

锩镜的两个表面严格平行,都存在一小的夹角(如我们实验中用的锩镜平行度误差为 30 秒)。这样在激光振荡时,锩镜的两个表面分别与凹面镜形成两组振荡模。这两组振荡模在凹面镜上的偏离量设为 δ

$$\delta = n\alpha R,$$

式中 n 为锩的折射率, α 为锩镜两表面的夹角, R 为全反镜的曲率半径。

从上式看出, δ 与 R 成正比。当 R 大到一定程度,使得 δ 超过放电管径所允许的偏离量时,则光束逸出腔外,谐振腔的逸出损耗增大,使输出功率下降。在我

们的实验中, R 在 2.5 米到 4.5 米之间时, δ 都小于允许偏离量,因而逸出损耗小,输出功率达到极大值。用同样的原理亦可说明,当 R 较大时,光斑的模式也越来越坏。

因此当设计激光器时,要注意两个镜片与放电管的匹配问题。我们认为,虽然 R 取在腔长的 1.3 倍至 2.3 倍都可以,但是考虑到 R 较小时,将使光束的发散角变大,所以 R 在这个范围之内尽量取大些为宜。另外,锩镜的两面平行度误差越小,光束的质量越好,取在十几秒左右是合适的,而且工艺上是可以达到的。

一个真空紫外三电极真空火花光源

韦 敏 许芝华 彭建怀

(中南矿冶学院)

随着科学技术和国防工业的高速发展,很多新领域、新技术、新材料对真空紫外光谱学提出了新的要求。例如:借助于真空紫外光谱学去研究地球物理和天体物理学中太阳辐射的问题;热核反应中高温等离子体的状态和参数也可以在真空紫外光谱区内进行探索^[1,2];近年来,高功率、高效率的激光器的研制也需要在真空紫外光谱区域内进行检验^[3,4];某些工业产品也要求在真空紫外区域内展开对吸收和发射光谱化学分析的探讨,从而进一步去解决同一试样中气体、非金属、金属杂质元素的同时测定问题。另一方面,其他学科的技术不断提高和普及,又给真空紫外光谱学提供了重要的技术装备,这样,进一步研究真空紫外的光源,对解决上述课题是十分必要的,条件也是成熟的。

真空紫外光谱范围从 2000 Å 至 10 Å。在这个波段,由于技术上的困难,发展比较缓慢。例如许多物质都吸收真空紫外线,目前获得透过特性最好的是 LiF 晶片,其最低透过极限也只达到 1050 Å, 1050 Å 以下的真空紫外线完全被 LiF 所吸收。因而,在真空紫外光谱仪的光学系统中,不能采用平行光管的聚焦方式,一般采用凹面光栅的罗兰结构,所以造成光源光强很大损失。另一方面,空气中氧强烈吸收真空紫外线,因此,光源和光谱仪的光学系统、接收检测装置都要置于真空之中。在真空度达 5×10^{-4} mmHg 的情况下使光源直接接触造成了困难。从研制光源考虑,必须研制在真空中易于直接接触的高度稳定光源。

空心阴极和三电极真空火花光源,目前都被较好地用于真空紫外光谱区域内进行发射和吸收光谱的定量分析工作^[5,6,8-12]。三电极真空火花光源的优点是:能量高,稳定性好,操作简便,结构简单,能在保持真空

状态下更换试样,是适合于真空紫外光谱区域内进行对难熔金属中非金属、气体、金属杂质元素的定量分析的光源。Romand, J. 等人^[7,8]已经使用了这种光源,对硫、磷、碳、硅、氮、氧进行了同时测定,获得比较满意结果。我们利用了这种光源,在 ДФС-5М 真空光栅光谱仪上(光谱波段 2000—500 Å;光栅刻线 1200 条/毫米;凹面光栅直径 2.999 米;色散率 2.8 Å/毫米;仪器用罗兰结构聚焦)设计和安装这种光源,进行了光源电子线路、放电参数、光源结构、谱线辨认、光源稳定性、绘制 Si、Al 杂质元素的定量分析工作曲线等工作,得到比较满意的结果。可以认为,这种光源完全能够用于真空紫外发射光谱的定量分析工作。同时,也可以用于高功率、高效率的激光器件的研制和检验,用于等离子体状态和地球物理以及天体物理学某些问题的研究。现简介如下。

一、基本原理和光源结构

在真空紫外光谱区域内,空气中的氧强烈地吸收真空紫外线,要获得真空紫外的元素高次离子谱线光谱,必须把光源和仪器的光学系统、接收检测装置置于 10^{-3} — 10^{-6} mmHg 真空中,这就造成了真空放电的困难。直接用真空火花在几毫米的间隙放电,也需要很高的电压(大约 15kV 以上),同时,放电很不稳定。为了准确地控制放电电压,保证放电的稳定,罗曼德(Romand J.)^[7]提出了一个三电极真空火花光源,这种光源的原理如图 1 所示。利用分析电极 A' 上安装试样,这个电极和高压直流、高压脉冲大电容器 C_2 相连接(15kV—25kV; 1—4 μF),通过触发电极 A ,由小电容

C, 供给高压直流电源触发电极, 对接地极 C 放电, 接地极必须接地良好, 而且要和触发电极保持良好绝缘, 这样才能保证在 10^{-4} mmHg 真空中正常工作。

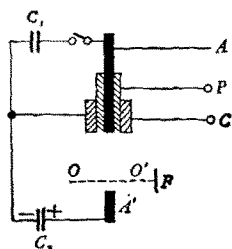


图1 三电极真空火花光源原理
A—触发电极; A'—分析电极; C—接地极; P—绝缘套管; OO'—光谱仪光轴; F—光谱仪狭缝; C₁—触发电极小电容器; C₂—大电容器

根据这个原理, 从定量分析工作的特点出发, 我们在 ДФС-5М 上设计和安装了一个三电极真空火花光源, 光源用法兰盘和 ДФС-5М 的狭缝前149毫米部位相连接。光源真空和 ДФС-5М 的仪体真空相一致,

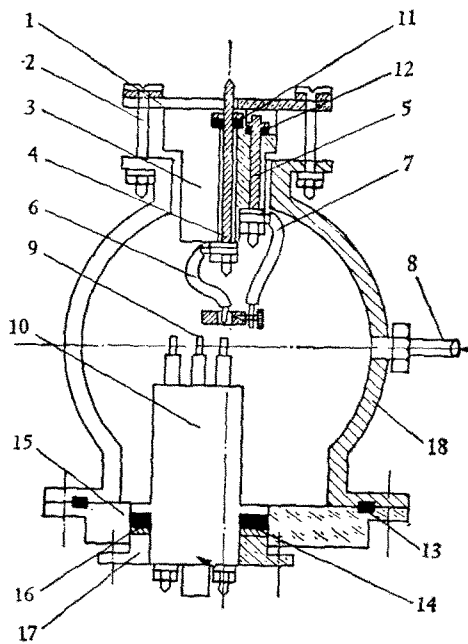


图2 三电极真空火花光源结构
1—有机玻璃压盖; 2—带螺母垫圈的压紧螺钉; 3—上电极有机玻璃绝缘柱; 4—触发电极接线柱; 5—接地电极接线柱; 6—带有塑料套管的触发电极; 7—带有塑料套管的接地极; 8—带有玻璃活塞的放气口; 9—分析电极(光谱纯石墨电极); 10—分析电极的有机玻璃转柱; 11—14—密封真空橡皮圈; 15—有机玻璃法兰; 16—金属垫圈; 17—塑料或有机玻璃压盖; 18—金属光源腔

可达 1×10^{-4} mmHg, 分析电极位于狭缝高度中心下 2—3毫米, 其结构如图 2 所示。

为了使分析电极达到高压绝缘的目的, 在法兰 15 上偏仪器狭缝中心 20 毫米处, 安装有机玻璃转柱 10, 转柱可以借助于扳手在光源外部转动电极, 以达到不破坏光源真空状态下转换电极。

有机玻璃转柱的结构如图 3 所示, 在转柱上固定了八个电极, 电极数目可酌情增减。八个电极在转动时都必须能够对准狭缝中心, 每个电极由带有螺纹的 $\phi = 3$ mm 的铜接线杆接入。接线杆 3 用螺母 7 和绝热瓷管 5、真空橡皮圈 4 密封压紧, 保证光源在放电时接线杆上所产生的温度不致损坏有机玻璃转柱, 光源仍然在真空中正常工作。在接线杆 7 的螺纹上连接光谱纯石墨电极 8, 为了保证放电集中于试样上, 电极上部加上绝热瓷管罩 9, 把电极连接部份全部屏蔽起来。

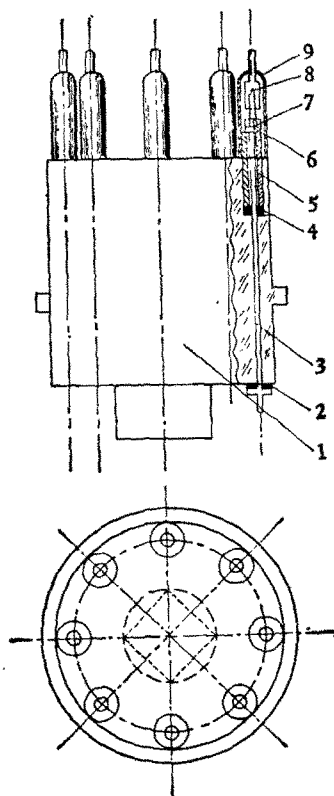


图3 分析电极的有机玻璃转柱
1—有机玻璃转柱; 2, 4—真空橡皮垫圈; 3—分析电极连接杆; 5—绝热瓷套管; 6—金属垫圈; 7—固定螺母; 8—光谱纯石墨电极; 9—绝热瓷管罩

实验证明, 光源放电稳定性和灵敏度与电极形状、大小、电极高度均有密切关系。在 15kV、 $1.33 \mu\text{F}$ 的条件下, 我们在电极直径 6—1.5 毫米范围内试验, 认为 3 毫米—2.5 毫米的圆柱形电极较好, 电极直径过大, 放电

火花跳动剧烈,引起放电不稳定。电极直径过小,在放电过程中易于烧断。电极形状直接影响到火花集中放电的部位和作用在试样单位面积上的能量。我们对锥度为 60° , 120° 的锥形电极,杯形电极,圆柱形电极都做了试验,认为圆柱形的较好。分析电极的高度,必须保证电极在狭缝中心下2—3毫米的高度水平上,并要使八个电极一致,才能保证火花的中心充分照亮狭缝,使激发的高次离子谱线强度不受影响。分析电极装样孔穴直径为2—1.5毫米,深2—3毫米,电极高出绝缘瓷管罩2—3毫米。实验证明,在这种情况下,绝缘瓷管罩不会影响分析元素的高次离子谱线的强度,保证分析电极放电的稳定性。触发电极大小只影响控制分析火花的跳动范围。因此,触发火花要求稳定对中。触发电极的物质和加于电极上的直流高压大小,对分析谱线强度没有影响。

二、光源电子学线路

光源电子学线路如图4所示。这种线路包括分析火花电源部份和控制分析火花的触发部分。分析火花电源由一个可调的0—60kV高压全波整流电源供给,实验过程中工作电压曾达25kV,现选用15kV,因此,在这个迴路上工作电容采用6kV、 $4\mu\text{F}$ 的高压密封纸介电容器,组成高压直流电压可达18kV、电容量为 $1.33\mu\text{F}$ 的电容器组。用微安表和RHY-35型高压合成电阻(35kV、 $100\text{M}\Omega$)直接测量分析火花的放电电压,并组成16kV的CZM-L电容器组,进行接地保护。控制高压直流分析火花放电的触发迴路是使用3kV变压器、2U2C整流管,由5kV、 $0.5\mu\text{F}$ 电容器供给触发的空心变压器的初级,以变压比1:10的电压供给触发电极,由小马达带动凸轮接点控制中间继电器,进行触发火花。触发频率的调节,可以通过直接调整连接在马达定子迴路上的电容器的容量来实现,使频率可以在65次/分至30次/分的范围内调节。为了保证在真空光源中安全触发,在高压分析火花迴路和触发迴路之间,使用一个在初级和次级之间有屏蔽的油浸空心变压器,并且串连一个火花间隙来实现。空心变压器的变压比是1:10。试验结果表明,这种高压控制迴路比较稳定可靠,可以用于光谱定量分析工作。

三、试验结果

1. 高次离子谱线的测定

试验证明,这种光源以15kV、 $1.33\mu\text{F}$ 的电学参数在 $\Delta\Phi\text{C}-5\text{M}$ 真空光栅摄谱仪上摄谱,在2147—317Å波段内,可以获得许多元素的高次离子谱线。在这个波段内,由于还没有统一的波长标准,我们依据一些文献。使用Zeiss Q₁ Abbe比长仪进行了谱线辨认

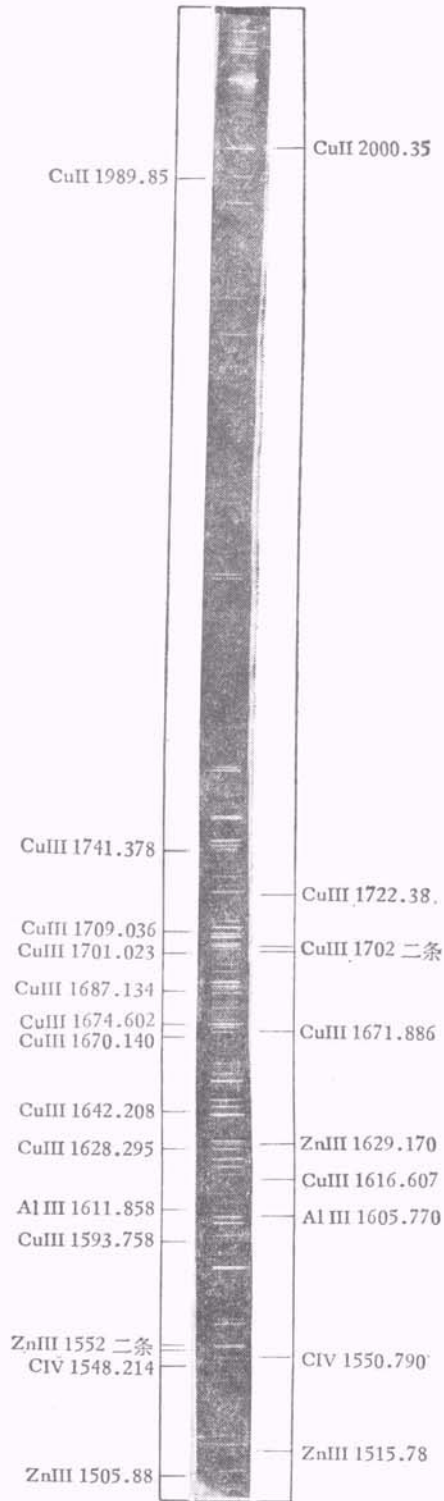


图5 2000—15000Å光谱照片

工作,用尽可能靠近的,可以作为标准的谱线来分段进行线性内插计算,测定了214条特征谱线,与文献上发

表过的可靠波长值之间相差 0.08 \AA 以下。现选择 $2000-1500 \text{ \AA}$ 内的铜电极谱示于图5上。从图中可以看到标定的 CuIII 、 ZnIII 、 AlIII 、 CIV 等特征谱线。同时，我们在 $2000-1000 \text{ \AA}$ 波段内测定了特征谱线波长，为整个真空紫外区内进行光谱的定性和定量工作创造了条件。

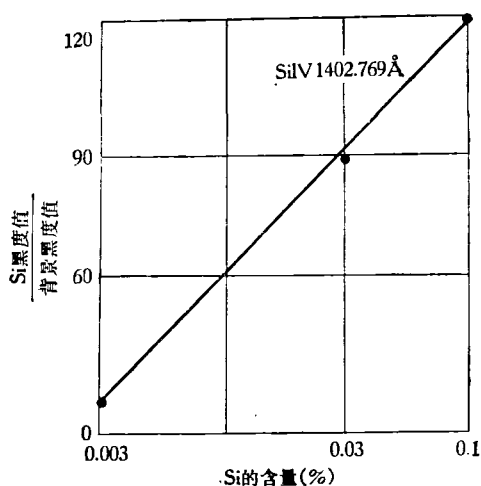


图6 在二氧化锆基体中, SiIV1402.769 \AA 的定量分析曲线

2. 光源稳定性试验

在真空紫外区域开展发射光谱定量分析的工作，首先决定于光源的稳定性。在这个光源上，采用光谱纯石墨电极。柱状电极直径 $\phi = 2$ 毫米。在 15kV 、 $1.33\mu\text{F}$ 条件下，放电频率为 48 次/分，光源真空达 $1 \times 10^{-4}\text{mmHg}$ 。ДФС-5M 仪器狭缝宽度为 32μ ，分别以两个电极、四个电极、六个电极分成三组，并改变每组的放电火花数。两个电极组中每个电极曝光 25 个火花；四个电极组中每个电极曝光 80 个火花；六个电极组中每个电极曝光 170 个火花。在 ДФС-5M 真空光栅摄谱仪上，用 ORWO-UV-2 舒曼板记录，在 Zeiss 测微光度计上测定 CIV1550.790 \AA ，CIV1548.214 \AA 的谱线黑度值，扣除背景，得到这两条谱线在各组电极中的相对黑度值。算出这三个电极组中这两条 CIV 线的相对黑度的算术平均值。一个组内这两条谱线相对黑度算术平均值和这个组内各电极的相对黑度值之差，与这个组内这两条谱线相对黑度算术平均值之比，作为检验这个光源稳定性的相对标准，这个比值定为“稳定度”。这样，可以算出在同一条件下三组电极的稳定度。在选用 CIV1550.790 \AA 时，三组电极(两个电极、四个电极、六个电极)的稳定度分别为 8% 、 0.1% 、 1.4% ；选用 CIV1548.214 \AA 时，它们的稳定度分别为 3.1% 、 2.3% 、 1.8% 。可见，这个光源在这样激发条件下是稳定的，可以用来进行定量分析工作。

3. 定量分析工作曲线的绘制

为了建立真空紫外发射光谱定量分析法，我们用含量为 99.999% 光谱纯的五氧化二钽作为基体，加入 Al、Cu、Si 等杂质，稀释 $0.1-0.003\%$ 的浓度范围。在 ДФС-5M 真空光栅摄谱仪上以 ORWO-UV-2 舒曼板进行记录。其电学参数是 15kV 、 $1.33\mu\text{F}$ 。曝光 170 个火花。ДФС-5M 狭缝宽度 32μ ，采用柱状光谱纯石墨电极，电极外径 $\phi = 2.2$ 毫米，孔径直径为 $\phi = 1.8$ 毫米，孔深 $2-2.5\text{mm}$ 。选用 SiIV1402.769 \AA 谱线，在 Zeiss 测微光度计上测量。测微计狭缝宽度 35μ 。把测量谱线黑度值扣除背景黑度值作纵座标，以 Si 的百分浓度作横座标，在对数座标纸上绘制定量分析曲线，如图 6 所示。

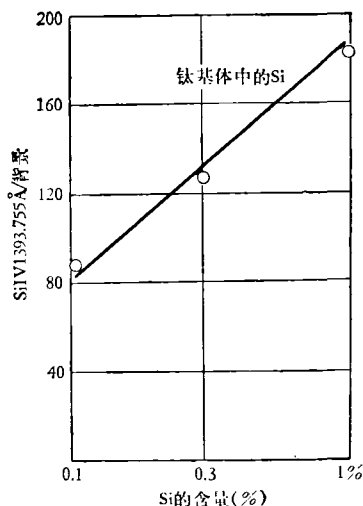


图7 在钛粉基体中, SiIV1393.755 \AA 的定量分析工作曲线

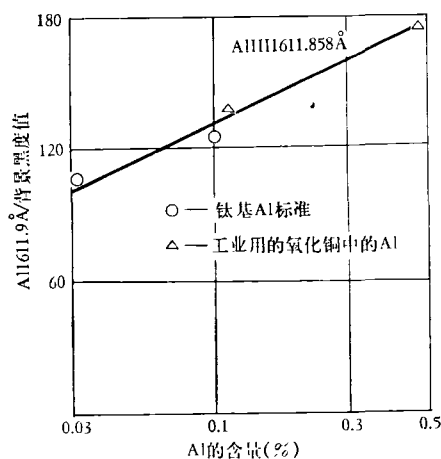


图8 在钛粉基体中, AlIII1611.858 \AA 的定量分析工作曲线

图7是用钛作为基体，加入 Al、Si 杂质，采用圆

柱形电极, 电极直径 2.5 毫米, 孔穴直径 2 毫米, 孔深 2 毫米. 光源的电学参数为 15kV、1.33 μ F, 放电频率 44 次/分, 曝光 240 个火花. 在 ДФС-5M 上用 ORWO-UV-2 舒曼板记录. 在 Zeiss 测微光度计上测量谱线黑度, 测微计狭缝宽度 40 μ , 扣除谱线背景, 在 Si 的含量范围 0.1—1% 范围内选用 SiIV1393.755 Å 谱线, 并绘出它的定量分析工作曲线.

上述实验表明, 由于采用了 Si 的高次离子化谱线, 没有发现其他杂质元素(如 Al、Cu) 的干扰.

图 8 是用钨粉为基体, 加入 Al、Si 作为杂质, 稀释为 0.5—0.03% 的含量范围, 选用 AlIII1611.858 Å 作出定量分析曲线. 同时我们还检验了工业用的氧化铜为基体的 Al 的含量, 得到了令人满意的结果.

可见, 选用高次离子化谱线进行定量分析工作, 将有可能在不同基体的试样中同时进行对杂质元素的定量测定.

四、 讨 论

实验证明, 这个三电极真空火花光源, 除了结构简单, 操作方便之外, 还具有放电稳定的特点.

Romand, J. 等人^[7,8]采用了同一类型的光源对钨样品中硫、磷、碳、硅、氮、氧进行了同时测定, 同样选用了 CIV1548.2 Å、SiIV1393.73 Å、SVI993.4 Å、PVII118 Å、NiV765.1 Å 的分析线. 测定范围是: C 0.01~0.04% (绝对误差为 0.0013%); Si 0.002~0.03% (绝对误差为 0.0007%); P 0.003~0.045% (绝对误差为 0.0008%); S 0.016~0.032% (绝对误差为 0.005%) N 0.003~0.011%, (绝对误差为 0.0003%); O₂ 0.015~0.03% (绝对误差为 0.0007%). 从这些结果看来, 在真空紫外光谱区域里, 采用这种类型光源, 可以解决非金属、气体、金属杂质的同时测定问题. 和其他方法(可见紫外光谱法、真空熔融气相色谱法、红外光谱法等)相比较, 它具有一定的优越性. 同时, 有人认为, 非金属气体杂质元素的共振线大部分落

在真空紫外光谱区, 在这个区域内开展这方面的工作显得更加有利^[12,6,13]. 我们现用的光源条件和 Romand, J. 等人的光源相比, 基本上是相同的. 但是, 由于我们缺乏气体标样, 没有开展对气体杂质进行定量测定工作. 我们认为, 这个光源是可以胜任上述分析工作的. 如果把 ДФС-5M 接收部份改成光电记录, 在提高分析灵敏度和分析速度方面都是非常有利的. 由于采用高次离子化谱线作分析线, 消除第三元素干扰, 对于建立在各种不同基体合金中采用同一定量分析工作曲线的方法也将成为可能.

参 考 文 献

- [1] Tousey, R., *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 2 (1962), 631.
- [2] Vodar, B., *Proceedings of the Xth Colloquium Spectroscopicum Internationale*, (1963), 217—247.
- [3] 小林喬郎译, «应用物理», 44 (1975), 1041—1058.
- [4] Bradley, D. J., *Opt. Commun.*, 18 (1976), 120.
- [5] Romand, J., Ballaffet, G. et Vodar, B., *The Spectrochimica Acta*, 13 (1958), 150.
- [6] Milazzo, G. and Soprani, N., *Applied Spectroscopy*, 21 (1967), 172, 257.
- [7] “*Metallurgia*”, 69 (1964), 197—199.
- [8] Romand, J., Ballaffet, G. et Vodar, B., *The Spectrochimica Acta*, 6 (1959), 454.
- [9] Jacques Romand, M. et Vodar, M. B., *Journal de Physique et Laradium*, 16 (1955), 489—490.
- [10] Romand, J., et Vodar, B., *Journal de Physique et Laradium*, 18 (1957), 641; 20 (1959), 509.
- [11] Malamand, F., *Analysis*, 1 (1972), 426.
- [12] Bernoron, R., Romand, J., *Mén Scient Rev m'etallurgic*, 61 (1964), 209—220.
- [13] Лрокофьев, В. К., *ИЗВ. АН. СССР. Сер. Физ.*, 9 (1945), 691—697.

热声振荡在液面探测中的应用

曹 效 文

本文叙述了一种根据“热声振荡”现象制做的液面探测计. 这种液面探测计不仅可以用来探测液氦或液氢的液面, 还可以在某些实验中用作液面报警器. 它的结构简单, 不需要任何电源和仪器.

在使用液氦或液氢的低温实验中, 当一个小直径的合金管的开端插进低温容器, 而封闭端处于室温时,

往往可以观察到管中气柱自发的纵向的无阻尼振荡, 这个现象就是有名的“热声振荡”现象^[1-4]. 产生热声振荡的主要条件是: 合金管的内径或两个同心管之间的环形间隔足够小, 通常在 10 毫米以下; 沿着管的长度存在一个很陡的温度梯度; 管的开端所处的温度低于 30°K 等. 当管径足够小时, 例如在 5 毫米以下, 如果