ионного тока к ионизирующему i^+/i^- . Очевидно, что число ионов, создаваемых одним электроном при его движении от одного электрода к другому, зависит от концентрации или давления остаточного газа:

$$\frac{i^+}{i^-} = Kp. \quad (1)$$

Однако количество ионов зависит также от фактической длины пути электрона между электродами, от кинетической энергии электрона и от свойств откачиваемых газов. Множитель K в уравнении (1), обычно называемый чувствительностью манометра, включает все эти факторы, а также учитывает вероятность попадания на коллектор иона после его образования. Множитель K нельзя вычислить с надежной точностью, его нужно определять экспериментально с помощью калибровки. Типичное значение K для азота составляет 12 тор^{-1} (для манометра без экранирующих колпачков на сетке). В таблице приведена чувствительность для различных газов

Чувствительность манометров Баярда — Альперта для различных газов по сравнению с азотом

Газ	He	Ne	Ar	Kr	Xe	H ₂	CO	O ₂	CO ₂	H ₂ O
K/K_{N_2}	0,16	0,30	1,45	1,95	2,75	0,42	1,15	0,90	1,40	0,90

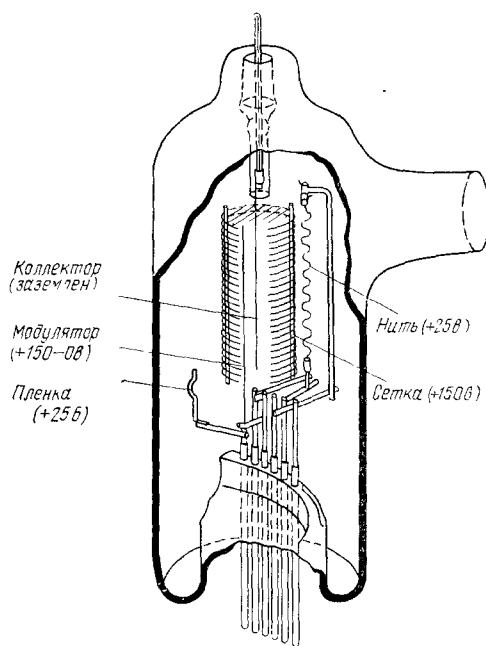


Рис. 2. Манометр Баярда — Альперта с зеркально измененной геометрией.

Эффект мягкого рентгеновского излучения уменьшен, и область измеряемых давлений расширена до $4 \cdot 10^{-11} \text{ тор}$. На рисунке показаны усовершенствования, внесенные в трехэлектродный манометр — экранирующие колпачки на сетке, модуляторы и пленка из SnO_2 , обеспечивающая равенство напряжений корпуса и нити.

по сравнению с азотом. Данные представляют собой обработку результатов различных авторов и достаточно хорошо согласуются со значениями полного сечения ионизации. Абсолютные значения для номинально одинаковых манометров могут отличаться на 20%.

В БАМ длина пути, проходимого электроном, составляет в среднем около 2 см. Большинство электронов не попадает сразу на проволоку спиральной сетки, а совершают по крайней мере один проход сквозь сетку. Напряжение внутри сетки к центральному отрицательно заряженному коллектору падает логарифмически, вследствие чего энергия электронов в большей части объема, ограниченного сеткой, практически однородна. Вероятность ионизации, как функция энергии электронов, круто растет от порога ионизации до широкого максимума, расположенного между 50 и 150 в. Поэтому смещающее напряжение между нитью и сеткой выбирается равным, скажем, 125 в. На коллектор ионов подается напряжение примерно на 25 в ниже напряжения нити, так что этот коллектор — самый отрицательный элемент. Но даже при этом не все ионы, образовавшиеся в манометре, достигают коллектора; многие ионы образуются вне сетки и не регистрируются. Некоторые из ионов, образующиеся внутри сетки, вращаются вокруг коллектора и уходят вдоль оси в силу наличия начальной скорости и сохранения момента количества движения. Этот эффект в некоторых манометрах снижается при ячеистой структуре сетки и при наличии на ней экранирующих колпачков (см. рис. 2).

Чувствительность манометра зависит от типа газа, и поэтому точность измерения вакуума ограничена, поскольку БАМ измеряет полное давление, а, как правило, состав газа неизвестен. Для смеси газов уравнение (1) принимает вид

$$\sum_n \left(\frac{i^+}{i^-} \right)_n = \sum_n K_n p_n,$$

и очевидно, что истинное давление, равное $\sum_n p_n$, нельзя определить с какой-либо реальной точностью без дополнительной информации о составе газа. Эта проблема возникает не только в БАМ, но присуща всем ионизационным манометрам, измеряющим полное давление в рассматриваемой нами области.

ПАРАЗИТНЫЕ ТОКИ В КОЛЛЕКТОРЕ ИОНОВ

Вторая проблема, связанная с БАМ, — определение той части тока коллектора, которая пропорциональна давлению. Простота уравнения (1) не отражает множества процессов, которые могут возникать в манометрах. Измеряемый ток состоит не только из тока ионов, возникающих при столкновении электронов с молекулами газа, но содержит по крайней мере еще две компоненты, связанные с захватом ионизирующих электронов сеткой.

Исторически первая из этих компонент — так называемый «рентгеновский ток». Легенда гласит, что У. Б. Ноттингхэм² после обсуждения вопроса с Дж. Слейтером, предположил, что мягкое рентгеновское излучение (тормозное излучение), возникающее на сетке, попадает на коллектор ионов. Освобождающиеся фотоэлектроны создают ток, который нельзя отделить по знаку от тока положительных ионов, и это обстоятельство фактически и было причиной наличия нижнего предела чувствительности в старых ионизационных манометрах. Вскоре после этого Баярд и Альперт установили, что часть мягкого рентгена, перехватываемого коллектором, можно уменьшить более чем в 100 раз, если зеркально изменить геометрию электродов. Рис. 3 иллюстрирует эффективность их нового манометра. На нем приведена зависимость тока коллектора от разности напряжения

между сеткой и нитью (по существу от энергии электронов) для старого ионизационного манометра и для БАМ. Остаточный ток, создаваемый мягким рентгеном, дает на дважды логарифмическом графике прямую линию с наклоном, равным 1,6. При достаточно низких давлениях эти участки четко видны на кривых для обоих типов манометров. В случае БАМ при обычных рабочих напряжениях, при давлениях примерно $4 \cdot 10^{-11}$ тор, при диаметре нити коллектора 0,2 мм и при диаметре сетки 1,9 см мягкий рентген создает ток, почти равный току, обусловленному ионизацией газа. Таким образом, при зеркальном изменении геометрии электродов нижний предел измеряемого давления увеличивается в 500 раз. К счастью, общая чувствительность нового манометра не отличается существенным образом от чувствительности старого в силу высокой эффективности регистрации ионов, образующихся внутри сетки.

С целью определения тока, создаваемого мягким рентгеном, П. А. Рэдхед добавил еще один электрод³, размеры которого сравнимы с размером коллектора. Изменяя потенциал этого электрода-модулятора от напряжения на сетке до напряжения коллектора он определил, что истинный ионный ток пропорционален разности между токами в этих двух случаях. Когда напряжение модулятора равно напряжению сетки, манометр действует как обычный БАМ; когда напряжение модулятора равно напряжению коллектора, количество ионов, достигающих коллектор, изменяется, но общее распределение напряжения внутри сетки радикально не меняется.

Применяют различные модуляционные методики, но все они основаны на общем принципе. В сравнительно высокой области давлений, скажем, 10^{-6} тор, определяется часть α ионов, собираемых модулятором, на который подается то же напряжение, что и на коллектор. (Значение α можно также определить по двум циклам измерений при двух различных низких давлениях; см. ниже.) При неизвестном низком давлении, когда паразитный ток i_s становится ощутимым или даже составляет большую часть полного тока коллектора i^+ , истинный зависящий от давления ионный ток i_0 можно определить следующим образом. Сначала, когда напряжение модулятора совпадает с напряжением сетки, измеряется ток коллектора $i^+ = i_0 + i_s$. Затем на модулятор подается напряжение, равное напряжению коллектора и снова измеряется коллекторный ток $i^{+'} = (1 - \alpha) i_0 + i_s$. Вычитая, получаем $i^+ - i^{+'} = \alpha i_0$. Отсюда легко получить истинное давление, подставляя i_0 в уравнение (1). Здесь мы пренебрегли поправкой второго порядка — изменением потока рентгеновского излучения на коллектор ионов, который происходит при переключении напряжения модулятора⁴. Когда напряжение модулятора совпадает с напряжением сетки, на

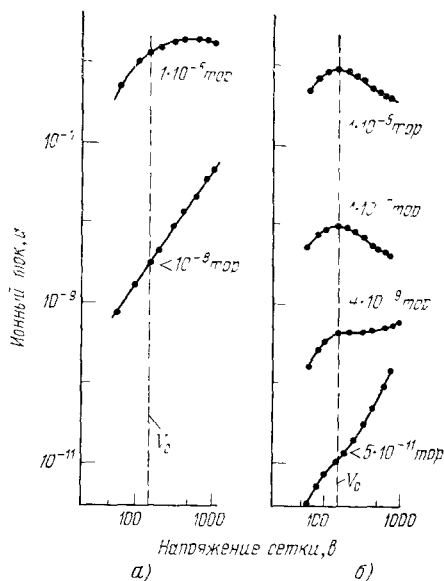


Рис. 3. Разница показаний старого трехэлектродного манометра (а) и манометра Байярда — Альперта (б).

При высоких давлениях и те, и другие показания примерно согласуются с кривыми вероятности ионизации. При более низких давлениях остаточный ток, связанный с мягким рентгеновским излучением, приводит к появлению в старом трехэлектродном манометре прямолинейных участков. В обоих случаях нормальное рабочее напряжение равно нескольким сотням вольт.

нем собираются электроны, и телесный угол, отвечающий пересечению сопутствующего мягкого рентгена с коллектором, больше, чем в том случае, когда электроны собираются сеткой.

Как только Рэдхед начал измерять паразитные токи с помощью модуляционной методики, он получил удивительные результаты, которые позволили ему определить второй источник паразитных токов. Он ожидал, что токи, создаваемые мягким рентгеном, не должны изменяться с давлением и со

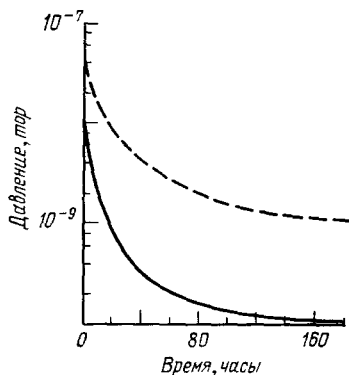


Рис. 4. Неправильные показания манометра.

В результате десорбции ионов измеряемое давление (штриховая кривая) выше истинного (сплошная). Высокое начальное давление обусловлено десорбцией нейтральных веществ.

превышает десорбцию ионов⁵, покрытие, а следовательно, и паразитный ионный ток можно свести к минимуму, повышая токи эмиссии.

Влияние тока эмиссии на величину ошибки измерения иллюстрирует рис. 4. Молибденовая сетка сначала была покрыта монослоем кислорода. Ток эмиссии был равен 80 *ма*, и измерялось давление кислорода. Истинное давление, изображаемое нижней кривой, сначала довольно высокое в связи с десорбцией нейтральных частиц. Повышение тока эмиссии должно увеличивать скорость десорбции и поэтому снижать временную постоянную и величину ошибки измерений.

К счастью, полный паразитный ток все еще можно определить с помощью модуляционной методики, поскольку эффективность собирания образующихся на поверхности ионов низка и не отличается существенным образом для двух различных электростатических полей, используемых при модуляции.

Низкая эффективность собирания ионов на коллекторе связана с тем, что ионы, образующиеся из сорбированных веществ, обладают начальными энергиями, сильно превышающими кинетическую энергию большей части ионов, образующихся из газовой фазы.

Несмотря на простоту модуляционной методики, она не нашла широкого применения, хотя ошибки, которые нельзя определить без ее использования, могут оказаться огромными. Например, при ионизационном токе 10 *ма* и при истинном давлении кислорода $1 \cdot 10^{-9}$ тор давление, определяемое обычным БАМ, будет в пять раз больше. При более низких ионизационных токах, часто используемых по причинам, которые мы обсудим ниже, ошибка показаний манометра может достигать двух порядков величины. Данные, приведенные на рис. 4, дают представление о величине ошибок, связанных с десорбцией.

временем в случае благородных газов, и если вообще будут изменяться, то лишь слегка и только в случае активных газов. Но измеренные им с помощью модуляционной методики токи не только сильно превысили ожидаемые, но отличались от них на несколько порядков величины. Рэдхед пришел к выводу, что, кроме тока, создаваемого мягким рентгеном, ток коллектора содержит ток, связанный не с ионизацией молекул в газовой фазе, а с ионизацией и десорбцией газа, адсорбированного сеткой. Величина этого ионного тока зависит от характера покрытия и от типа веществ, сорбируемых сеткой. Покрытие сетки газом достигает состояния равновесия — скорость адсорбции зависит от парциального давления и вероятности прилипания газов внутри манометра, а скорость десорбции зависит от покрытия и от тока бомбардирующих электронов. Поскольку десорбция нейтральных частиц значительно

НЕДООЦЕНКА ДАВЛЕНИЯ

За исключением двух редко встречающихся случаев, наличие паразитных токов приводит к переоценке давления. Первое из этих двух редких исключений возникает, когда на коллектор ионов попадает большое количество электронов. Обычно это замечают по возникновению относительно высокого отрицательного тока на ионный коллектор, который на несколько порядков величины больше положительного ионного тока. При электронном токе, равном 10 ма , концентрация электронов внутри сетки высока, что приводит к возможности возникновения спонтанных когерентных высокочастотных колебаний пространственного заряда. Некоторые электроны приобретают в высокочастотном поле достаточно большую энергию, чтобы достичь коллектора. Обычно эти «колебания Баркгаузена — Курца» возникают в БАМ только при давлениях ниже 10^{-9} тор . Их появление связано с двумя поддающимися контролю обстоятельствами. Одно из них — напряжение на корпусе манометра: возникновение колебаний более вероятно, если это напряжение положительно относительно нити. Вторая причина — ток накала нити: хотя колебания возникают и при постоянном, и при переменном токе они чаще возникают на постоянном токе. Рассеянные магнитные поля могут также быть одной из причин возникновения колебаний.

Когда начинаются такие колебания, их обычно легко прекратить, изменяя параметры, оказывающие непосредственное влияние на облако пространственного заряда. Наиболее эффективное средство — снижение эмиссии электронов или приложение магнитного поля напряженностью примерно 50 гс в произвольном направлении. Однако оба эти средства могут привести к ошибочным показаниям манометра; когда эмиссия электронов снижается, увеличивается отношение ионов, образующихся на поверхности, к ионам, возникающим из газовой фазы, а при включении магнитного поля изменяются траектории электронов, а также изменяется чувствительность или калибровка манометра. В противоположность паразитным токам, которые приводят к явно ошибочным определениям давления, колебания Баркгаузена — Курца при накале постоянным током могут привести к данным, которые могут казаться подлинными, а на самом деле быть слишком заниженными и которые существенно меняются при изменении направления тока накала.

Второе редко встречающееся исключение, могущее привести к занижению давления, возникает, когда напряжение корпуса вакуумной камеры совпадает с напряжением коллектора ⁶, — такая ситуация возникает в случае «открытого» манометра. Мягкий рентген, испускаемый сеткой, может образовать в корпусе фотоэлектроны, и некоторые из них могут попасть на коллектор ионов. Даже если число электронов, достигающих коллектора, мало, оно может значительно превысить число фотоэлектронов, уходящих с коллектора. Очевидно, что этот эффект зависит от соответствующих телесных углов. Предохранительной мерой может служить выбор соответственного смещающего напряжения, так чтобы напряжение коллектора было по крайней мере на $5\text{—}10\text{ в}$ отрицательным относительно корпуса. В нормальном манометре со стеклянной колбой эта проблема не возникает, поскольку напряжение стекла таково, что суммарный ток к нему равен нулю. Исключение представляют редкие случаи, когда потенциал стекла приблизительно равен напряжению нити, т. е. примерно на 25 в выше напряжения коллектора. При такой ситуации суммарный электронный ток на корпус равен току положительных ионов. Второй устойчивый потенциал стеклянной колбы примерно равен или равен напряжению сетки. В этом случае суммарный ток на корпус равен нулю, т. е. коэффициент вторичной электронной эмиссии равен единице. Чтобы

избежать возникновения такого типа трудностей, колбу можно покрыть проводящей пленкой (например, пленкой закиси олова) или добавить открытую сетку или сетчатый электрод, который окружал бы электроды манометра. В любом случае на экранирующий электрод подается напряжение, равное напряжению нити.

ВЛИЯНИЕ МАНОМЕТРА НА ОКРУЖАЮЩУЮ СРЕДУ

В некотором смысле манометр Баярда — Альперта является и измеряющим, и «разрушающим» устройством, поскольку в результате процесса измерения свойства окружающей среды изменяются. Манометр удаляет газ в результате ионной откачки, химических реакций и адсорбции. Ионная откачка или внедрение ионов в поверхность твердого тела — основной механизм откачки инертных газов в ионных насосах. Скорость ионной откачки можно определить с помощью уравнения (1). Если поглощается более или менее постоянно часть β ионов с зарядом q , то скорость удаления газа dN/dt равна

$$\frac{dN}{dt} = \frac{\beta i^+}{q} = \frac{\beta K p i^-}{q}.$$

Считая газ идеальным, а объемную скорость определяя как $s = Vd(\ln p)/dt$, V — объем, получаем

$$s = \frac{\beta K i^-}{q \gamma},$$

где γ — переводный множитель от концентрации к давлению ($3,5 \cdot 10^{19}$ на 1 *тор/л*). Если вероятность попадания ионов на коллектор равна единице, т. е. если $\beta = 1$, то скорость ионов откачки максимальна. Фактически за сеткой образуется примерно в четыре раза больше ионов, чем внутри ее. Эти ионы откачиваются держателями нити или корпусом, независимо от того, является он металлическим или стеклянным, ибо в последнем случае на его поверхности неизбежно образуется тонкая пленка испаряющегося металла. Следовательно, максимальная скорость ионной откачки в БАМ равна примерно $K i^{-1}$, или 0,1 *л/сек*. Хотя измеряемая в начале скорость откачки почти равна этой максимальной скорости, она падает с уменьшением откачиваемого газа, пока не устанавливается динамическое равновесие между скоростью захвата попадающих на поверхность ионов и скоростью освобождения внедрившегося газа.

Второй механизм, приводящий к изменению среды в манометре, связан с химическими реакциями молекул газа на горячей нити. Эти реакции не только удаляют молекулы из газовой фазы, но могут также изменять сорт газа в манометре. Некоторые из существенных реакций связаны с присутствием в нити примеси углерода. При наличии таких газов, как водород, кислород и пары воды, возникают значительные парциальные давления окиси углерода, углекислого газа и метана. Тогда в силу изменения вероятности ионизации измеряемое манометром давление будет ошибочным. Может возникнуть и еще худшая ситуация — в манометре может образоваться сравнительно высокое парциальное давление примеси.

* Количество примеси углерода в вольфрамовых нитях, который является источником образования СО и СН₄, можно уменьшить предварительным прокаливанием нити примерно в течение часа при температуре выше 2000 °К и при динамическом давлении кислорода около 10^{-6} *тор*⁷. При этом углерод диффундирует к поверхности и, вступая в реакцию с кислородом, образует молекулы СО, которые удаляются вакуумным насосом.

Кроме этих реакций, приводящих к изменению состава газа и к образованию примесей, существуют и другие механизмы, непосредственно

удаляющие молекулы из газообразной фазы. Например, кислород, вступая в реакцию, образует на поверхности нити окись вольфрама, которая имеет более высокое давление паров и конденсируется на корпусе или на первой попавшей ей на пути холодной поверхности. Кроме того, при температуре нити выше 1650°K диссоциация молекул становится существенной и атомарный кислород адсорбируется и вступает в химические реакции с атомами или молекулами на корпусе или на других поверхностях с образованием устойчивых адсорбированных веществ⁸. В обычном БАМ, где ток эмиссии вольфрамовой нити равен 10 ма , скорость откачки, связанная с диссоциацией молекул кислорода, может достигать $0,5\text{ л/сек}$.

Для снижения эффектов, связанных с наличием горячей нити, пытались снизить температуру эмиттера. С большим успехом были испробованы эмиттирующие поверхности с более низкой работой выхода, чем у вольфрама. Смеси из бария и окиси стронция, которые используются в выпускаемых промышленностью электронных трубках, неприменимы, поскольку их эмиссия невероятно чувствительна к химически активным газам и к соприкосновению с атмосферой даже при комнатной температуре. Нашли широкое применение нити из покрытого торием тугоплавкого металла. При той же плотности тока эмиссии торированные нити работают при температурах на 500°C ниже, чем вольфрамовые, и обладают более низкой скоростью испарения эмиттирующей поверхности. Торированный иридий имеет дополнительное достоинство — он не портится при соприкосновении с атмосферой в еще горячем состоянии. Нити из торированного вольфрама или иридия особенно хороши при работе с кислородом, водяными парами и водородом⁸. Для уничтожения химической откачки были испробованы и другие методы, не приведшие к существенным результатам.

Третий механизм удаления газа — сорбция его на чистых поверхностях внутри манометра. Обычно этот механизм существует только после обезгаживания манометра в результате нагрева. В этом случае измеряемое давление ниже истинного. Таким образом, если проводимость газа между манометром и остальной частью вакуумной системы меньше эквивалентной скорости откачки на поверхностях манометра, давление в манометре будет ниже, чем в системе, на величину, равную отношению скорости откачки к проводимости. При хорошо обезгаженном манометре, соединенном с вакуумной системой трубкой диаметром 1 см и длиной 15 см , истинное давление может превысить показания манометра в 10 раз. Однако эта ошибка падает до нуля как только поверхности манометра насыщаются монослоем газа, после чего адсорбция прекращается.

Другая трудность, аналогичная вышеописанной, возникает, когда манометр соединяется с рабочим вакуумом длинными трубками⁹. В этом случае происходит адсорбция газов в трубках. Этот эффект наиболее ощутим при наличии масляных и водяных паров, хотя обычно методика получения сверхвысокого вакуума исключает возможность их возникновения. Окись углерода также может привести к осложнениям, поскольку она относительно долго задерживается на таких поверхностях, как стекло, из которых часто делают соединительные трубки^{10,11}. Таким образом, молекула СО на своем пути из вакуумной системы к манометру адсорбируется и десорбируется, и полное время ее пребывания в адсорбированном состоянии много больше времени пребывания в газовой фазе. Более того, существует большая вероятность, что молекулы СО будут удаляться в самом манометре в результате ионной откачки или химических реакций, и тогда истинное давление будет выше измеренного на порядок величины. Аналогичным образом, если источником СО является сам манометр, то давление в нем может превысить «истинное» давление в остальных частях вакуумной системы.

Большая часть рассмотренных до сих пор трудностей, связанных с использованием БАМ, относится также в той или иной степени и к другим манометрам для измерения полного давления. Возможно, главным преимуществом БАМ является простота структуры его электродов. Полная площадь и объем металлических электродов малы, и манометр легко обезгазить. Наиболее эффективный метод обезгаживания — электронная бомбардировка. В этом случае на электроды можно подать напряжение, меньшее или равное киловольту, при мощности $0,1-0,2 \text{ квт}$ без существенного их испарения. Для адекватного обезгаживания сетки и коллектора потребуются по крайней мере получасовой их прогрев при температуре $1500-2000^\circ\text{K}$. Если нить манометра покрыта ThO_2 или LaB_6 , то обезгаживание нельзя производить переменным током, ибо в этом случае катод будет неисправимо поврежден в результате ионной бомбардировки. Обезгаживание сетки с помощью омического нагрева при работе со сверхвысоким вакуумом непригодно, поскольку необходимая для этого высокая температура приводит к короблению сетки.

УСОВЕРШЕНСТВОВАННЫЕ МАНОМЕТРЫ С ГОРЯЧИМ КАТОДОМ

Модуляционная методика — один из способов расширения нижнего предела чувствительности БАМ на порядок величины. Были сконструированы манометры, нижний предел измерения которых значительно ниже, но они не столь просты, как БАМ. Первый из них — манометр с дополнительными электродами, обеспечивающими подавление паразитных токов. Эти добавочные электроды обеспечивают фокусировку на коллекторе ускоряемых от сетки ионов и заставляют вернуться к коллектору фотоэлектроны, инжектируемые из него мягким рентгеном. Дополнительный электрод расположен таким образом, что он «не виден» с сетки, и мягкое рентгеновское излучение на него попасть не может. Таким образом, от этого электрода к коллектору не может течь никакой электронный ток. Однако коэффициент отражения мягкого рентгена составляет примерно 25%, и поэтому все еще создают трудности фотоэлектроны, связанные с отраженным рентгеновским излучением. Рэдхед и Хобсон¹² показали, что такой манометр способен измерять давления в области 10^{-13} тор . Добавочный электрод-модулятор позволил им расширить область измерений еще на порядок. И все же проблема фотоэлектронов и паразитного ионного тока, связанного с десорбцией ионов под влиянием электронов, послужила, по-видимому, причиной того, что этот манометр не вошел в практику.

В манометре с «утопленным» коллектором и вытягивающими («экстрагирующими») электродами¹³ были объединены лучшие черты предшествующих манометров. В этом манометре внутри сетки происходит эффективное образование ионов, а вытягивающие и фокусирующие электроды обеспечивают успешное собирание ионов коллектором. Здесь эмиссионные токи несколько ниже — порядка 1 ма , поскольку при более высоких токах пространственный заряд внутри сетки нарушает фокусировку ионов. Один из таких манометров, предложенный Рэдхедом, изображен на рис. 5. Чувствительность этого манометра такая же, как и у БАМ. Коллектор ионов «виден» с сетки под столь малым телесным углом, что мягкое рентгеновское излучение дает очень слабый паразитный ток. Этим манометром можно измерять давления в 100 раз более низкие, чем БАМом. Здесь геометрия электродов снижает также паразитный ток, связанный с образованием ионов на поверхности. Снижению этого тока способствует, кроме того, более высокая кинетическая энергия образующихся на поверхности ионов, что позволяет им оседать на поверхности корпуса, рефлектора и на экране, а не на небольшой поверхности коллектора. Относительный вклад

образующихся на поверхности ионов здесь в 500 раз меньше, чем в БАМ. Даже при отсутствии электрода-модулятора область давлений, измеряемых этим манометром, достигает легко получаемого теперь сверхвысокого вакуума, скажем 10^{-12} тор.

В манометре с наклонным пучком ¹⁴ ионы «вытягиваются» из объема внутри сетки и отклоняются электростатическим полем на 90° в направлении коллектора. Таким образом, коллектор ионов не может непосредственно «видеть» мягкое рентгеновское излучение сетки. Эффект десорбированных электронами ионов снижается в 30 раз по сравнению с БАМ и в 500 раз по сравнению с манометром с вытягивающими электродами.

Совершенно иной подход использован при создании «орбитронного» манометра ¹⁵. Поскольку паразитные токи связаны с собиранием ионизирующих электронов на поверхностях, в этом манометре с помощью увеличения проходимого электроном пути повышено количество ионов на один электрон. В манометре-орбитроне ионизирующие электроны возвращаются в электростатическом поле с коаксиальной геометрией. При точной конструкции средняя длина свободного пробега электрона достигает 1000 м, что в 10^5 раз больше, чем в БАМ. Следовательно, можно использовать эмиттер с небольшой площадью поверхности и работать со значительно более низкими температурами накала, что снижает химическую активность и изменение состава газа на самой нити. Полная мощность диссипации снижается, и поэтому сильно уменьшается дегазация. Мягкий рентген сохраняется, что приводит к паразитному току, соответствующему давлению примерно 10^{-11} тор.

Из всех этих манометров с горячими катодами для работы в области давлений 10^{-10} тор или выше наиболее удобен БАМ с модулятором, а для работы с более низкими давлениями — манометр с вытягивающими электродами. Эти манометры наиболее надежны; проходящие в них процессы просты, и они наиболее удобны в эксплуатации.

МАГНИТНЫЕ МАНОМЕТРЫ

Аналогично орбитронным манометрам магнитные манометры снижают паразитные токи в результате увеличения средней длины свободного пробега электрона. Один из пионеров вакуумной техники — Геде ¹⁶ пользовался таким манометром задолго до того, как возник интерес к измерениям сверхвысокого вакуума. Позже Пеннинг ¹⁷ достиг успеха не только при

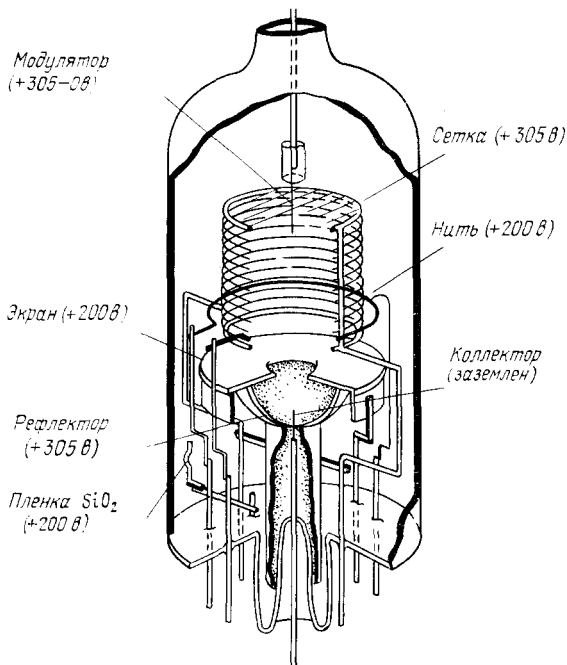


Рис. 5. Манометр с вытягивающими электродами для измерения давлений от 10^{-4} до 10^{-13} тор. Паразитные токи снижены, поскольку на коллектор не попадает мягкое рентгеновское излучение, а также снижена эффективность собирания образующихся на поверхности ионов.

измерениях, но и в вакуумной откачке, проводя эксперименты с разрядом в перекрещивающихся полях (см. статью Тома на стр. 150).

Манометр Пеннинга состоит из цилиндрического анода с электрически изолированными колпачками на концах, которые играют роль холодных катодов. Манометр находится в аксиальном магнитном поле порядка 1000 *гс* или выше. Радиальное электрическое поле образуется в результате возникновения в области анода электронного пространственного заряда (с концентрацией от 10^9 до 10^{10} электрон/см⁻³), и аксиальный потенциал снижается до потенциала катода. Электроны могут дрейфовать перпендикулярно магнитному полю и достигают анода только после ряда столкновений с молекулами остаточного газа. Возникает такое равновесие, при котором сохраняется пространственный заряд. Катодный ток зависит от давления, а паразитные токи незначительны. После тщательной калибровки манометры такого типа могут измерять полное давление в области сверхвысокого вакуума. Однако зависимость ионного тока от давления не является простой линейной зависимостью. В среднем катодный ток увеличивается с увеличением давления по степенному закону с показателем степени 1,1—1,4. Неустойчивость пространственного заряда приводит к резким изменениям чувствительности, к наличию двух устойчивых состояний и к гистерезису.

При низких давлениях в интересующей нас области развитие разряда происходит медленно и непредсказуемым образом. Для преодоления этих недостатков было предложено несколько способов — введение поджигающей нити, которую можно накалять на очень короткое время для введения электронов, способствующих образованию разряда, введение в катод β -излучающего изотопа, такого, как ^{63}Ni , и использование внешнего источника — либо ультрафиолетового света (если корпус металлический), либо излучателя γ -квантов, каким является ^{60}Co . Еще один недостаток манометра Пеннинга — высокая скорость откачки. По-видимому, на этот манометр можно надежно полагаться только при грубых оценках давления по порядку величины.

Два аналогичных манометра с перекрещивающимися полями были созданы Рэдхедом — это магнетронный манометр¹⁸ и инверсионно-магнетронный манометр¹⁹. В обоих манометрах электроды с цилиндрической симметричной геометрией расположены во внешних аксиальных магнитных полях. Как и в манометре Пеннинга, главным препятствием на пути их широкого распространения послужила не только необходимость приложения магнитного поля, но также отсутствие линейной зависимости тока от давления и ошибочные показания, возникающие при изменениях электронного пространственного заряда.

В связи с нелинейностью зависимости тока от давления экстраполяция данных от калибровочных при давлениях больше 10^{-7} *тор* может привести к грубым ошибкам. Но, несмотря на все эти трудности, манометр Пеннинга, магнетронный и инверсионно-магнетронный манометры при соответствующей конструкции и правильной интерпретации результатов можно использовать до давлений примерно 10^{-12} *тор*. В них не возникает проблемы десорбции ионов и отсутствуют химические реакции на горячей нити. Однако высокая скорость селективной откачки химически активных газов несколько снижает их вышеперечисленные достоинства.

Магнетронный манометр с «теплым» катодом, дающий желаемую линейную зависимость, был сконструирован Лафферти²⁰. Рабочая температура катода не превышает 1000 °K, и требуется невысокое магнитное поле, примерно в пять раз меньшее, чем для других манометров с перекрещивающимися полями. Эффект мягкого рентгена небольшой — эквивалентен давлению меньше $2 \cdot 10^{-14}$ *тор*; считают также, что паразитные токи,

связанные с десорбцией ионов электронами, очень малы. Эксплуатация манометра нелегка по причине колебаний пространственного заряда и в связи с тем, что электроны с высокими энергиями попадают на коллектор. В связи с этим электронный ток не должен превышать 10^{-7} а, а устойчивость — функция положения магнита. И, несмотря на то, что манометр обладает хорошей чувствительностью и его ток линейно зависит от давления до 10^{-13} тор, измерения с его помощью далеко не просты, по крайней мере в настоящее время. Из всех манометров, измеряющих полное давление при исследованиях Луны и космоса в качестве датчиков используют пока лишь магнетронный манометр и БАМ.

МАНОМЕТРЫ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ПАРЦИАЛЬНОГО ДАВЛЕНИЯ

Показания манометров полного давления становятся все менее надежными с уменьшением давления. При приближении к предельно достижимому вакууму миграция газов из вакуумной системы и насосов становится все

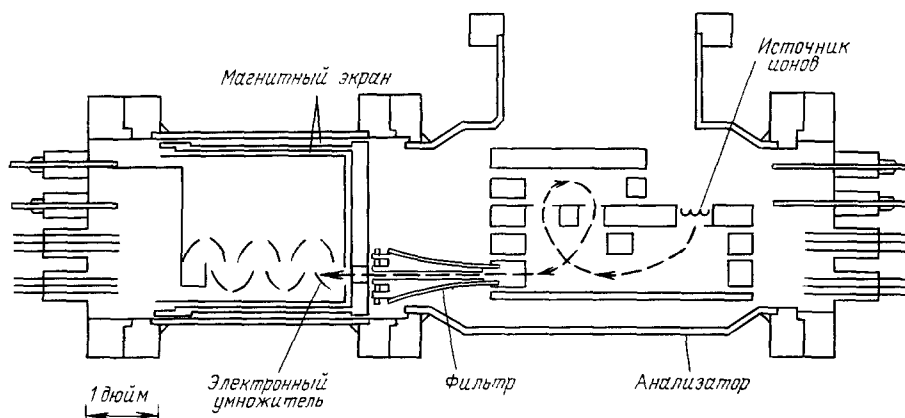


Рис. 6. Газоанализатор с циклоидной траекторией ионов.

Схематически показаны основные черты манометра парциального давления. Ионный источник «снимает» электроны с молекул газа, а с помощью магнитного поля, перпендикулярного плоскости рисунка, производится ионный анализ газа. Штриховая линия — траектория ионов газа.

более и более существенной. Возникает необходимость в информации, которую не может дать манометр полного давления. Кроме того, с усложнением эксплуатации манометра и интерпретации результатов, почему бы для получения большей информации не усложнить измерения еще больше и не начать пользоваться газоанализаторами? Несколько типов газоанализаторов выпускает промышленность: выбор газоанализатора в значительной степени произволен. Их общий недостаток — трудность обезгаживания, что усложняет определение относительного процентного вклада каждого газа из системы и из самого газоанализатора. Чтобы вся система в целом могла работать, сам прибор должен, конечно, выдерживать нагрев до 400°C . На рис. 6 изображена схема манометра парциального давления.

Газоанализатор, используемый для разделения компонент газа, не должен обладать высоким разрешением, как у аналитического масс-спектрометра; обычно приходится иметь дело лишь с простыми газами с массами, меньшими 50 атомных масс. Газоанализатор должен быть оборудован электронным умножителем, чтобы можно было повысить ионные токи до подачи их в электронный усилитель. Для работы требуется, чтобы коэффициент усиления электронного умножителя был заранее известен и стабилен.

Как и в случае манометров для измерения полного давления, здесь также могут возникать паразитные токи. Например, когда испускаемые нитью фотоны или мягкое рентгеновское излучение от источника ионов попадают в умножитель, они увеличивают фоновый сигнал. Кроме того, в спектре могут появиться дополнительные паразитные максимумы; чаще всего они связаны с электронной десорбцией ионов с поверхностей ионного источника.

Скорость ионной откачки обычно меньше, чем при измерении полного давления, хотя ее нельзя игнорировать полностью. Низкие скорости откачки связаны в первую очередь с тем обстоятельством, что при данном давлении ионный источник в силу своего устройства и режима работы дает меньше ионов. В приборах с магнитным сектором ионы ускоряются до значительно больших энергий, чем в приборах других типов; таким образом, можно ожидать, что скорость ионной откачки становится несколько выше. Как и для манометров полного давления, проводимость между газоанализатором и остальной частью системы должна быть высокой. Кроме того, для уменьшения эффектов ионной откачки и скопления газа на ионном источнике он должен быть «открытым».

Первым анализатором, широко применяемым при исследованиях сверх-высокого вакуума, был омегатрон²¹. Он все еще широко применяется в работах, связанных с электронноламповой промышленностью, особенно в Европе. Несмотря на его сравнительную простоту и компактность, он не нашел применения в научных исследованиях, главным образом в связи с необычайно низким положительным ионным током на выходе, что затрудняет и ограничивает применимость прибора при низких давлениях. Выходной ток мал в связи с необходимостью слабого ионизирующего электронного тока (порядка 10 мка или ниже) и из-за отсутствия электронного умножителя.

Другое устройство с перекрещивающимися полями, не находящее очень широкого использования, — спектрометр с циклоидной траекторией ионов (см. рис. 6). Здесь ионы можно экстрагировать к заэкранированному электронному умножителю, расположенному вне области действия магнитных полюсов (при условии, что ионы можно поворачивать не на обычные 2π радиан, а на $5\pi/2$ радиан). В этом случае можно достичь чувствительности парциального давления меньше 10^{-14} тор. Широко используя такой тип газоанализатора, автор пришел к выводу, что он обладает существенным преимуществом по сравнению с газоанализатором с магнитным сектором, а именно — отсутствием ионных пиков, связанных со скоплением ионов на поверхностях. Поскольку ионный источник находится в магнитном поле, электронный пучок строго ограничен и попадает лишь на поверхности, расположенные таким образом, что любые уходящие с них ионы не могут попасть в газоанализатор.

Масс-спектрометры с магнитными секторами изготавливаются с углами отклонения 60, 90 и 180°, хотя прибор с отклонением на 180° трудно оборудовать электронным умножителем. В распространенных масс-спектрометрах с углами отклонения 60 и 90° источник ионов и детектор вынесены за пределы магнитного поля и расположены в анализаторе. В результате ионный источник можно не экранировать, т. е. по существу он полностью открыт для воздействия окружающей среды, а умножитель в магнитной экранировке не нуждается. Дэвис усовершенствовал прибор с углом отклонения 90° и произвел его калибровку; он показал, что она линейна до давлений по крайней мере 10^{-14} тор²². При обычном горячем катоде и при ионном источнике с электронной бомбардировкой получаемый спектр легко интерпретировать. Как показал Дэвис, основные пики в спектре, получаемые на таком масс-спектрометре при давлениях ниже 10^{-10} тор, связаны

с образующимися на поверхности ионами. Эти максимумы (в порядке убывания) возникают при следующих отношениях массы к заряду: 19 (F^+), 16 (O^+), 35 и 37 (Cl^+) и 23 (Na^+). Кроме решения этой проблемы, Дэвису удалось также уменьшить дегазацию с помощью магнетронного источника с «теплым» катодом, очень похожего на описанный выше манометр Лафферти²⁰.

Нашли широкое применение газоанализаторы квадрупольного типа, существенное преимущество которых — отсутствие магнитного поля. Такой динамический анализатор предложил Поул²³. Затем появился монопольный анализатор²⁴. Оба эти прибора были приспособлены для анализа остаточного газа. К числу их достоинств относится компактность, относительно небольшая площадь поверхности электродов, возможность с помощью изменения прилагаемых полей использовать разрешающую способность для повышения чувствительности и легкость сочетания с незаэкранированным источником ионов. Главный недостаток связан с тем, что ионный источник, газоанализатор и детектор расположены на одной линии друг за другом. Детектор нужно экранировать от фотонов, испускаемых ионным источником. Кроме того, точность расположения создающих поле электродов должна сохраняться после обезгаживания с нагревом до 400 °K.

Анализ газа при давлениях меньше 10^{-10} тор показывает, что главный остаточный газ — H_2 и газы с массой 28 атомных масс — в основном CO. По-видимому, эти газы являются доминирующими независимо от способа откачки или от свойств стенок вакуумной установки. (Когда используют стекло, основным остаточным газом часто является гелий, но при его инертности это не так страшно.) Во многих анализах, полученных в системах с предельным разрежением, в основном остаются газы, образующиеся, по-видимому, в ионном источнике самого прибора. Водород и углерод, являющиеся примесями всех металлов, диффундируют наружу. Окись углерода покрывает поверхности и медленно десорбирует при комнатной температуре и при освещении; этот газ особенно трудно удалить. В некоторых случаях остаются значительные количества метана, но это зачастую является следствием недостаточно эффективного адсорбирования метана свежеепаренной металлической пленкой и результатом его синтеза в магнитоизрядных насосах.

При некоторых определенных условиях могут оказаться пригодными и другие методы анализа. Например, можно адсорбировать газ на поверхности либо химическим, либо физическим способом, и после заранее заданного времени накопления произвести его десорбцию в результате нагрева. Вид газа определяется с помощью масс-спектрометра или по температуре десорбции. В последнем случае даже после тщательной предварительной калибровки интерпретация результатов очень трудна, поскольку метод не обладает столь высоким разрешением, как описанные выше газоанализаторы.

В этом кратком обзоре мы вынуждены были оставить без обсуждения затруднительную, но необходимую процедуру калибровки манометров для измерения как полного, так и парциального давления. Ртуть остается единственным первичным эталоном, а калибровка с помощью ртутного манометра Маклеода ограничена давлениями примерно 10^{-4} тор. Чтобы расширить область давлений на много порядков до интересующего нас сверхвысокого вакуума, необходимо пользоваться перекрывающимися вторичными эталонами.

В заключение мы рекомендуем очень критично относиться не только к чужим данным, но и к своим собственным измерениям. А при работе с вакуумом ниже 10^{-8} тор особенно важны комбинированные измерения полного и парциального давлений.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. R. T. Bayard, D. Alpert, Rev. Sci. Instr. **21**, 571 (1950).
2. W. B. Nottingham, Proc. of the MIT Conference on Physical Electronics, 1947.
3. P. A. Redhead, Rev. Sci. Instr. **31**, 343 (1960).
4. J. P. Hobson, J. Vac. Sci. and Technol. **1**, 1 (1964).
5. P. A. Redhead, Vacuum **13**, 253 (1963).
6. W. H. Hayward, R. L. Jepsen, P. A. Redhead, Trans. of the 10th American Vacuum Society National Vacuum Symposium, N. Y., Macmillan, 1963, p. 228.
7. J. A. Becker, E. J. Becker, R. G. Brandes, J. Appl. Phys. **32**, 411 (1967).
8. J. H. Singleton, J. Chem. Phys. **45**, 2819 (1966).
9. J. Blears, Proc. Roy. Soc. (L.) **A188**, 62 (1947).
10. E. Apgar, Proc. of the 2nd European Vacuum Symposium, 1963, p. 223.
11. W. C. Schuermann, Rev. Sci. Instr. **34**, 700 (1963). (см. перевод: Приб. научн. иссл. **34**(6), 91 (1963)).
12. P. A. Redhead, J. P. Hobson, Brit. J. Appl. Phys. **16**, 1555 (1965).
13. P. A. Redhead, J. Vac. Sci. and Technol. **3**, 173 (1966).
14. J. S. Helmer, W. H. Hayward, Rev. Sci. Instr. **37**, 1652 (1966) (см. перевод: Приб. научн. иссл. **37** (12), 12 (1966)).
15. E. A. Meyer, R. G. Herb, J. Vac. Sci. and Technol. **4**, 63 (1967).
16. W. Gaede, Zs. Techn. Phys. **15**, 664 (1934).
17. F. M. Penning, K. Neinhuis, Philips Tech. Rev. **11**, 116 (1949).
18. P. A. Redhead, Canad. J. Phys. **37**, 1260 (1959).
19. J. P. Hobson, P. A. Redhead, Canad. J. Phys. **36**, 271 (1958).
20. J. M. Lafferty, Trans. of the 6th American Vacuum Society National Vacuum Symposium, N. Y., Pergamon Press, 1960.
21. D. Alpert, J. Appl. Phys. **24**, 860 (1953).
22. W. D. Davis, J. Vac. Sci. and Technol. **5**, 23 (1968).
23. W. Paul, M. Raether, Zs. Phys. **140**, 262 (1955).
24. U. von Zahn, Rev. Sci. Instr. **34**, 1 (1963) (см. перевод: Приб. научн. иссл. **34** (1963)).
- 25*. А. М. Григорьев, ПТЭ, № 6, 10 (1959) *).
- 26*. Г. А. Ничипорович, ПТЭ, № 6, 125 (1966)

*) Литература, помеченная звездочкой, добавлена при переводе. (Прим. ред).