

## ИССЛЕДОВАНИЕ ДЕСОРБЦИИ ГАЗОВ С МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ ПОД ДЕЙСТВИЕМ ЭЛЕКТРОННОЙ БОМБАРДИРОВКИ

В. Л. Ауслендер и Г. Б. Минченков

В работе проведено исследование десорбции газов с металлических поверхностей под действием электронного пучка. Энергия электронов менялась в диапазоне 100—600 эв. Сняты зависимости вероятности десорбции для различных температур металлической поверхности. Приводятся спектры масс десорбированных газов.

В настоящей работе изучалось газоотделение под действием электронной бомбардировки медленными электронами ( $E = 100 - 600$  эв) меди марок М1 и МБ, а также нержавеющей стали марки 1Х18Н9Т.

В работе определена зависимость вероятности десорбции газов с этих металлов от энергии электронов и длительности электронной бомбардировки. Проведены качественные масс-спектрометрические исследования состава десорбируемого газа. Исследования проводились в динамическом режиме при непрерывной откачке экспериментального объема.

Вероятность десорбции в молекулах на электрон определялась в формуле

$$\alpha = 5.6 \cdot 10^3 \frac{\Delta p S}{I}, \quad (1)$$

где  $\Delta p$  измеряется в торах,  $I$  — в миллиамперах. В нашем случае эффективная скорость откачки по воздуху

$$S = 80 \pm 20 \text{ л/сек.}^1 \text{ и } \alpha = 4.48 \cdot 10^5 \frac{\Delta p}{I} \text{ мол./эл.} \quad (2)$$

Работа проводилась в течение 1963—1964 гг.

### Описание установки

Исследуемый металлический образец помещался в экспериментальный объем емкостью 20 л, изготовленный из нержавеющей стали марки 1Х18Н9Т. Объем через высоковакуумный вентиль, 2-ступенчатую проточную ловушку с холодным барьером<sup>[1]</sup> и маслоотражатель соединялся с паромасляным насосом Н5С-М1. При соединении всех перечисленных выше элементов применялись медные уплотнения.

Для получения низких давлений экспериментальный объем и вентиль прогревались в течение суток при температуре 350—400° С. При прогреве система откачивалась с помощью паромасляного насоса Н1С, подсоединенного на выходе насоса Н5С-М1. Во время работы в ловушку непрерывно через автоматический клапан подавался жидкий азот.

<sup>1</sup> Эффективная скорость откачки определялась на специальной установке. Погрешность измерения  $S$  определяется разбросом показаний давления измерительными приборами.

Из исследуемого металла (медь, нержавеющая сталь) изготавливался образец (анод) в виде закрытого цилиндра с толщиной стенки 5 и внутренним диаметром 60 мм (рис. 1). Через отверстие в доннышке вводился U-образный катод из вольфрамовой проволоки диаметром 1 и длиной 70—80 мм.

Следует отметить, что в подобной конструкции нашего „диода“ не обеспечивается однородность плотности потока электронов, бомбардирующих исследуемый образец.

Анод и катод крепились на трубках, которые через изоляторы жестко соединялись с верхним фланцем экспериментального объема. Трубочные тоководы использовались для охлаждения образца и концов вольфрамового катода проточной водой.

Измерение давления в экспериментальном объеме осуществлялось с помощью манометра типа Альперта [2]. К выходу вакуумметра подсоединялся быстродействующий самописец ЭПП-09-М2 для непрерывной записи изменения давления на диаграммной ленте.

Масс-спектры изучались с помощью время-проточного масс-спектрометра типа МСХ-2М Хронотрон, датчик которого через металлические уплотнения присоединялся к объему на уровне манометрической лампы.

### Методика и результаты экспериментов

Определение вероятности десорбции с образца проводилось посредством импульсов тока длительностью  $1 \div 2$  сек. с периодичностью  $1.5 \div 2$  мин. Величина тока изменялась от 1 до 400 ма. При этом снималась зависимость газоотделения как при увеличении, так и при уменьшении энергии электронов в диапазоне от 100 до 600 эв.

Образец перед помещением в экспериментальный объем обезжиривался растворителями и травился кислотами для удаления с поверхности окислов.

Анод охлаждался либо проточной водой, либо жидким азотом. Нагрев образца осуществлялся излучением катода. Съем тепла в этом случае производился потоком воздуха, пропускаемым по трубам охлаждения. Подобный способ позволял поддерживать температуру в интервале  $200 \div 500^\circ\text{C}$  с точностью  $\pm 10^\circ\text{C}$ .

Помимо исследования зависимостей  $\alpha(I)$  и  $\alpha(E)$ , изучалось изменение вероятности десорбции со временем  $\alpha(t)$ . В последнем случае постоянный поток электронов бомбардировал образец  $15 \div 30$  мин., а также длительно в течение нескольких часов. Рабочее давление  $p_0$  в экспериментальном объеме перед электронной бомбардировкой при работающем катоде составляло  $(1 \div 4) \cdot 10^{-8}$  тор.

На рис. 2 показаны типичные кривые изменения давления в экспериментальном объеме под действием электронной бомбардировки. Образец охлаждался проточной водой. В момент включения эмиссии наблюдается резкое возрастание давления, которое затем экспоненциально уменьшается до давления  $p > p_0$ . После снятия эмиссии бомбардирующих электронов давление быстро падает, возвращаясь затем экспоненциально к величине первоначального давления  $p_0$ . (После бомбарди-

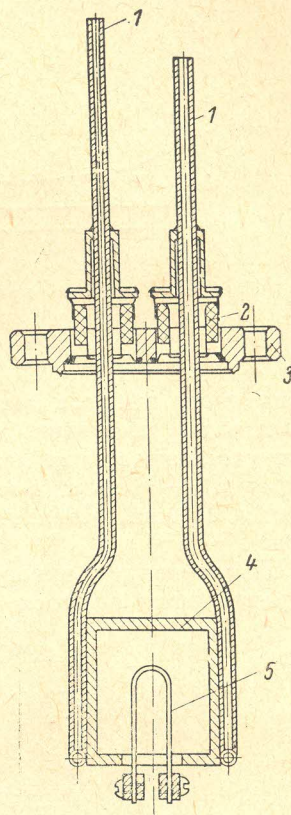


Рис. 1. Крепление исследуемого образца на фланце.

Показано расположение U-образного катода относительно образца. 1 — тоководы; 2 — изоляторы; 3 — фланец; 4 — исследуемый образец; 5 — катод.

ровки образца электронными токами порядка 100 ма в течение 30 и более минут наблюдается значительное снижение начального рабочего давления). Кривые обезгаживания приведены для тока бомбардирующих электронов 13 ма с энергией 100 эв. В конце первой кривой через 4 мин. импульс тока длительностью 2 мин. (не вызывал появления ха-

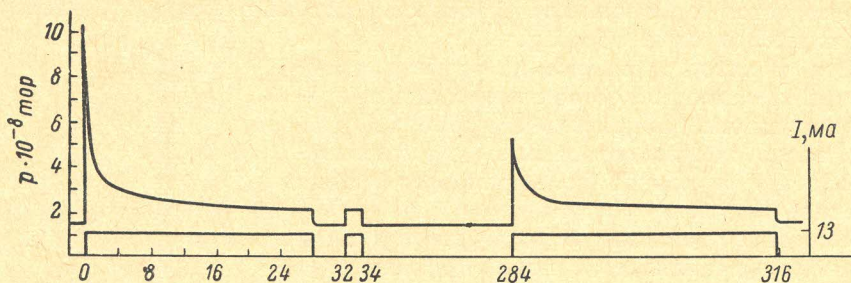


Рис. 2. Типичные кривые обезгаживания поверхности меди электронной бомбардировкой.

$E = 100$  эв.

рактерного выброса давления в момент включения, а величина давления была равна значению давления в конце первой кривой. Появление заметного возрастания давления в момент включения эмиссии наблюдалось через 15—20 мин. Вторая кривая была снята после первой через 4 часа 10 мин. Наблюдается снова характерная зависимость, описанная выше.

Представляет интерес обезгаживание электронной бомбардировкой образца, находящегося при различных температурах. На рис. 3 приве-

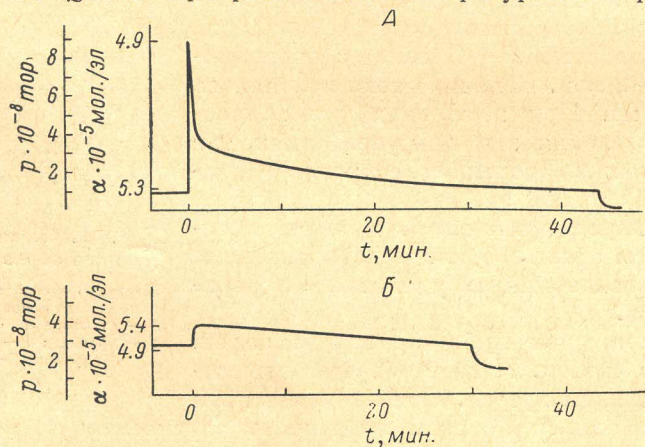


Рис. 3. Кривые обезгаживания меди электронной бомбардировкой при различных температурах образца.

А —  $T = -196^\circ \text{C}$ ,  $E = 600$  эв,  $I_{\text{эм.}} = 76$  ма; Б —  $T = 400^\circ \text{C}$ ,  $E = 600$  эв,  $I_{\text{эм.}} = 82$  ма.

дены кривые  $p(t)$  и  $\alpha(t)$  для образца, имеющего температуру жидкого азота (А) и нагретого до  $400^\circ \text{C}$  (Б).

На рис. 4 приведены зависимости вероятности десорбции от энергии падающих электронов, снятые для различных состояний поверхности перед электронной бомбардировкой и после нее.

Левая кривая рис. 4, А характеризует  $\alpha(E)$  для образца, охлажденного жидким азотом; на правой приведена та же зависимость после обезгаживания образца электронным пучком 76 ма при энергии электронов 600 эв.

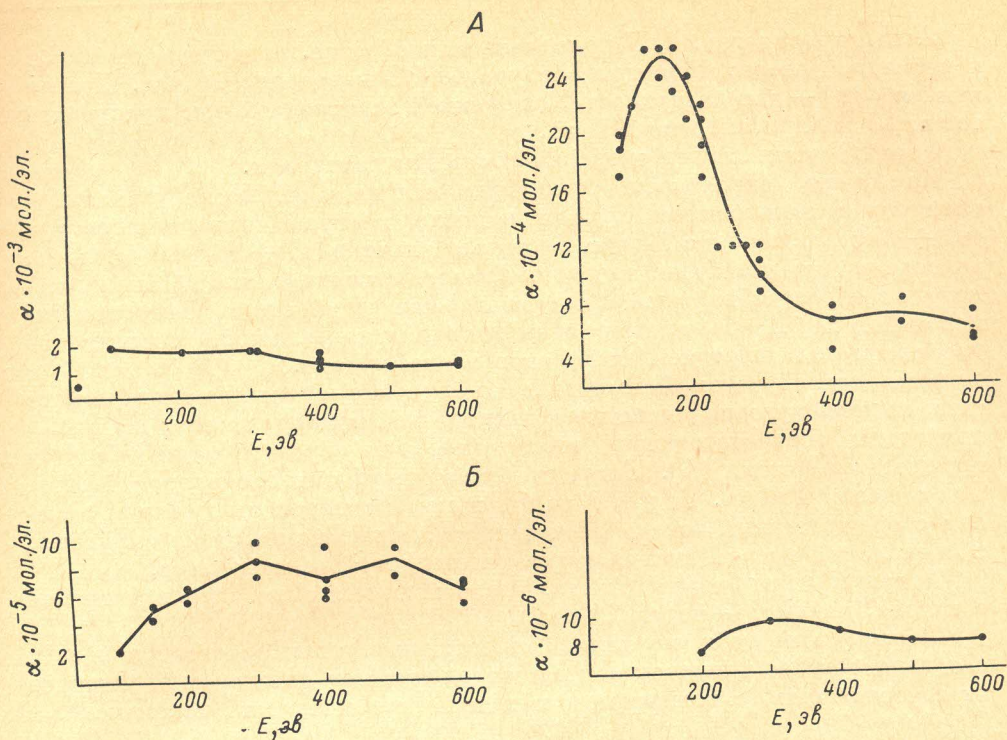


Рис. 4. Зависимость вероятности десорбции от энергии бомбардирующих электронов для меди М1.

Левые кривые характеризуют  $\alpha(E)$  до электронной бомбардировки, правые — после бомбардировки электронными потоками, вызвавшими газоотделение с поверхности образца, приведенные на рис. 3.

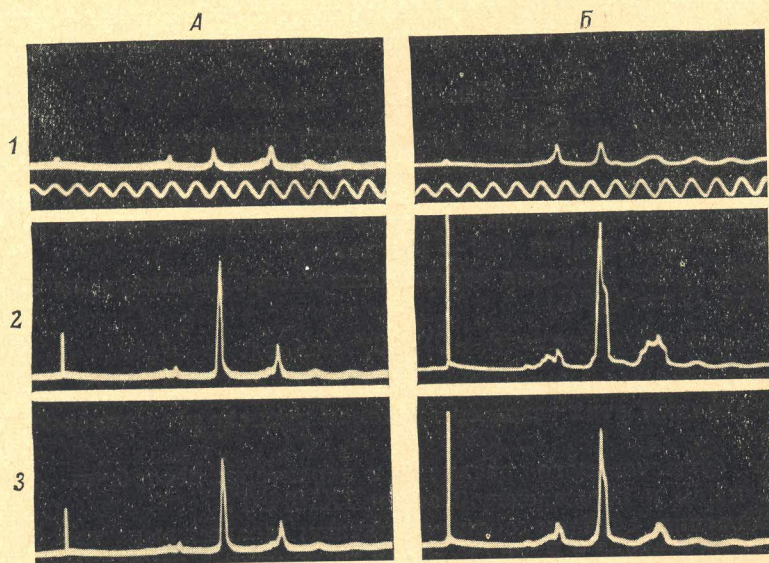


Рис. 5. Кинограмма масс-спектрометрических измерений. Температура образцов  $T = 16^\circ \text{C}$ .

А — для газоотделения под действием электронной бомбардировки меди М1; Б — для газоотделения под электронным пучком нержавеющей стали 1X18H9T.

Левая кривая рис. 4, *Б* приведена для образца, нагретого до 400°С и ранее прогретого при температуре 450°С в течение 14 час. Правая кривая  $\alpha(E)$  — для поверхности, очищенной электронной бомбардировкой током 82 ма при энергии 600 эв.

Точки соответствуют экспериментальным значениям.

Как видно, вероятность десорбции для меди М1 после длительной тренировки электронным пучком и после прогрева при температуре 400 ÷ 450°С в течение 14 час. достигает значений  $(7 \div 10) \cdot 10^{-6}$  мол./эл. в исследуемом диапазоне энергий. Аналогичные измерения были проведены на образцах из меди МБ и из нержавеющей стали. Заметных изменений в характере кривых обезгаживания и в значении вероятности десорбции под действием электронов не наблюдается.

Для всех образцов было проведено изучение изменения спектра масс газа, выделяемого под действием электронной бомбардировки. На рис. 5 приведены соответствующие кинограммы для образцов меди МБ (*А*) и нержавеющей стали (*Б*). Энергия бомбардирующих электронов 400 эв. Ток эмиссии 160 ма. Кадры *1* сняты в момент перед включением эмиссии с обезгаженным включенным катодом. На них приведена синусоида с периодом 1 мксек., позволяющая расшифровать спектр масс.

Кадры *2* сняты через 0,1 сек. после включения эмиссии электронов с катода, кадры *3* — через 25 сек.

Обращает на себя внимание качественное отличие спектра масс и его изменение со временем для газоотделения под действием электронов от газоотделения с вольфрамового катода путем нагрева током накала.

### Выводы

При изучении десорбции газов с поверхности исследованных металлов под действием электронной бомбардировки были получены следующие результаты.

1. Десорбция с поверхности, не подвергавшейся очистке нагревом и электронным пучком, не зависит от энергии в диапазоне от 100 до 600 эв

$$\alpha = (8 \pm 2) \cdot 10^{-3} \text{ мол./эл.}$$

2. Вероятность десорбции уменьшается примерно на порядок в результате обезгаживания поверхности электронной бомбардировкой.

3. Для образца, охлажденного до -196°С, вероятность десорбции изменяется с энергией бомбардирующих электронов, достигая максимальных значений для энергии 160 ÷ 180 эв.

4. Самые малые значения вероятности десорбции получены с горячей поверхности ( $T = 400^\circ\text{C}$ )

$$\alpha = (8 \pm 2) \cdot 10^{-6} \text{ мол./эл.}$$

5. Основными десорбируемыми газами являются  $\text{H}_2$  и  $\text{CO}$ , причем изменение величины этих газов со временем происходит примерно пропорционально.

6. Нет существенного различия в характере десорбции для меди марок М1 и МБ и нержавеющей стали 1Х18Н9Т.

В заключение считаем своим приятным долгом выразить благодарность Т. М. Ждановой и Е. Д. Бендеру за помощь в измерениях. Авторы также выражают свою признательность А. А. Наумову и Г. А. Блинову за интерес, проявленный к работе, и ценные советы.

### Литература

[1] J. R. Ullman. *Vakuum Symp. Trans.*, 95, 1957. — [2] R. T. Bayard, D. Alpert. *Rev. Sci. Instr.*, 21, 571, 1950.

Поступило в Редакцию  
24 августа 1965 г.  
В окончательной редакции  
23 декабря 1965 г.