

使底片过度曝光下得到的 KCl 和 LiTaO<sub>3</sub> 的衍射图,谐波干扰十分明显。

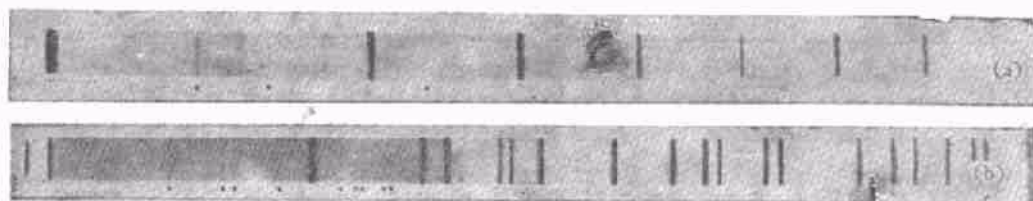


图6 KCl 和 LiTaO<sub>3</sub> 聚焦照相,呈现出谐波干扰(有●号弱线为  $\lambda/2$  谐波引起的线)

(a) KCl 聚焦照相; (b) LiTaO<sub>3</sub> 聚焦照相

当试样晶体存在超结构时,也会在一些主要衍射线  $d$  值的两倍处出现弱衍射线,用聚焦照相法较难区别是超结构还是谐波干扰,应特别小心。

### 2. 非晶态或晶粒细小物相的衍射图

聚焦照相角分离程度大,故非晶态物质或晶粒细小物相的漫散衍射线十分宽化,不如德拜法明显。对含量少的这类物质不易辨认,检出极限较差,所以最好不用聚焦法。

### 3. 择优取向的影响

德拜法试样为细小圆柱样,故对择优取向敏感。而聚焦法试样为片状,故对板择优取向敏感。另外,聚焦法人射 X 射线较垂直穿透试样,为透射型,而衍射仪的衍射为反射型,所以板择优取向试样对两者的影响不同。例如,

具有择优取向的层状化合物石墨、云母、MoS<sub>2</sub> 等,即 (001) 晶面片状取向,衍射仪测定中 (001) 衍射极强,而在聚焦法中则极弱。亦即比起无择优取向试样的 (001) 线,衍射仪法增强,聚焦法减弱甚至消失。这在分析中应特别注意。

### 参 考 文 献

- [1] A. Guinier, *Théorie et Technique de la Radiocristallographie*, Troisième édition, (1964), 139.
- [2] P. M. de Wolff, *Selected Topics in X-Ray Crystallography*, Ed. J. Bouman, (1951), 154.
- [3] 郭常霖, *物理学报*, 29-9(1980), 1217.
- [4] 郭常霖、唐士鑫, *科学仪器*, 3(1965), 365.
- [5] L. G. Berry, (Ed.), *Index (Organic) to the Powder Diffraction File 1972*, (Joint Committee on Powder Diffraction Standards).
- [6] 郭常霖等, *物理学报*, 29-2(1980), 247; *科学通报*, 25-10(1980), 826; *硅酸盐学报*, 8(1980), 314.
- [7] 郭常霖, *物理学报*, 29-1(1980), 85.

## 氢喷射器的氢气快速提纯

陈则圣

许孝龙

何 强

(中国科学院武汉物理研究所) (南洋国营汉光电厂) (中国科学院武汉物理研究所)

氢喷射器在正常运转时要求氢气纯度极高,极微量的杂质都会严重影响其性能。若贮存泡中含有分压力为  $10^{-7}$  托的 O<sub>2</sub>,就完全能使喷射器停振<sup>[1]</sup>。而一般工业氢却含有大量杂质,如水蒸气,CO, CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> 和 N<sub>2</sub> 等,必须经过提纯才能适用。化学提纯程序复杂且纯度不高,本文介绍的用钽银管提纯的方法程序简单,纯度可达 99.99%<sup>[2]</sup> 以上。氢束流量能稳定控制并可迅速改变其大小。除用于氢喷射器外,还可用于要求高纯度氢的核物理实验、氢束流技术及充氢器件等方面。

### 一、提纯器的简单工作原理

获得高纯度氢的方法是用金属薄壁(如钽、镍、铁等)做过滤器,滤去杂质。这些金属薄壁在受热时氢气能渗过去,其它气体渗过去的量极少或不能透过。一个体积的钽可溶解几百体积的氢气,因而氢对钽的渗透率最高。但是用纯钽管有两个困难:(1)钽管在高于 300℃ 时很快形成粗晶格结构,可能造成龟裂漏气;(2)钽仅能和金焊接,与其它金属焊接较困难<sup>[3]</sup>。

1960年 Hunter 用钯银合金扩散法提纯氢气。钯银合金在氢气中冷热变化时不会产生粗晶格及龟裂漏气现象。而且在 500℃ 时对氢的渗透率较纯钯的渗透率约高 25%，在 300℃ 时约高 150%，而氧的含量可低于  $10^{-9}$  [4]。

氢对钯的渗透率  $K$  的表达式为

$$K = K_0 p^{1/2} e^{-C/T}$$

$K$  为每平方厘米面积每毫米厚度的壁在两边压力差为 10 托时，每秒钟内通过气体的毫升数， $K_0 = 4.31 \times 10^{-3} S_0$ ， $S_0$  为在标准状态下每 100 克钯所溶解的气体的毫升数， $C$  为与吸收热量有关的常数。  $T$  为钯的绝对温度  $K$ ， $p$  为所处气体的压力，单位为托。从上式可以看出，氢对钯的渗透量与钯管壁的表面积、厚度、气体压力、温度等因素有关，而温度起着主要作用，开始随温度的增加渗透量迅速增加，以后就趋于一个饱和值。在给定的钯管中，在其它条件不变时，控制钯管的温度，就可以控制提纯后的氢束流量。

## 二、氢束流量控制及快速提纯器

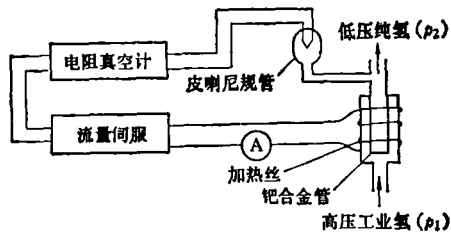


图1 氢束流量伺服系统方框图

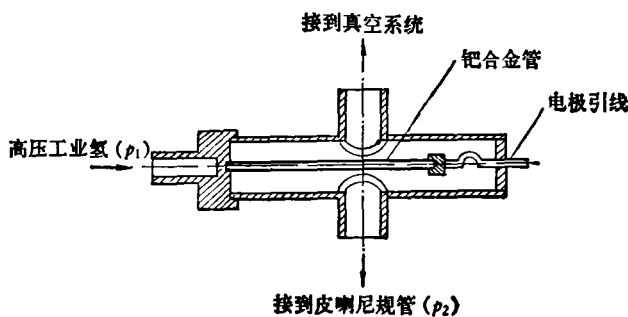


图2 快速氢提纯器组装原理图

用 75% Pd 和 25% Ag 的合金做成  $\phi 3 \times 0.2$  平方毫米、长约 30 毫米的合金管，焊接在不锈钢管中，不锈钢管外面绕上电阻丝，构成间热式氢气提纯器。图 1 为氢束流量控制系统方框图。高压工业氢进入提纯器内充满在受热钯银管外围。通过电阻丝的电强度由流量伺服线路供给。压力规管道连接在待控制的氢束管道中，压力规和电阻真空计把氢压的变化转变成电信号的变化，并送到伺服线路中，用来控制钯银管的加热电流，以至于控制提纯后的氢束流量。

但在间热式提纯器中，热量是从电阻丝传递给不锈钢管，然后再传递给钯银管的，需要一定的时间，有热滞后现象。氢束流量不能迅速调节。直热式快速提纯器就没有这些缺点，其结构原理如图 2 所示。用同样的钯银合金做成  $\phi 2 \times 0.1$  平方毫米、长约 40—75 毫米的一端封闭的圆柱形管，再焊在不锈钢管中。钯银管的电阻约为 20—40 毫欧。经伺服线路控制的几安培的加热电流直接通过它，由于焦耳热效应，管本身发热，温度上升。这就省掉了热量传递所需要的时间，没有热滞后现象。钯银管从通过电流加热到氢气渗出来的响应时间经测量约为 4 秒。氢束流量能迅速调节。

## 三、实验结果

用直径和壁厚相同而长度不同的钯银管做成几个直热式提纯器，其电阻值在 20—40 毫欧

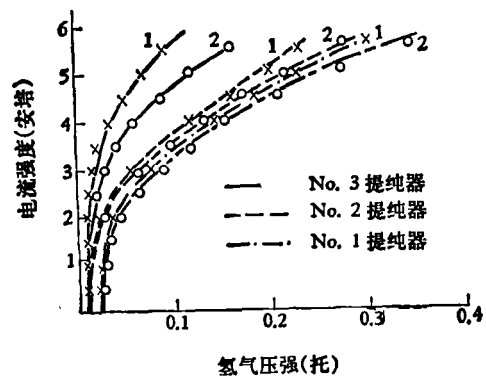


图3 钯银管加热电流与压力规测得的氢压关系

范围内。对它们加热，测出加热的直流电流与规管内氢压的关系，它代表钽银管的温度与氢的渗透量之间的关系。图3画出了三个不同电阻值(表示不同长度的钽银管)的提纯器在两种不同输入氢压下的曲线。表1列出三个提纯器的电阻值及两种氢压数值。从图3和表1可看出，对同一个钽银管在输入氢压较高时，氢的渗透量较大；相同内外径的钽银管较长者，氢的渗透量较大；而更主要的是加热电流(决定了钽银管的温度)对氢的渗透量的影响。

表1 提纯器的不同电阻值和不同的输入氢气压力

提纯器编号	电阻值 (毫欧)	输入氢压(大气压)	
		曲线 1	曲线 2
No. 1	23	2	4
No. 2	25	6	7.5
No. 3	22	2.5	5

把从提纯器出来的氢束送入电离泡中，泡内预先抽至低于 $10^{-3}$ 托的压力。当泡内的氢压达到 $5 \times 10^{-2}$ —0.5托范围内时，用射频电场激励它，使氢分子离解成原子，并发出绚丽的玫瑰色红光。而在未经提纯的氢气或泡内预抽的压力仍高于 $10^{-3}$ 托，泡内杂质含量较多，用射频电场激励时就发出乳白色、粉红色等各种颜色的光。再把离解后的氢原子束经聚焦系统注入到贮存泡中，只有当电离泡发出玫瑰色红光时，氢激光器才振荡。从电离泡发出光的颜色以及氢激光器的振荡，就可说明提纯后的氢束纯度

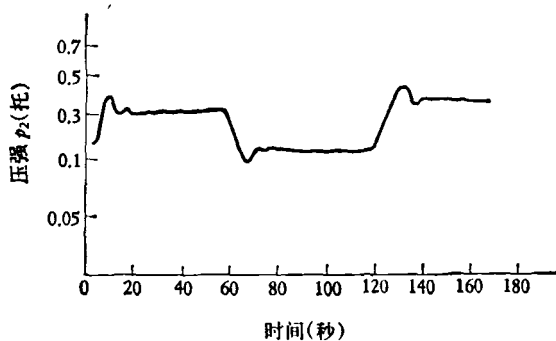


图4 改变流量到所要求的值所需的时间

在99.99%以上<sup>[1,2]</sup>。

氢束流量达到稳定平衡时所需的时间与流量变化范围有关，变化范围大所需时间长，反之则短。在满足激光器自动调谐所需的范围内，每改变一次流量，整个系统所需时间约为30秒，如图4所示。而间热式方法长达20分。

在快速提纯器的初期设计中，李白文参与了讨论，段保权、许淑华提供了低压大电流直流稳压电流，谨此致谢。

### 参 考 文 献

- [1] W. B. Bridges, A. N. Chester, J. E. Etter, A. E. Popa, B. L. Walsh and H. T. M. Wang, AD/A 016284, (1975), 28.
- [2] O. M. Katz and E. A. Gulbrausen, *Rev. Sci. Inst.*, **31**(1960), 615.
- [3] K. Landecker and A. J. Gray, *Rev. Sci. Inst.*, **25**(1954), 1151.
- [4] R. W. Crompton and M. T. Elford, *J. Sci. Inst.*, **39**(1962), 480.

## 多晶磷化镓次级发射体——GaP:Cs

高鸿楷 陈国夫

(中国科学院西安光学精密机械研究所)

### 一、引 言

在无油超高真空中，用铯激活P型重掺杂

的磷化镓(GaP)晶体，形成的负电子亲和势发射体GaP:Cs是一种优良的次级电子发射体<sup>[1,2]</sup>。它的次级电子发射系数高，而且随一次电子能量的增加而上升。当一次电子能量为600eV