

在超高真空中用加热银管获得纯氧的方法和气体的质谱分析*

范荣团 王智敏

(中国科学院电子学研究所)

杨自健

(中国科学院科学仪器厂)

(一) 引言

我们知道,在真空条件下可以由化学反应产生氧,例如,加热氧化亚铜、氧化锰或过氧化钡等;也可通过真空阀门向真空室内放入纯氧;而通过加热银管向系统内放入高纯氧则是较简便的方法,这是本文所要讨论的内容。当然,更新的获取高纯氧的方法是用氧化钙稳定氧化锆作渗透膜^[1,2]。

(二) 实验技术和结果

我们的实验系统如图1所示。它包括抽速为60 l/s的三极式溅射钛离子泵(日本NENA公司),四极滤质器(Quad 110, EAI),银管(长150mm, 外径3mm, 壁厚0.15mm),加热器,热偶以及有关电源和温度显示器。

试验前,银管须在辅助真空系统上预热除气8小时。加热温度为250—300℃,系统真空度为 10^{-7} — 10^{-8} 托。这主要是除去银管的水汽、有机物以及硫等污染物^[3]。然后及时将银管移至测试分析系统上。开始实验前,把银管再次加热到300℃,保持8小时,然后降至室温。在室温下测量系统内残余气体的质谱,所得结果如图2所示。由谱图可见,质量数为2、18、28的谱峰高些,我们认为这是氢、水汽、一氧化碳和少量氮。与谱图相应的毫伏数和分压强列于表1。我们采用“等效氮压强法”^[4,5]计算不同质量数的气体的分压强。

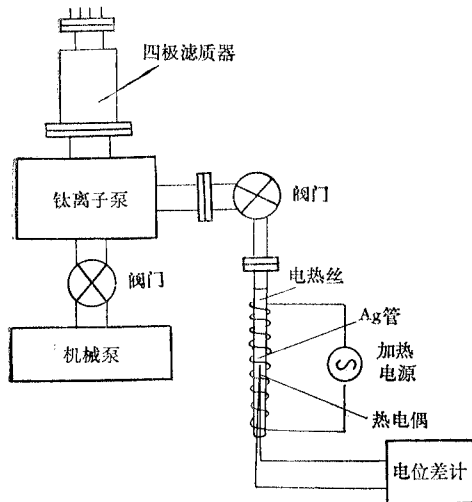


图1 银管加热放氧装置和质谱分析系统

Fig. 1 The set up for generating oxygen by heating silver tube and the analysis system of mass spectrometry

其后,我们在不同温度下(室温100、200、300、400、450、500、550、600、650、700、730℃)对银管进行了三次实测。第一、二次实验时系统的初始真空度分别为 8.8×10^{-9}

* 1981年10月23日收到

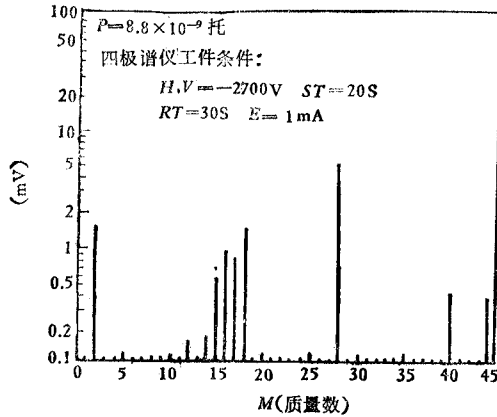


图2 室温下带银管的超高真空系统内的质谱图真空度 8.8×10^{-9} 托; 滤质器工作条件: 电子倍增器高压 $HV = -2700V$; 扫描时间 $ST = 20S$; 上升时间 $RT = 30S$; 发射电流 $E = 1mA$.

Fig. 2 The mass spectrums in the UHV system with silver tube at room temperature

表1 输出毫伏数和分压强

Tab. 1 Output in millivolts and partial pressures

质量数	2	12	14	15	16	17	18	28	40	44
输出 (mV)	1.5	0.12	0.18	0.55	0.9	0.7	1.4	5	0.3	0.28
分压强(托)	1.8×10^{-9}	1.4×10^{-10}	2.1×10^{-10}	6.4×10^{-10}	1×10^{-9}	8×10^{-10}	1.6×10^{-9}	5.8×10^{-9}	3.5×10^{-10}	3.3×10^{-10}

托和 2.6×10^{-8} 托; 第三次实验时系统的初始真空度为 1.5×10^{-8} 托。每次实验之后, 排气的时间间隔不等, 第一、二次实验间隔约为 0.5h; 第二、三次之间排气时间约 2.5h。从三次的实验结果看出, 随着温度的增高, 各种质谱峰也增高。图 3 给出了质量数为 2、12、14、16、18、28、32、40 和 44 的质谱峰随温度的变化(实验中观察了 2—44 质量数的谱峰)。由图可见, 它们之中以 28、32 的峰增高较快。28 的质谱峰从 5 mV 增至 700 mV。由计算得相应的分压从 5.8×10^{-9} 托增至 8.16×10^{-7} 托; 32 的质谱峰从 0.08 mV 增至 600 mV。计算得相应的分压强从 1.17×10^{-10} 托增至 7×10^{-7} 托。从图还可见, 温度升高时, 氧压增加很快。温度从 $550^\circ C$ 增高到 $600^\circ C$, 氧压从 5.3×10^{-9} 托增至 2.1×10^{-8} 托; 温度从 $650^\circ C$ 增高到 $730^\circ C$, 氧压则从 1.28×10^{-7} 托增高到 7×10^{-7} 托。而其它质量的谱峰也是从 $600^\circ C$ 开始增高较快, 这说明这些气体是从银管材料内部向外扩散出来

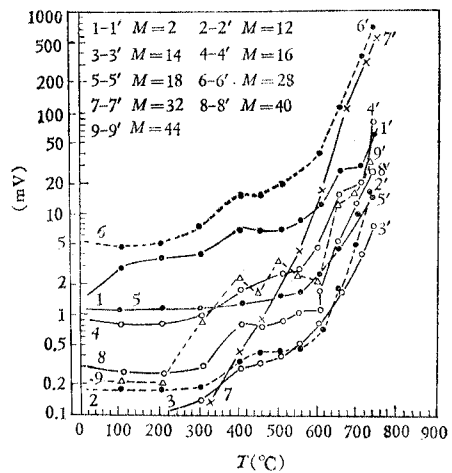


图3 不同质量数的质谱峰随温度的变化

Fig. 3 The variations of the peaks of the mass spectrums of the different masses with the temperature

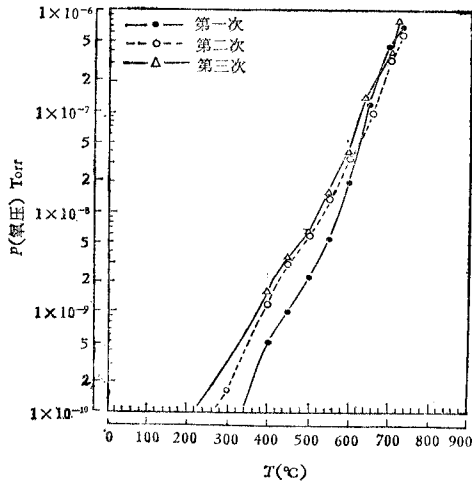


图 4 (a) 渗透过银管的氧压随加热温度的变化曲线
Fig. 4(a) The variation of the pressures of oxygen permeated through silver tube with the temperature

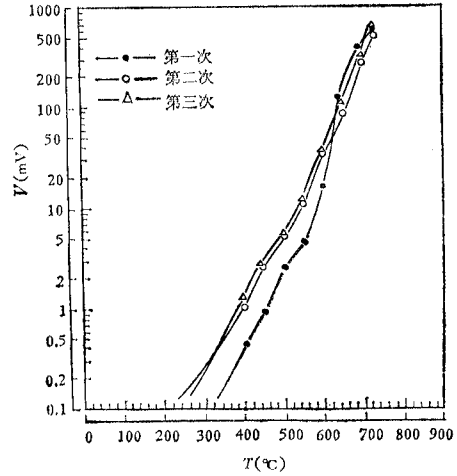


图 4 (b) 渗透过银管的氧质谱峰的峰高随温度的变化
Fig. 4(b) The variation of the peaks of oxygen permeated through silver tube with the temperature

的。

图 4(a)、(b) 给出了氧压和氧谱峰峰高随温度的变化曲线。图 4 (a) 给出了三次实验的结果。实验曲线的一致性较好,特别是在高温区,即在氧大量从空气中经银管壁渗入真空系统内的温度区,曲线基本重合,这说明重复性较好。由此可知,可以利用控制银管的

加热温度来控制渗透氧的压强,达到控制所需要氧量的目的。从图 4 (b) 中可见在三次实验中,在同一温度下,质量数为 32 (氧) 质谱峰峰高基本上相等,这说明实验的重复性好。特别是在高温区,几乎全部重合。

在图 5 中给出了在特定温度下 (600、650、700 和 730°C) 不同质量数的质谱峰峰高的变化。由图可见,在质量数 1—44 范围内,在质量数 2、16、28 和 32 附近出现质谱峰的高峰,说明系统内含有的这几种气体较多;另外,从图中可见,同一质量数的质谱峰峰高随温度的变化。于是,我们也可用此图来控制所需氧气的量。

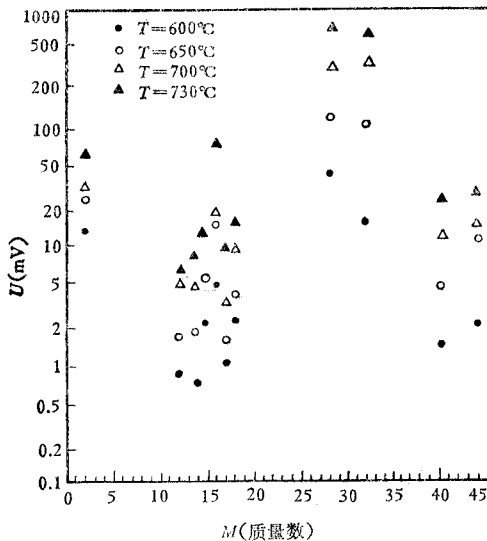


图 5 某些特定温度下不同质量数的质谱峰峰高的变化
Fig. 5 The variation of the peaks of the mass spectrums with the mass numbers at some specified temperatures

延长越来越少,其中包括氢、一氧化碳、二氧化碳和水等有害物质以及其它碳氢化合物。

另外,从实验中发现,随着实验次数的增加,在同一温度下质量数为 2、12、14、15、17、18、26、40 和 44 的谱峰逐渐下降,这说明系统内这些质量数的气体随加热除气的时间的

而质量数 16、32 却随温度增加而增加；且在相同温度下谱峰基本上不变。16、32 峰就是我们所需要的氧的质谱峰。

(三) 结论

在超高真空系统中用加热银管的方法能获得高纯氧。这种氧源的氧的分压强随银管的长度、直径和加热温度而变化。对一确定尺寸的银管产生的氧量只随加热温度而变化。因此，控制加热温度就能控制氧量。在我们的系统中可获得 10^{-10} — 10^{-7} 托的氧压（最高加热 730°C ）。这种系统放气 (O_2) 的速率重复性好，氧量易于控制；不需要机械阀门，使用方便；且成本低，寿命长，整个系统都可以烘烤。

本项工作中得到沃连恩、范炳林、张惠英、白绍英、张书丹、苏维骏、董勤珍、韩宝玉等同志的帮助和支持，在此一并表示感谢。

参 考 文 献

- [1] C. J. Mogab, Rev. Sci. Instr., **43**(1972), 1605.
- [2] R. J. Brook et al., J. Electrochem. Soc., **118**(1971), 185.
- [3] L. C. Beavis, Rev. Sci. Instr., **43**(1972), 122.

A METHOD OF OBTAINING PURE OXYGEN BY HEATING SILVER TUBE AND GASES ANALYSIS BY MASS SPECTROMETRY IN THE ULTRA-HIGH- VACUUM SYSTEM

Fan Rong-tuan, Wang Zhi-min
(*Institute of Electronics, Academia Sinica*)

Yang Zi-jian
(*Scientific Instrument Factory, Academia Sinica*)

A method for obtaining pure oxygen by heating silver tube and its device are described. The mass-spectrums of some gases have been measured, and its partial pressures have been calculated. Corresponding oxygen pressures have been obtained when silver tube was heated to different temperatures.