

一种基于对称结构的固体材料放气率测试装置设计

余荣^{1,2} 魏萌萌^{1,2} 闫睿^{1,3} 李京^{1,2} 陈俊儒^{1,2} 陈千睿^{1,2} 张吉峰^{1,4} 丁双^{1,2}
杨传森^{1,2} 姚雪琦^{1,2} 康朋伟^{1,2} 王欢^{1,2} 卢耀文^{1,2*} 齐京^{1,5}

(1. 北京市真空计量检测工程技术研究中心 北京 100029; 2. 北京东方计量测试研究所 北京 100029; 3. 杭州中真科技有限公司 杭州 310000; 4. 北京真空电子科技有限公司 北京 100016; 5. 清华大学 北京 100084)

Design of a Testing Device for Outgassing Rate of Solid Materials Based on Symmetrical Structure

YU Rong^{1,2}, WEI Mengmeng^{1,2}, YAN Rui^{1,3}, LI Jing^{1,2}, CHEN Junru^{1,2}, CHEN Qianrui^{1,2}, ZHANG Jifeng^{1,4},
DING Shuang^{1,2}, YANG Chuansen^{1,2}, YAO Xueqi^{1,2}, KANG Pengwei^{1,2}, WANG Huan^{1,2}, LU Yaowen^{1,2*}, QI Jing^{1,5}

(1. Beijing Engineering Technology Research Center of Vacuum Measurement and Test, Beijing 100029, China; 2. Beijing Orient Institute of Measurement and Test, Beijing 100029, China; 3. Hangzhou Zhongzhen Technology Co., Ltd, Hangzhou 310000, China; 4. Beijing Vacuum Electronic Technology Co., Ltd, Beijing 100016, China; 5. Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract A testing device based on symmetrical structure is designed to solve the outgassing rate testing problem of less than 10^{-8} Pa·m³/s. In order to avoid larger measurement deviation due to the use of a vacuum chamber to successively measure the background outgassing at no-load and on-load, two identical vacuum chambers are placed symmetrically on both sides of a vacuum gauge, one as the sample chamber and the other as no-load reference chamber. The vacuum chamber with low outgassing rate is made of special high-temperature-resistant quartz material, therefore the vacuum chamber can test solid materials of low outgassing rate. A symmetrical structure is designed to measure the pressure in the sample chamber and the no-load chamber respectively with the same vacuum gauge by changing the gas path, which avoids the larger deviation caused by different sensitivity of two vacuum gauges when the dynamic flow method is adopted. Moreover, the device integrates a standard gas flowmeter for the on-line calibration of the vacuum gauge, which improves the accuracy of the measurement results. A pair of ceramic heating furnaces are used to heat the sample chamber and reference chamber at the same time in the range of 25℃ ~ 1000℃. The measuring range of the designed device for material outgassing is 5×10^{-6} Pa·m³/s ~ 5×10^{-10} Pa·m³/s.

Keywords Outgassing rate, Solid materials, Symmetrical structure, Sample chamber, Reference chamber, Dynamic flow method

摘要 为了解决小于 10^{-8} Pa·m³/s 的固体材料放气率测试问题,设计出一种基于对称结构的测试装置。通过对称结构的两个相同真空室分别作为样品室和空载参考室,避免了采用一个真空室先后分别测量空载时本底放气和放置样品后放气重复过程及引入的较大测量偏差;采用耐高温特殊石英材料制成的低放气率真空室,为实现放气率比较小的固体材料测试解决了真空室本底放气的限制条件;设计出用同一台真空计通过转换气路分别测量样品室和空载室内压力的对称结构,避免了原有动态流量法采用两台真空计分别测量时由于灵敏度的差异而引入的较大偏差;装置集成了标准气体流量计用于真空计的在线校准,提高了测量结果的准确性;采用的对称结构陶瓷加热炉,对样品实现 25℃ ~ 1000℃ 范围的加热,设计的装置对材料放气量的测量范围为 5×10^{-6} Pa·m³/s ~ 5×10^{-10} Pa·m³/s。

关键词 放气率 固体材料 对称结构 样品室 参考室 动态流量法

中图分类号: TB77

文献标识码: A

doi: 10.13922/j.cnki.cjvst.202207014

材料放气是指固体表面吸附或内部溶解的非可凝气体分子向真空环境下不断释放的过程,材料放气率是指单位面积的固体材料在单位时间内释放的气体流量,其单位一般为 $\text{Pa}\cdot\text{m}^3/(\text{s}\cdot\text{cm}^2)$ 或 $\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ 。真空容器或器件内真空度的获得和保持,取决于三个因素,一是材料内表面的放气,二是焊接或密封处的泄漏漏率,三是抽气模块对器件抽气的能力。为此,材料放气是真空获得和保持必须解决的关键问题,放气率指标是测量和获得超高真空的仪器设备选择材料的重要因素。

固体材料放气和放气率的核心问题是如何获得材料表面在单位时间内释放的气体流量,其单位为气体流量($\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$)。对于一台放气率测试装置,一般给出的是可以测试的气体流量的范围,如果用放气率表示测量范围,需要预先指定样品表面积大小,但具体测试需要根据样品的实际表面积情况而定。

固体材料放气率的测试方法通常有定容法(也称之为累积法)、动态流量法、动态调制法、转换气路法、分子束法等^[1-4]。其中,由于定容法受到环境温度和真空室内表面自身放气等因素影响,测量范围一般为 $(10^{-1} \sim 10^{-5})\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$; 动态流量法采用两台真空计分别测量流导元件两端真空室的压力,测量范围一般为 $(10^{-5} \sim 10^{-7})\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$,但由于两台真空计的灵敏度系数的变化不一致而引入较大偏差,同时受本底影响难以延伸下限;动态调制法通过动态移动流导元件的位置实现改变流导值的大小,缺点是由于流导元件运动过程中摩擦释放一定量的气体而影响测量结果,并且测试装置相对复杂,优点是采用同一台真空计来测量压力提升了测量结果的准确性,该方法的测量范围一般为 $(10^{-5} \sim 10^{-8})\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$;转换气路法是通过一台真空计先后测量样品室在空载和放置样品两种条件下的压力变化,放气率计算方法与动态流量法相同,这种方法有效的避免了两台真空计测量引入的偏差,不足之处是需要分别测量真空室本底和样品的放气,测试过程需要的时间比较长,并且真空室本底放气率在两次测量情况下的一致性比较差,因而引起测量结果的偏差比较大^[5-7]。

为了快速正确的测量固体材料的放气率,本文提出基于对称结构的测量方法,通过两个相同耐高温且放气率很低的石英材料制作的真空室,分别作为放置被测试样品的样品室和作为本底放气参考

的空载室,两真空室自身的放气率比不锈钢材 SUS316L 的放气率小两个数量级以上,为延伸放气率的测量下限,解决本底放气的影响提供了一种途径。基于对称结构设计的测量方法用一台真空计分别测量样品室和空载室内的放气,由于两真空室的本底放气基本相同,这种设计一方面避免了传统采用两台真空计测量过程引入的较大偏差,另一方面对用一个样品室分别测量空载和放置样品后的放气重复测试的过程进行优化。此外,装置设计了标准气体流量计作为参考标准,实现真空计的原位在线校准,并可以对测试装置放出的气体流量进行标定。本文设计的基于对称结构法的放气率测试装置,为解决放气率比较小的固体材料放气测量问题提供了测试方法和平台。

1 装置原理

设计的测试装置原理如图1所示,主要由样品测试模块、抽气模块、标准气体流量计模块及加热模块等组成。图1中 VC1、VC2 是对称结构的用特殊石英材料制成的相同真空室,被测试的样品放置在 VC1 中,VC2 作为空载的参考室(空载室,或空载参考室)或提供标准气体流量,被测试样品释放的气体由 VC1 与 V5 相连的标准流导小孔 C1 抽走,小孔 C1 两端的压力分别通过真空计 G1、G2 测量,材料放气产生的气体流量通过式(1)计算得到:

$$Q_{\text{gas}} = (p_1 - p_2) \cdot C_1 \quad (1)$$

在式(1)中, Q_{gas} 为被测试样品释放的气体流量,单位为 $\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$; p_1 、 p_2 分别为标准流导 C_1 两端的压力,单位为 Pa; C_1 为分子流条件下的流导值,单位为 m^3/s 。

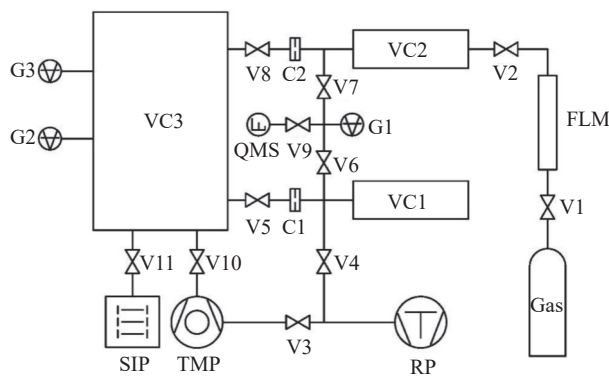


图1 固体材料放气率测试装置原理示意图

Fig. 1 Schematic diagram of solid material outgassing rate test device

式(1)是基于动态流量法测试原理,由于测试过程中采用两台真空计 G1、G2 分别测量样品室和抽气室的压力,因此两台电离真空计的灵敏度一致性比较差,导致测量结果的偏差较大。为了避免动态流量法测试放气的不足之处,测试过程首先在关闭阀门 V4、V7 的条件下,打开阀门 V5 和 V6,用 G1 测量被测试样品释放的气体压力 p_a ;然后关闭阀门 V5 和 V6,打开阀门 V7、V8,用 G1 测量 VC2 释放的气体压力 p_b ,则被测试样品释放的气体流量为:

$$Q_{\text{gas}} = (p_a - p_b) \cdot C \quad (2)$$

在式(2)中, p_a 、 p_b 为同一台真空计 G1 分别测量样品室和空载室的压力,单位为 Pa; C 是 C_1 或 C_2 分子流条件下的标准流导,由于 C_1 和 C_2 完全相同(即 $C_1 = C_2 = C$),单位为 m^3/s 。

另外,如需计算单位面积上单位时间内某种固体材料释放的气体量,可通过式(3)计算:

$$q_{\text{gas}} = (p_a - p_b) \cdot \frac{C}{A} \quad (3)$$

在式(3)中, q_{gas} 是某种固体材料的放气率,单位为 $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$; A 是被测试样品的表面积,单位为 cm^2 。

2 装置结构设计

2.1 样品测试模块的设计

样品测试模块主要由放置样品的真空室 VC1 与空载的真空室 VC2、标准流导 C1、C2 及测量仪器 G1、QMS 等组成,如图 2 所示。VC1 和 VC2 是用同种石英材料制造的形状相同的圆柱形真空容器,设计的长度为 300 mm,它们自身的放气能力相同,放气率大约是 SUS316L 不锈钢的 1%~0.1%,VC1 用于放置被测试的材料样品,VC2 作为样品室自身本底放气的空载参考真空室。上述真空室通过 CF35 全金属密封接口与抽气管道连接,被测试的样品放置在 VC1 居中位置。VC1 和 VC2 通过对称结构安装在抽气主管道上面,可通过分别开关阀门 V6 或 V7 切换测量气路。在样品测量过程中,将 VC1 和 VC2 同时拆卸,在 VC1 中安装样品的同时 VC2 也应处于相同的环境并暴露大气相同时间,由此保持两真空室自身在大气环境下吸附的气体量一致,避免了传统测试中将样品室再次暴露大气后测量空载时本底放气的过程,减小了两次分别让样品室暴露大气引入本底放气量不相同导致的较

大偏差,在提高测试效率的同时也提升了测量精度^[8-11]。

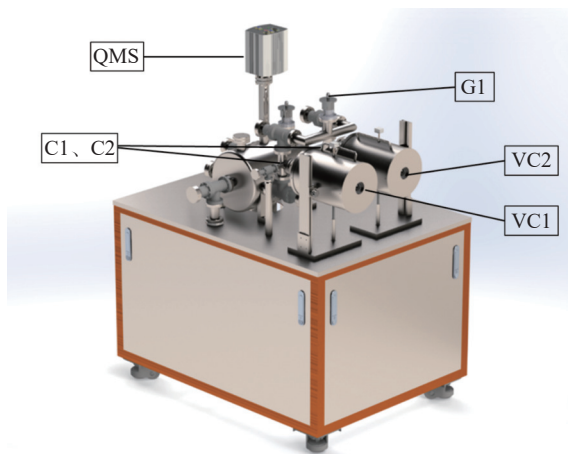


图2 固体材料放气率测试装置测试模块设计模型

Fig. 2 Design model of test module of solid material outgassing rate test device

标准流导 C1、C2 是材料、加工工艺及尺寸完全相同的薄壁小孔,其分子流导约为 $10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$ 量级,该小孔设计在双面法兰中央,用 SUS316L 高品质不锈钢材料制成,两个小孔在分子流条件下的流导值相同,如图 3 所示。G1 是作为参考标准的电离真空计,其测量范围为 $10^{-1} \text{ Pa} \sim 2 \times 10^{-9} \text{ Pa}$,用于测量 VC1 和 VC2 中气体的压力,由于该真空计通过 N_2 实现在线校准,为此给出的放气率测试结果实际为各类气体的总放气率,并且是等效 N_2 的结果。要获得样品释放每种气体的成分及放气量,将另撰写文章发表。

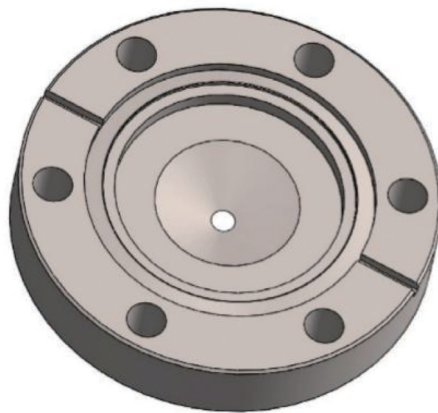


图3 标准小孔流导设计模型

Fig. 3 Design model of standard conductance

本文设计的真空室 VC1 和 VC2 空载时可获得的极限真空度小于 $8 \times 10^{-8} \text{ Pa}$,设计的最大压力测量

值之差 $p_a - p_b$ 为 5×10^{-3} Pa, 最小压力测量值之差为 5×10^{-7} Pa, 则根据式(2)计算得到本装置设计的材料放气测试范围为 5×10^{-6} Pa·m³/s ~ 5×10^{-10} Pa·m³/s。参照美国材料与试验协会(ASTM)和美国宇航局(NASA)对材料放气测试的相关标准要求, 应对被测材料的表面积进行记录说明。若被测材料的表面积为 1000 cm², 则根据式(3)计算得到装置测量放气率的下限为 5×10^{-13} Pa·m³/(s·cm²)。如果增大材料的表面积可进一步延伸放气率的测量下限, 但是对于一台材料放气率测试装置可测量气体流量的范围是固定的, 而且测试放气率的范围还与被测样品的表面积相关^[12-15]。

2.2 抽气模块的设计^[16-19]

抽气模块主要由真空室 VC3、离子泵 SIP、分子泵 TMP 机组以及前级泵 RP 等组成。设计的 VC3 是体积约为 30 L 的真空容器, 采用 SUS316L 高品质不锈钢材料制成, 设计的体积相对较大可起到稳压的作用, 避免测试过程中由于泵抽速的变化而引入测量结果的偏差, 设计的 VC3 极限真空度小于 1×10^{-8} Pa; 离子泵 SIP 的抽速为 200 L/s, 其说明书给出的极限真空度为 5×10^{-9} Pa, SIP 通过 CF63 接口的全金属角阀 V11 与 VC3 连接。抽气模块分子泵的抽速大于 1000 L/s, 在 VC3 中获得更好的极限真空度。RP 是抽速为 10 L/s 的干泵, 其极限真空度小于 5 Pa。在抽气室 VC3 上安装了两台真空计, 其中 G2 为电离真空计, 测量下限为 2×10^{-10} Pa, G3 为复合型真空计, 其测量范围为 1×10^5 Pa ~ 5×10^{-7} Pa。

2.3 标准气体流量计模块的设计

标准气体流量计模块的功能是作为参考标准实现对真空计 G1 的在线校准, 从而提高放气率测量结果的准确性。标准气体流量计是基于定容法和流导法相结合的复合型宽量程标准气体流量计, 其测量范围为 10^{-1} Pa·m³/s ~ 10^{-11} Pa·m³/s, 详见参考文献[20-25]中所述。对于在线校准 G1 的原理是在分子流条件下, 通过流量计 FLM 向 VC2 中引入已知的 N₂ 标准气体流量, 在关闭阀门 V6, 打开阀门 V7、V8 的条件下, 进入 VC2 中的气体通过标准流导小孔 C2 被 VC3 抽走, 根据流量守恒原理可知:

$$Q_s = (p_1' - p_2') \cdot C \quad (4)$$

在式(4)中, Q_s 为 FLM 提供的标准气体流量,

单位为 Pa·m³/s; p_1' 、 p_2' 分别是小孔 C2 入口和抽气端的压力, 单位为 Pa。

根据式(2)可知, 测量结果的准确性主要取决于真空计 G1 两次测量结果的差值, 为此本文提出了对两次测量结果差值的校准功能。假设真空计 G1、G2 测量得到的是标准压力值, 根据校准过程是在 VC3 中获得稳定压力后, 记录 G1 和 G2 的测量值分别为 p_{10} 、 p_{20} , 之后用 FLM 向 VC2 中引入标准气体流量 Q_{s1} , 记录 G1、G2 的测量值分别为 p_{11} 、 p_{21} , 继续将较大的标准气体流量 Q_{s2} 引入 VC2 中, 记录 G1、G2 的测量值分别为 p_{12} 、 p_{22} , 则有如下方程式成立:

$$Q_{s1} = [(p_{11} - p_{10}) \cdot C - (p_{21} - p_{20}) \cdot C] \quad (5)$$

$$Q_{s2} = [(p_{12} - p_{10}) \cdot C - (p_{22} - p_{20}) \cdot C] \quad (6)$$

用式(6)减去式(5)相减, 可得式(7):

$$Q_{s2} - Q_{s1} = [(p_{12} - p_{22}) \cdot C - (p_{11} - p_{21}) \cdot C] \quad (7)$$

由于 p_{11} 、 p_{12} 远大于 p_{21} 、 p_{22} , 为此上述公式可以简化为:

$$Q_{s2} - Q_{s1} = (p_{12} - p_{11}) \cdot C \quad (8)$$

$$\Delta p = (p_{12} - p_{11}) = \frac{Q_{s2} - Q_{s1}}{C} \quad (9)$$

在式(9)中, Δp 为 $p_{12} - p_{11}$ 的差值, 单位 Pa。

为此, 根据 $\frac{Q_{s2} - Q_{s1}}{C}$ 计算得到的是标准值 Δp , 而实际测量值为 $\Delta p'$, 则校准修正因子 s 为:

$$s = \frac{\Delta p}{\Delta p'} \quad (10)$$

因此, 通过标准气体流量计作为参考标准, 实现对真空计的在线校准, 提高了测量结果的准确性^[26-28]。

2.4 加热模块设计

加热模块主要由陶瓷高温加热炉、温度传感器、温度控制单元等组成^[29]。陶瓷高温加热炉的外壳采用不锈钢制成, 中间层是采用石棉制成的绝热保温层, 内部是缠绕加热丝的陶瓷管, 加热炉最高耐热温度为 1300℃, 设计对样品的加热温度范围为 25℃ ~ 1000℃; 温度传感器采用型号为 WRP-101 的 I 级铂铑热电偶温度传感器, 测量范围是 0℃ ~ 1300℃, 温度传感器通过在加热炉中间段的孔直接引入陶瓷管, 与样品室外壳直接连接, 测量结果是样品室外壁的温度, 对于样品的真实温度, 需要通过理论计算和实验来确定, 加热模块设计结构如图 4 所示。温度控制单元主要通过温度传感器测量温度, 同时

设定和反馈温度值来调节加热丝的功率,控制系统对温度的控制精度为 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。另外,由于温度传感器放置在加热炉的中间位置,加热炉两端由于散热等因素,存在从中间位置到两端的温度梯度,测量过程中应尽可能将样品放置在加热炉中间位置及其附近,以降低加热区间温度梯度对测量结果的影响,详细的分析确定过程将另撰写文章发表。

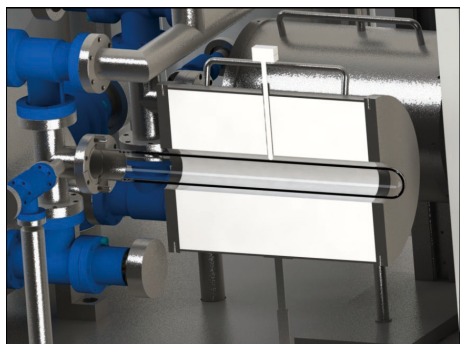


图4 加热模块设计模型

Fig. 4 Design model of heating module

3 结论

固体材料放气是影响真空器件寿命和超高真空获得的主要因素。本文设计了基于对称结构的材料放气率测试装置,提出用两个相同耐高温且放气率小的特殊材料制作的真空室作为样品室和空载参考室,避免了原有采用一个样品室分别测量本底放气及样品放气的重复过程,减小了样品室自身放气对测量结果的影响。另外,装置通过转换气路的方法,用一台真空计分别测量样品室和空载室在动态条件下的压力值,避免了采用两台真空计测量时由于灵敏度变化而引入的较大偏差,也减小了用一个样品室分别测量空载和带样品测试过程中暴露大气后样品室吸附气体分子不一致引入的偏差。装置集成标准气体流量计作为参考标准,可在线对真空计进行校准,进一步提高了测量结果的准确性。设计装置对样品材料释放的气体量的测量范围为 $5 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \sim 5 \times 10^{-10} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$,对样品的加热温度范围为 $25^{\circ}\text{C} \sim 1000^{\circ}\text{C}$,为固体材料放气研究和测试提供了硬件平台和方法,关于测量结果不确定度的评估将另撰写文章发表。

参 考 文 献

[1] Saito K, Sato Y, Inayoshi S, et al. Measurement system for low outgassing materials by switching between two

- pumping paths[J]. *Vacuum*, 1996, 47: 749–7524
- [2] Schindler N, Schlei ner D, Edelmann C. Measurements of partial outgassing rates[J]. *Vacuum*, 1996, 47(4): 351–355
- [3] ISHIZAWA K, KURISU H, YAMAMOTO S, et al. Titanium Materials for UHV/XHV Systems[C]. Discharges & Electrical Insulation in Vacuum, 2006 XXII International Symposium on; Matsue, Japan. 2006: 805–808
- [4] Yoshimura N A. Differential pressure-rise method for measuring the net outgassing rates of a solid material and for estimating its characteristic values as a gas source[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 1985, 3(6): 2177–2183
- [5] Santillan J J, Toriumi M, Itani T. A study of EUV resist outgassing characteristics using a novel outgas analysis system[J]. *Advances in Resist Materials and Processing Technology XXIV*. SPIE, 2007, 6519: 1218–1224
- [6] Yang Y, Saitoh K, Tsukahara S. An improved throughput method for the measurement of outgassing rates of materials[J]. *Vacuum*, 1995, 46(12): 1371–1376
- [7] Kurisu H, Ishizawa K, Yamamoto S, et al. Application of titanium materials to vacuum chambers and components [J]. *Journal of Physics: Conference Series*. IOP Publishing, 2008, 100(9): 092002
- [8] Redhead, P. A. Effects of readsorption on outgassing rate measurements[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces and Films*, 1996, 14(4): 2599–2609
- [9] Holtrop K L, Hansink M J. High temperature outgassing tests on materials used in the DIII-D tokamak[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces and Films*, 2006, 24(4): 1572–1577
- [10] Takeda, Masatoshi, et al. Hydrogen outgassing mechanism in titanium materials. *Applied Surface Science* 2011, 258 (4): 1405–1411
- [11] Hong S S, Wakil Khan, Kang S W. Investigation of a set procedure for the stability of pressure control in the newly developed flow-control system at KRISS. *Mapan*. 2009, 24 (2): 89–94
- [12] Chu H M, Sasaki T, Hane K. Design, fabrication, and vacuum package process for high performance of 2D scanning MEMS micromirror, solid-state sensors, Actuators and Microsystems Conference, 16th International. IEEE, 2011: 558–561
- [13] Yoshimura N, Hirano H, Ohara K, et al. Outgassing characteristics of an electropolished stainless-steel pipe with

- an operating extractor ionization gauge[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 1991, 9(4): 2315–2318
- [14] Aiello G, Meier A, Scherer T, et al. Outgassing measurements for the ITER EC H&CD upper launcher[J]. *Fusion engineering and design*, 2011, 86(9-11): 2474–2477
- [15] Sinharoy S, Lange W J, Freidhoff C B. Outgassing properties of a commercial fiber fabric material for high temperature use in high vacuum[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 1990, 8(2): 930–932
- [16] He P, Hseuh H C, Mapes M, et al. Outgassing properties of the spallation neutron source ring vacuum chambers coated with titanium nitride[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 2004, 22(3): 705–710
- [17] Holtrop K L, Hansink M, Kellman A G. Outgassing tests on materials used in the DIII -D magnetic fusion tokamak[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 1999, 17(4): 2064–2068
- [18] Redhead P A. Recommended practices for measuring and reporting outgassing data[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 2002, 20(5): 1667–1675
- [19] Moraw M, H. Prasol[J]. The influence of readsorption on the measurement of outgassing kinetics of metals. *Vacuum*, 1998, 49(4): 353–358
- [20] 卢耀文, 吴端, 陈春, 等. 一种($10^{-1} \sim 10^{-10}$) Pam^3/s 标准气体流量计的设计[J]. *真空科学与技术学报*, 2020, 40(07): 674–678
- [21] Jousten K, Messer G, Wandrey D. A precision gas flowmeter for vacuum metrology[J]. *Vacuum*, 1993, 44(2): 135–141
- [22] Li Detian, Cheng Yongjun, Feng Yan, et al. Very low gas flow measurements for UHV/XHV and leak calibration [J]. *Metrologia*, 2013, 50: 15–19
- [23] Calcatelli A, Raiteri G, Rumiano G. The IMGC-CNR flowmeter for automatic measurements of low-range gas flows[J]. *Measurement*, 2003, 34: 121–132
- [24] Levine P D, Sweda J R. Precision gas flowmeter for vacuum calibration[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 1996, 15(3): 747–752
- [25] 卢耀文, 董云宁, 杨传森, 等. 一种($10^{-5} \sim 10^{-16}$) Pam^3/s 标准气体流量计的设计[J]. *真空科学与技术学报*, 2021, 41(05): 420–424
- [26] 冯焱, 成永军, 赵定众, 等. 恒压式气体微流量计的性能测试[J]. *真空科学与技术学报*, 2005(03): 217–221
- [27] 张涤新, 李得天, 冯焱, 等. 动态流导法真空校准装置[J]. *真空*, 2005(03): 30–34
- [28] 卢耀文, 吴端, 王欢, 等. 一种($10^{-5} \sim 10^{-8}$) Pa真空计校准装置的设计[J]. *真空科学与技术学报*, 2021, 41(01): 29–34
- [29] Park C D. Reduction in hydrogen outgassing from stainless steels by a medium-temperature heat treatment[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 2008, 26(5): 1166–1171