

真空的获得、测量与校准

实验者：余钊焕 合作者：朱 可
(中山大学理工学院, 物理学专业 2006 级, 学号 06324043)
2008 年 12 月 5 日

【实验目的】

1. 熟悉真空技术的基本知识。
2. 用膨胀法校准热偶式真空计。

【实验原理】

(一) 真空技术基础

1. 真空的物理特点

真空度的高低用气体的压强来描述, 压强愈低, 表示真空度愈高。在真空技术中常用的压强单位是帕 (Pa), 托 (Torr) 和毫米汞柱 (mmHg), 它们之间的关系是:

$$1 \text{ Torr} = 133.3324 \text{ Pa}, \quad 1 \text{ Pa} = 7.50062 \times 10^{-3} \text{ Torr}, \quad 1 \text{ Torr} \approx 1 \text{ mmHg}.$$

按真空度的高低可将真空状态分为如下几个区间: 粗真空区间 ($760 \sim 10 \text{ Torr}$), 低真空区间 ($10 \sim 10^{-3} \text{ Torr}$), 高真空区间 ($10^{-3} \sim 10^{-8} \text{ Torr}$), 超高真空区间 ($10^{-8} \sim 10^{-14} \text{ Torr}$), 极高真空区间 ($< 10^{-14} \text{ Torr}$)。

2. 真空的获得

真空获得是指使用各类真空泵对容器进行的抽气过程, 真空泵按其工作原理的不同有很多种类, 如机械泵、油扩散泵 (分为玻璃扩散泵和金属扩散泵)、罗茨泵、低温冷凝泵、溅射离子泵、钛升华泵、涡轮分子泵及吸附泵等, 最常用的真空泵是机械泵和油扩散泵。

(1) 旋片式机械真空泵

旋片式机械真空泵的工作原理是: 周期性地增大或减少泵内空腔的容积, 膨胀时与进气口相通, 压缩时又正好与排气口相接, 使被抽气体不断地流经泵内并排出泵外, 从而获得真空。

(2) 直联式机械泵

目前已有有可能在中小型泵中把转子的转速提高到 1450 转/分, 这样泵的体积可大大缩小, 重量减轻、成本降低。转子转速采用 1450 转/分, 这数值刚好与一般三相感应电动机的转速相同。因此, 电动机和泵转轴间可直接连接, 这种泵称为直联泵, 相比于旋片式机械泵具有振动低和噪声小的优点。

(3) 油扩散泵

油扩散泵常用于获得高真空，其工作原理是利用气体扩散现象来抽气。目前广泛使用的三级或四级扩散泵都是分馏式的，它们的极限压强（即极限真空度）可达 $10^{-7} \sim 10^{-9}$ Torr 之间，视所用的油质量及防止返流的措施情况而定。

3. 真空的测量

真空计分两大类，一类是能够从它本身所测到的物理量直接算得压强的，称绝对真空计，例如 U 型管真空计和压缩式真空计；另一类则需依靠校准才能算得压强，称为相对真空计，例如热电偶真空计和热阴极电离真空计等。

(1) U 型管真空计

U 型管真空计也就是 U 形压强计，利用连通的两端的液面高度差直接测量。如图 1 所示，如果管内的液体是水银（汞），则两端面的高度差的毫米数就是以托为单位的压强差数。

$$\Delta h = h_A - h_B = p_B - p_A \quad \text{若 } p_B \gg p_A, \text{ 则 } \Delta h = p_B$$

为了提高 U 型管的测量精度，可以用低蒸气压强的油类代替水银，因为油的比重比水银的小，同样的压强差，其读数就会比水银的高度差大。我们知道液柱对底部的压强等于液柱的高度与其比重的乘积，于是有

$$d_{\text{汞}} \cdot \Delta h_{\text{汞}} = d_{\text{油}} \cdot \Delta h_{\text{油}}, \quad K = \frac{\Delta h_{\text{油}}}{\Delta h_{\text{汞}}} = \frac{d_{\text{汞}}}{d_{\text{油}}}$$

同上式可看出，在同样压强下，油柱的读数比汞柱的读数大 K 倍。

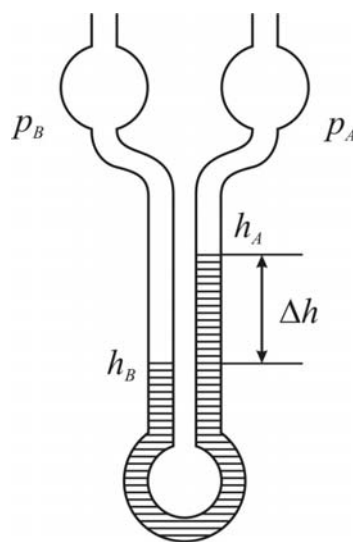


图 1 U 型管真空计

(2) 热电偶真空计

热电偶真空计是利用气体的热传导系数随压强改变的关系来测量真空度的。我们知道，气体的热传导系数的公式是 $x = \frac{1}{3} \rho \lambda V C_V$ ， ρ 和 λ 是气体的密度及平均自由程， V 和 C_V 是气体的平均速度及定容比热。由于乘积 $\rho \lambda$ 在常压下是与压强变化无关的常数，所以常压下气体的导热现象不反映压强的变化。但是，当气体压强降低到其分子的平均自由程大于容器的线度时，则气体分子向外界交换热能的有效平均自由程便不再改变了， $\rho \lambda$ 便与压强有关，此时气体的热传导所引起的现象便反映压强变化。

热电动势与压强的关系，很难通过计算求出，故需用绝对真空计来校准获得。每种型号的规管，各有其热电动势与压强关系的校准曲线，通常由生产厂商给出。热电偶真空计的测量范围一般为 $1 \sim 10^{-3}$ Torr。

（3）阴极电离真空计

阴极电离真空计由一个规管和测量电子线路组成。规管中包含圆筒形的收集极、半径较小的栅状圆筒形阳极和落在圆筒电极轴心上的阴极。阴极由灯线电源供电加热而发射电子，这些电子受阳极（约 200 V）加速向阳极前进，在阳极形成电子流 I_e （即发射电流，按标准规定为 5 mA）。由于电子具有足够的动能，在运动中与中性气体分子发生非弹性碰撞使分子电离，产生正离子及电子，电子在一定的飞行路程中与分子的碰撞次数，正比于分子数密度（单位体积中的分子数 n ），亦即正比于气体的压强 p ，故产生的正离子数亦正比于压强 p ，这些气体正离子被略带负电位（约 -25V）的收集极所收集形成离子流 I_i ，通常离子流比电子流小，因此 I_i/I_e 就代表每个电子从阴极到阳极的运动过程中产生的离子个数，称为电离因素。由于种种原因， I_i/I_e 并不会与压强 p 严格地依从正比例关系，因此电离真空计也需要绝对真空计来校准。实用上维持 I_e 不变，就可以用 I_i 值指示不同的真空度。实践证明在 $10^{-1} \sim 10^{-8}$ Torr 范围内，压强与正离子流成线性关系。

需要特别注意的是，由于电离规管的阴极需要高温才能发射电子，如果真空度不够 10^{-4} Torr 以上，通电加热阴极的灯丝就会很快把阴极氧化而烧掉，所以一定要使真空度在 10^{-4} Torr 以上才准许开电离真空计工作。

由于热电偶真空计的非线性，在 10^{-1} Torr 上限与 10^{-3} Torr 下限的读误差很大，而普通热阴极电离真空计又不可能在大于 10^{-3} Torr 的上限工作。为克服这个困难，现在已研究出高压强电离真空计，又称为宽量程真空计，有指针式的也有数字显示式的，其量程可达到 $10 \sim 10^{-6}$ Pa（即 $10^{-1} \sim 10^{-8}$ Torr）。近年来也已研制出了超高真空计，其量程可达到 $10^{-1} \sim 10^{-9}$ Pa（即 $10^{-3} \sim 10^{-11}$ Torr）。

除了上述真空计外，还有其他种类的真空计，例如：磁控放电真空计、分压强真空计、振膜真空计、放射能电离真空计等等。

（二）热偶真空计的校准与相关传感技术

热偶真空计必须经过校准才能有正确的批示值，图 2 是膨胀法校准热偶真空计的原理示意图。

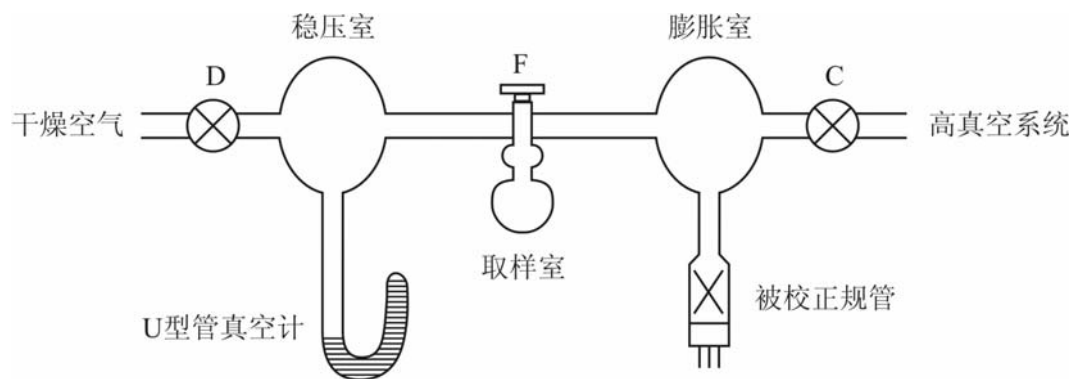


图 2 膨胀法原理示意图

其中三通真空阀 F 的常通支管是与取样室相接的，转动旋柄时，就可以使阀芯侧壁上的小孔按需要而接通左方的稳压室，联样室内便取得与稳压室相同的气体压强，然后转向右方的膨胀室，取样室内的气体便向压强低的膨胀室中膨胀。稳压室的容积相对于取样室来说是很大的，保证连续取样 10 ~ 20 次的过程当中，压强变化可以忽略，这样才符合稳压的目的。真空阀 C 是保持膨胀室内的本底压强 p_x 用的。真空阀 D 保持稳压室内的压强，其大小可以用 U 型管真空计测量，设为 p_0 ，被校正的热偶规管就接在膨胀室处。假定膨胀室已经是真空的，其极限压强为 p_x ，其容积为 V ，取样室体积为 V_0 ，现将其接通稳压室，然后使 F 通向膨胀室，则膨胀室内最后压强为 p_1 ，成立下列关系

$$p_1(V + V_0) = p_0V_0 + p_xV \quad (1)$$

为避免引入 p_x ，本实验只要使其小于 2×10^{-5} Torr，则可将其忽略，此时有

$$p_1 = \frac{p_0V_0}{V + V_0} \quad (2)$$

这是第一次膨胀后的结果，经第二次膨胀后，则以下关系成立：

$$p_2(V + V_0) = p_0V_0 + p_1V$$

$$p_2 = \frac{p_0V_0}{V + V_0} \left(1 + \frac{V}{V + V_0} \right) \quad (3)$$

不难得到 n 次膨胀以后的平衡压强为

$$p_n = \frac{p_0V_0}{V + V_0} \left[1 + \frac{V}{V + V_0} + \left(\frac{V}{V + V_0} \right)^2 + \cdots + \left(\frac{V}{V + V_0} \right)^{n-1} \right] = p_0 \left[1 - \left(\frac{V}{V + V_0} \right)^n \right] \quad (4)$$

其中

$$\left(\frac{V}{V + V_0} \right)^n = \left(1 - \frac{V_0}{V + V_0} \right)^n$$

$$= 1 - n \frac{V_0}{V + V_0} + \frac{n(n-1)}{2!} \left(\frac{V_0}{V + V_0} \right)^2 + \cdots + (-1)^n \left(\frac{V_0}{V + V_0} \right)^n \quad (5)$$

忽略二次方以上的项，则

$$p_n = n \frac{V_0}{V} p_0 \quad (6)$$

体积比 V_0/V 可直接测量，这样就可以按膨胀次数 n ，制定一系列压强标准来对真空计进行校准。 n 较大时可保留至二次项。若 p_x 较大，则式 (6) 可以写成

$$p_n = n \frac{V_0}{V} p_0 + p_x \quad (7)$$

【实验技术】

膨胀法校准热偶式真空计高真空实验系统如图 3 所示。

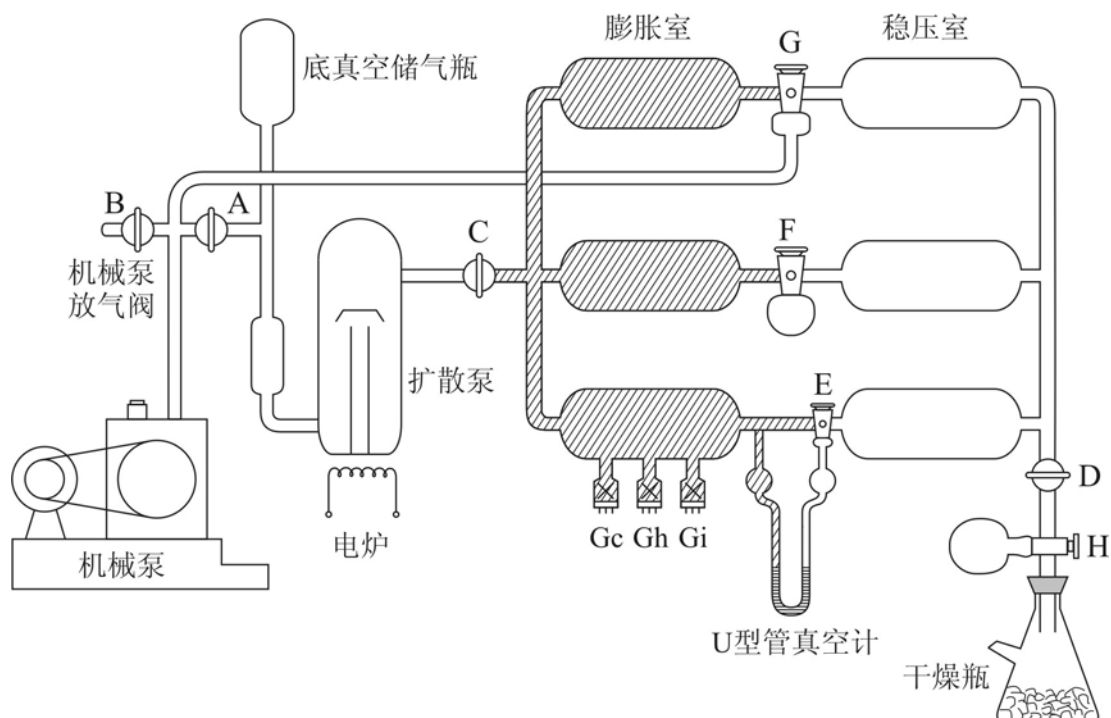


图 3 膨胀法校准热偶式真空计高真空系统图

上图中，B 为机械泵的放气阀（真空二通阀），启动机械泵前应先关闭它，任何时候都必须先关好真空阀 A、G 后才可让机械泵停止工作，并用 B 放入大气，避免机械泵油渗透倒灌。C 为真空二通阀，待扩散泵加热 20 分钟后才能接通 C。D 是二通真空阀，它与 H 阀一起作分量输送干燥气体入稳压室。H 为三通真空阀，这类真空阀通常接有一个小容积的球，可输送定量较多的气体，即先通向干燥瓶处，吸入大气压下的气体，然后转向真空容器，向稳压室充入 $p_0 = 6 \sim 8$ mm 油柱高压时，D 和 H 不要同时开。向稳压室充入 $p_0 = 70 \sim 90$ mm 油柱高压时，第一次 D 和 H 可同时开，第二次以后 D 和 H 不要同时开。E 为三通真空阀，使油柱 U 型真空计一端获得高真空来进行测量，向稳压室充气时，E 阀通向稳压室，油柱读数应有 0.02 mm 的准确度。A 是二通真空阀，让机械泵对膨胀室预抽时接通。G 是二通真空阀让机械泵对膨胀室预抽时接通。F 为三通真空阀，它用来取样，即将稳压室的气体分批定量输送到膨胀室。储气瓶功能有二，一是使扩散泵的前级压强平稳，二是当机械泵意外停止工作时可以短暂维持扩散泵的工作。

Gc 为被校准的真空计 WZR-1 型的热偶规管。Gh、Gi 为 FZH-1 型复合真空计的热偶规管及电离规管。在一般的真空技术应用中，真空度的变化范围至少有 6 个数量级 ($10^{-1} \sim 10^{-7}$ Torr)，而热偶真空计的量程仅为 $10^{-1} \sim 10^{-3}$ Torr，热阴极

电离真空计的量程为 $10^{-4} \sim 10^{-7}$ Torr。为了解决量程问题，常常将热偶式电离计和电离真空复合在一个仪器内，称为复合真空计。在使用复合真空计时要特别注意的是，一定要利用热偶真空计确切肯定被测量的真空系统已达 10^{-4} Torr 时，才能把“规管灯丝”接通，而且接通前应使量程放在 10^{-4} Torr 档的位置上。在真空度低于 10^{-4} Torr 时，不得进行去气，也不得进行测量。

【实验内容】

1. 真空的获得、测量。
2. 静态膨胀法校准热偶真空计。

【实验步骤】

1. 转动三通阀 B 使其不通大气也不通扩散泵，开机械泵，转动 G 阀抽膨胀室和稳压室。开热偶真空计，当膨胀室真空度小于 5 Pa 时，再转动 A 阀抽扩散泵，接通扩散泵加热电炉并开通冷却水。

2. 当扩散泵出气口形成油浪时，开 C 阀对膨胀室抽高真空，当膨胀室真空度 $p < 10^{-1}$ Pa 时，才允许开电离真空计。

3. 当膨胀室真空度 $p < 10^{-3}$ Pa 时，记下 p_x ，关电离真空计。

4. 关 C 阀。转动 E 阀通向稳压室，再缓慢转动 D 阀向稳压室充入 $p_0 = 6 \sim 8$ mm 油柱校准气体后关 D 阀。

5. 转动取样室阀门 F 从稳压室取样到膨胀室膨胀 ($n = 1$)，10 ~ 15 秒后记下待校正的热偶真空计读数 X_1 ，接着又转动取样室阀门 F 从稳压室取样到膨胀室膨胀 ($n = 2$)，10 ~ 15 秒后记下待校正的热偶真空计读数 X_2 ，……，如此反复直至热偶温差电势小于 7.8 mV。

6. 开 C 阀对膨胀室抽气，当 $p < 10^{-3}$ Pa 时，记下 p_x ，关电离真空计。

7. 关 C 阀。转动 E 阀通向稳压室，再缓慢转动 D 阀向稳压室充入 $p_0 = 6 \sim 8$ cm 油柱校准气体后关 D 阀。

8. 重复步骤 5，直至热偶温差电势小于 1.5 mV。

9. 实验数据处理分析：以热偶温差电势为横坐标，压强为纵坐标(对数坐标)，作出校准气体的校准曲线。

10. 转动 G 阀既不通膨胀室也不通稳压室，关 A 阀，关机械泵。转动 B 阀使机械泵通大气，关冷却水和热偶真空计，关总电源。

【测量数据和数据处理】

本实验中， $V_0/V = (1.85 \pm 0.03) \times 10^{-2}$ ， $K = d_{Hg}/d_{oil} = 12.26 \pm 0.06$ 。

$p_x = 1.40 \times 10^{-4}$ Torr 时，向稳压室充入 $p_0 = 67.0$ mm 硅油柱的校准气体，逐次进行取样膨胀，测量热偶真空计读数 X_n ，并按式（7）计算第 n 次膨胀后的膨胀室压强 p_n ，得到表 1。

表 1

n	1	2	3	4	5	6	7
X_n	7.2	5.4	4.3	3.55	3	2.63	2.35
p_n /Torr	0.101	0.202	0.303	0.405	0.506	0.607	0.708
n	8	9	10	11	12	13	
X_n	2.1	1.95	1.78	1.65	1.55	1.45	
p_n /Torr	0.809	0.91	1.011	1.112	1.213	1.314	

$p_x = 1.20 \times 10^{-4}$ Torr 时，向稳压室充入 $p_0 = 6.5$ mm 硅油柱的校准气体，逐次进行取样膨胀，测量热偶真空计读数 X_n ，并按式（7）计算第 n 次膨胀后的膨胀室压强 p_n ，得到表 2。

表 2

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9
X_n	9.75	9.45	9.20	8.90	8.65	8.40	8.20	7.95	7.75
p_n /Torr	0.010	0.020	0.030	0.039	0.049	0.059	0.069	0.079	0.088

以热偶真空计读数 X 为横坐标，膨胀室压强 p 为纵坐标（对数坐标），用表 1 和表 2 的数据点作出热电偶规管的校准曲线，如图 4 所示。

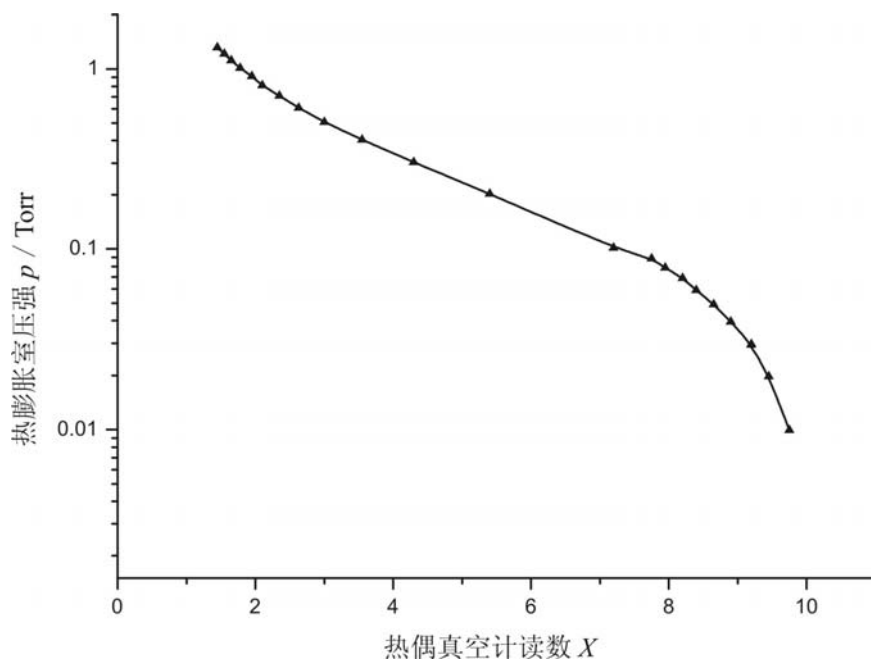


图 4 热电偶规管的校准曲线

【讨论分析】

1. 为什么机械泵停止工作后，必须接通 B 阀放进大气？此时 A、G 应处于什么状态？

机械泵停止工作后，接通 B 阀放进大气，是为了避免机械泵中的油渗透倒灌，影响机械泵的性能。此时 A 应该关闭，G 处于不通膨胀室也不通稳压室的状态，保证大气不能进入扩散泵、膨胀室和稳压室，方便于下次实验的抽真空操作。

2. 当真空系统长期不工作时，E 阀应处于什么状态？为什么？

真空系统长期不工作时，E 阀应通向膨胀室。这样，U 型管真空计两端的液面均承受膨胀室的气压，处于同一高度，比较稳定。

3. 扩散泵为什么要有一个预备真空？扩散泵出气口油浪是如何形成的？

由于扩散泵是利用气体扩散现象来抽气的，抽气时被抽气体分子应具有较大的平均自由程，才能直接扩散进入到高速定向运动的蒸汽分子流中去，从而被蒸汽分子流带走，并压缩到排气口的空间去被机械泵抽走。为了满足平均自由程比较大的条件，需保证开启扩散泵前压强已经很小，亦即要有一个预备真空，通常由作为前级泵的机械泵在扩散泵入口处提供。

被抽气体被油蒸汽分子流带到出气口附近时，出气口处的气体已经由于机械泵的抽气作用导致压强小于油蒸汽分子流的压强，因而在蒸汽流范围与出气口之间形成气体的密度梯度，于是被抽分子和油蒸汽分子一同被压缩到出气口处，油蒸汽由于温度降低而凝结成液态的油，被抽分子则不断地冲击这些液态的油，从而形成油浪。

4. 热电偶真空计工作原理是什么？其测量范围是什么？为什么？能否扩展压强的上限？

热电偶真空计是利用气体的热传导系数随压强改变的关系来测量真空度的。在真空规管中有一段电阻热丝，一对热偶的接点与热丝接触，产生热偶的温差电势。当压强改变时，气体的热传导系数随之改变，对热丝的导热能力也改变了，因此热丝温度改变而导致热偶的温差电势改变，从而测出不同的温差电势就可以测出不同的压强。

热电偶真空计的测量范围一般为 $1 \sim 10^{-3}$ Torr。当压强从大气压开始降低时，在一定范围内热偶的温差电势一直在零值附近，这是因为此时气体多，导走的热量多，热丝的温度很低，导致温差电势也很小。直到压强降低到 1 Torr 左右时，气体的导热系数才开始明显减少，热丝温度升高，从而温差电势增大，进入测量范

围。当压强继续降低时，温差电势继续增大，但却愈来愈慢，最后趋于一定的数值，此时真空计达到能够测量的极限，这个极限约为 10^{-3} Torr。

由于压强比 1 Torr 大时气体的导热能力很强，温差电势一直在零值附近，从热电偶真空计上不能得到明显的压强数值，因此，压强的测量上限并不能扩展。

5. 什么是膨胀室内的本底压强？关闭阀门 C 后，本底压强为什么会增大？

在膨胀法校准热电偶真空计的实验中，膨胀室内的本底压强是指，进行第一次取样膨胀之前，被抽成高真空的膨胀室内的压强。阀门 C 连通膨胀室和扩散泵，开启阀门 C 时可以通过扩散泵将膨胀室抽成高真空。关闭阀门 C 后，扩散泵不再对膨胀室有作用，膨胀室可能会由于取样室的阀门 F 的隔离作用不好而导致本底压强的增大。