

計数管的基本工藝

中国科学院原子能研究所編

(內部資料)

科学出版社

計数管的基本工艺

(内部資料)

中国科学院原子能研究所編

科学出版社出版 (北京朝阳門大街 117 号)

北京市书刊出版业营业許可証出字第 061 号

中国科学院印刷厂印刷 科学出版社发行

※

1960 年 3 月第 一 版

书号: 2124 字数: 13,000

1960 年 3 月第一次印刷

开本: 850×1168 1/32

(京) 0001—4,000

印数: 3/4

定 价: 0.15 元

前 言

本文叙述計数管的制造工艺，对大跃进以来我所所做的各种特殊管的结构与說明。这些材料都是参加工作的同志根据工作中的經驗与体会写成。应该說明的有以下几点。1)計数管制造并不是很神秘或困难的，具有一般电真空或实验物理的基本条件的单位都可以自行制造；2)这里所介紹的方法仅供参考，各单位可根据自己的条件及特点找出更合适的方法；3)在計数管工艺中，对清洁工作或真空卫生是有較严格的要求的，尽管在原料的保存方面采取适当的措施和工作者认真細心的操作、防止原料沾污就能滿足清洁度的要求，但这决不意味着对清洁度的要求可以放松，这一点必須強調指出。

考慮到这里叙述的具体工艺資料，一般都不宜外传，同时这些材料主要是为了給直接从事于制造計数管的人参考。所以本小册子只作为公开发行的“計数管”一书的附件，在内部发行。

目 录

前言	i
§ 1. 导言	1
§ 2. 玻璃管壳的吹制	1
§ 3. 玻璃管壳的检漏和清洁处理	3
★ § 4. 阴极、阳极等物的准备和清洁处理	5
§ 5. 装配与封接	8
§ 6. 再次检漏	9
§ 7. 抽气和充气	10
§ 8. 透明阴极的喷制技术(简述)	13
§ 9. 金属计数管的特有工艺	16
9.1. 检漏 9.2. 玻璃与金属的封接 9.3. 金属的焊接 9.4. 金属抽气管的封接 9.5. 中心丝的拉直 9.6. 剥云母及称云母	
参考文献	18

§ 1. 导 言

直到現在，还没有一本書或一篇文章對計數管的工藝過程作過比較詳細的介紹。其實，要想製出性能良好、能滿足需要的計數管，並不困難，只要我們掌握了製造計數管的基本工藝和計數管的內在規律。掌握了以上兩點，不但能製出性能良好的計數管，而且還可能突破原有的水平，獨創出新的探測器來。

本書一共介紹 15—20 種蓋革計數管（見圖 1）。它們所探測的主要是 β 和 γ 射線。附帶介紹了探測 α 射線的計數管和冕狀放電的穩壓管。這些計數管有的是探測放射性固體，有的是探測放射性液體，有的則是探測放射性氣體。

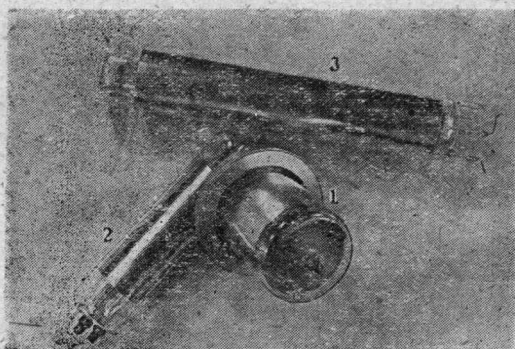
儘管計數管的品種眾多，但它們的內在規律和基本工藝卻是一樣的。因此我們先把計數管的工藝作一簡單的介紹。

目前最常用的計數管，多是採用玻璃外殼（少數用金屬管殼），內盛一金屬陰極和一同軸金屬絲的陽極。如圖 2 所示。

計數管的基本工藝過程，大致可歸納為：1. 玻璃管殼的吹制；2. 玻璃管殼的檢漏和清潔處理；3. 陰極、陽極等物的準備和清潔處理；4. 裝配和封接；5. 再次檢漏；6. 接上系統、抽氣、充氣、測量、取下。

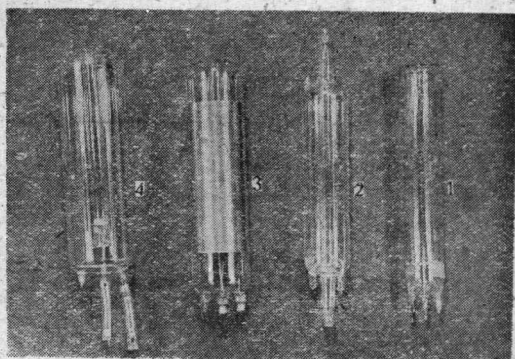
§ 2. 玻璃管殼的吹制

選玻璃 如果我們要做象圖 2 那樣的計數管，兩極引綫打算用鈹鎂絲（如為鎢絲，就用硬玻璃），那麼我們就選用軟玻璃管來吹制。內直徑約 20 至 21 毫米，長度為 200 毫米。抽氣管、陽極引綫，陰極引綫等處須用同樣玻璃，長度為 70、50、50 毫米，直徑約為 3 毫米。玻璃套管採用同樣玻璃，長度約為 40—50 毫米，直徑約為 2—3 毫米。



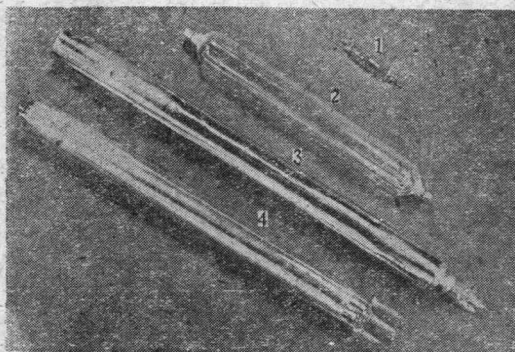
(a)

1—鉀罩式 β 計數管；
2,3—鹵素 γ 計數管。



(b)

1—液体 β, γ 計數管；
2—流体 β, γ 計數管；
3,4—杜瓦瓶式 β, γ 計數管。



(c)

1—強流計數管；
2—鹵素 β, γ 計數管；
3,4— BF_3 中子計數管。

图 1. 自制的各种盖革計數管

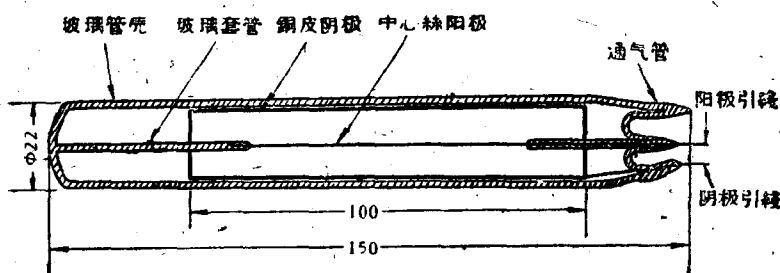


图2. 普通计数管

清洗玻璃 出厂的玻璃管，经常有很多脏东西附在上面，如果不事先清洗而进行吹制，脏物就与玻璃熔在一起，而无法清洗。所以选好玻璃管后就应进行清洗。

吹制管壳 吹玻璃技术可参看文献[1]。现在仅就吹制管壳必须注意的事项说明一下。当吹好计数管壳后，被吹的玻璃附近产生了应力，如果不进行彻底的“退火”，有应力部分的玻璃迟早会破裂。如果管壳裂了，就做不出计数管来。“退火”的办法有两种：一般是吹玻璃技术书上常采用的，当吹制玻璃时，加在被吹部分的火焰温度不能骤热或骤冷，应该使温度逐渐升高和逐步降低；另一种是将吹好的计数管壳，置入自动恒温箱内，使玻璃加热到与应力点相应的温度，经过10分钟，关掉烤箱温度开关，待冷后取出。“退火”后是否已消除或减少了应力，可用偏光仪检查，如有应力存在，在偏光仪上有应力部分是五颜六色的；如没有应力，则颜色是一致的；如应力较小，颜色淡而少。当计数管阴极已封入管内，为避免阴极在空气中受热而强烈氧化，致使阴极变黑，对已封好阴极的计数管，不采用第二种方法“退火”。除非在真空中进行“退火”（如卤素管即采用此法）。

§ 3. 玻璃管壳的检漏和清洁处理

玻璃管壳吹制过的地方，可能有肉眼看不见的小孔存在，如果在做计数管之先，不进行严格的检查，在做好了计数管后，才发现小

孔存在,那就只好作为废品。因此,吹制好的管壳要进行检查,这个手續叫检漏。

检漏方法 将外直径略比玻璃管壳内直径为小的金属圆柱形的附件,放置在玻璃管壳内,直抵抽气管端(也就是吹制的地方),然后用高频检漏器的火花打在吹制地方(将其电压放在最小一档上,以免打穿玻璃的吹制地方),并把玻璃管壳转动,使吹制地方都受到检漏。如果有小孔存在,火花(小亮点)就会集中在小孔处。可在小孔处作记号标出,然后进行修补,再行检漏,直到没有小孔存在为止。

经过检漏的管壳,等待清洁处理。

清洁处理 我们采用的清洁处理方法有两种:

1. **去污粉法** 在进行清洁处理之先,须做一些准备工作。先把自己的手用肥皂彻底洗擦干净。然后对用具、器皿等物进行清洁处理。

将市面上出售的去污粉,适量地倒在玻璃器皿上(用土瓷盘代替也可以),再用适当粗细的试管刷用水浸透,沾上去污粉刷洗计数管的内外壁(抽气管等处用烟斗刷刷洗),直到计数管壳上不能挂住水珠为止。然后用水冲洗,直到管壳内外没有丝毫悬挂物,呈纯净透明为止。经过三次蒸馏水洗后,直立放入烤箱内,在80—100℃下烤烘二小时,关掉烤箱温度开关,等待装配。

注意之点:(i)不要立即开烤箱门,以免计数管壳突然受冷,产生破裂;(ii)不要使处理好的管壳受尘土和污物的沾染;(iii)在整个清洁过程中,切忌用手接触管内壁,在冲洗时一般多提住抽气管;(iv)处理的管子较多时,蒸馏水应经常更换;(v)处理后的管壳,如发现白色沉淀或不透明现象,应重新作清洁处理,直到管壳全身内外纯净透明为止。

2. **氢氧化钠法** 将20克氢氧化钠慢慢地倒入盛100毫升普通水的烧杯内,并用玻璃棒不断搅拌水。然后将管壳全部浸入氢氧化钠溶液中,待煮开后10分钟,取出管壳。放入事先烧开的水中,浸透管子数次,再放入加了数滴盐酸的开水溶液中,摆动几次,

取出冷后,用自来水冲洗,至管子全身呈純淨透明为止。然后用蒸餾水冲洗数次,放入烤箱內。其余步骤与(1)相同。

用去污粉法比較經濟,但浪費人力。一般的玻璃器皿与有机計数管壳的清洁处理采用此法。氫氧化鈉法适用于大量制造及处理小型計数管管壳。氫氧化鈉溶液可使用多次。煮时所用的容器可用土砂鍋代替,电炉可用煤炉代替。

制造鹵素管和強流管时,玻璃管壳除了采用以上清洁处理步骤外,还要把已經处理过的管壳置放洗液中一昼夜。然后取出用自来水重复冲洗,又用蒸餾水冲洗数次,放入烤箱中,烤烘过程如上所述。

洗液按重鉻酸鉀 10 克、工业純硫酸 10 毫升加水冲成 100 毫升的比例配成。

洗液內不得放置未經清洁处理的物件,尤其不能放置帶油垢的物件。为了防止尘土落入,一般須加盖。

注意,在制造計数管的整个工艺过程中,所用的器皿事先必須經過彻底的清洁处理。

§ 4. 陰极、阳极等物的准备和清潔处理

計数管阴极最常用的金属是黃銅、紫銅、不銹鋼。阳极最常采用的是很細的金属鎢絲。两极的引綫常用 0.3 毫米左右的鎢絲或鈦鎂絲。

不論做什么样的計数管,有一点是共同的,那就是:計数管內的任何零件都必須經過严格的清洁处理;尖端(小突起)、棉花毛、尘土、焊药、油垢等都是絕對不允許存在的。

因此对計数管所用的阴极、阳极、两极的引綫都必須进行清洁处理。

阳极的清洁处理 将化学純的乙醚倒在清洁的称量瓶內,然后用脫脂棉花蘸乙醚,把准备好的阳极絲夹在此棉花內,把整根絲来回拉几次,直到棉花不再变黑为止。再用氫氧化鈉(1 克左右)法进行清洁处理。注意,不要把絲弄弯和打疙瘩以及使絲攪在一

块。

两极引线的清洁处理 将 0.3 毫米左右的鎢絲剪成需要的长度后,放在氫氧化鈉溶液中进行退鍍。退鍍后用氫氧化鈉(1 克左右)法进行清洁处理。

退鍍的目的是除去鎢絲表面上的杂质,以便与玻璃封接时不漏气。

退鍍装置如图 3。

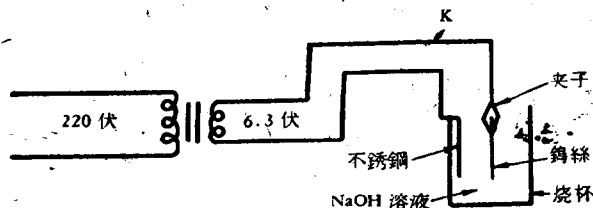


图 3. 退鍍装置

退鍍步骤如下:将 5 克的氫氧化鈉溶于盛水 1000 毫升的烧杯中。将退鍍的鎢絲用夹子夹上,按图 3 的装置,合上开关 K 使通电,至整根鎢絲附近都生了小泡时,拉开开关 K,取出鎢絲,用棉花擦去鎢絲上的黑色附着物,直到整根鎢絲都呈金属光泽时为止。如只有部分鎢絲呈金属光泽,应繼續退鍍。用 6.3 伏交流电压經過整流轉变成直流电压也行。但要把不銹鋼片接阴极,鎢絲接阳极。溶液变色时,应立即更換新溶液。

两极引綫如采用鈦鎂絲,清洁处理只需用棉花蘸乙醚擦淨,然后用清水煮和冲,再經蒸餾水冲洗数次,烤干即成。要注意,不能將絲表面紅色附着物擦去或擦伤,否則封接时会漏气。

阴极的清洁处理 制成阴极一般經過下面几个步骤:

1. **阴极成形** 先带上棉紗手套,將黃銅皮剪成所需要的长度与寬度(长度由計数管阴极长度决定,寬度由其直径决定),然后用砂紙將銅皮四周擦光,以免有尖端存在。用适当大小的金属棒(不要生銹和有油的)或玻璃管,將黃銅皮放在棒下,下面垫着一块清洁玻璃板,使长方形黃銅皮卷成了圓柱形的阴极形式。

2. 备好用具 先准备挂钩。将直径为3毫米，长为350毫米的玻璃管或棒的两端烧成钩子形，身长约230毫米，钩两端各长50毫米，钩与身距2—3毫米。此种钩需做若干个。准备两个比阴极略长与略大的量筒及四个较阴极为长的烧杯。

一只量筒盛处理阴极的溶液，一只量筒盛蒸馏酒精。三只烧杯盛蒸馏水，一只烧杯放在自来水龙头下面。蒸馏水与酒精应经常更换，酒精待蒸馏后还可使用。

3. 进行处理 用不锈钢夹子把阴极夹在玻璃钩子上，钩子的身子居于阴极内壁。手提着钩子把阴极全部浸入盛溶液的 量筒内，待阴极全身都布满了小泡后约0.5—1分钟，立即用钩子把阴极提到水龙头烧杯处，用水冲洗。这工序要进行得较快，如来不及，可把阴极放在盛满水的烧杯内浸透一下，然后进行不停的冲洗，冲洗时要经常更换烧杯内的水，时间约4小时。经过三次蒸馏水，一次蒸馏酒精洗涤后，连钩一起挂在纱柜中，使它自行凉干，等待装配。

冲洗的目的是要把阴极表面吸附的酸彻底冲掉。以上方法冲洗，效率甚低。为了使新鲜水不停地从阴极顶部流到阴极下面，而从下面排除，用镀锌洋铁皮焊了一个能容10来个阴极的桶子，桶子下开了几个小孔，小孔的大小要求在同一时间内流入的水量远超过流出水量。这样，阴极表面彻底冲洗净所需时间仍需30—60分钟。如果不把计数管阴极彻底去酸，就会严重影响计数管的质量。

现在介绍一下纱柜的做法：用三合板钉成所需的容积。柜子四周钻些小孔，然后用卫生纱布将柜内全钉满，并在柜中牵上好几根金属丝，以便悬挂阴极。纱柜主要是用来通风和防尘。纱柜最好放在较高的位置。

4. 几种溶液的配方

(i) 黄铜阴极处理配方 由于铜的质量不同，配方也各异。现在介绍黄铜的处理配方。由硝酸、硫酸(6摩尔)和水混合而成，它们的体积比例是4:4:10。

此溶液可连续使用，当不起作用时，可配少量新溶液入内，就

能再滿意地使用了。加熱也可以達到同一目的。

(ii) 紫銅陰極處理配方 用重鉻酸鉀 250 克, 硫酸 75 毫升, 加水至 1000 毫升配成。此溶液也可連續使用, 失效後另配新溶液。

(iii) 不銹鋼陰極處理配方 對不同類型的不銹鋼, 應分別對待。這裡只介紹兩種方法: 對於含鉻約 10% 的不銹鋼, 單用純鹽酸處理就行了; 對於含鉻約 17% 的不銹鋼, 應用三分鹽酸和一分硝酸配成的溶液處理。

以上兩種溶液是否可連續使用視不銹鋼的材料而定。在處理過程中, 如發現陰極表面有黑色微粒出現, 就應該用脫脂棉花把它擦掉, 再行處理; 或者用濾紙濾掉黑色微粒。

§ 5. 裝配與封接

本節着重討論如何把以上各節準備的零件裝成一個計數管的整體。

在以下操作中, 凡是接觸處理過的零件時, 一律要帶橡皮手套或橡皮指套進行工作。

燒玻璃珠 為了確保鎢絲和硬玻璃封接處的真空密封, 在鎢絲封接處事先燒一玻璃珠。步驟如下: 先把陰極引綫取出, 用夾子夾着引綫一端, 將整根鎢絲在玻璃吹燈上燒紅。然後將適當粗細、長度為 5 毫米的玻璃小管套在鎢絲上, 玻璃套管一端距鎢絲 5 毫米。然後把玻璃吹燈火焰調尖, 為了不使空氣留在封接處, 從套管一端燒到另一端。燒後呈紅色或黃色沒氣泡就合標準。玻璃珠的直徑不能大於陰極出頭管的內直徑。

點焊^[2] 將燒過玻璃珠的陰極引綫的一端(距珠遠的一端)與陰極點焊上。如果二者點焊不上, 可在點焊處加一媒介物。不銹鋼片或鎳片、鎳絲是我們常用的幾種金屬的點焊媒介物。

陽極引綫和陽極是在燒玻璃套管之前點焊的。燒後如圖 4 形式。值得提醒的是: 在未燒套管以前, 1 和 2 處要先燒圓, 以免放電。玻璃套管和玻璃珠所用的玻璃應該與管殼玻璃相同, 否則因膨脹系數不一, 封接後會破裂。

如果没有点焊机，可以用简单方法代替，点焊的目的就是使管内两极通向管外，只要我們能使两极引綫与两极接触得很好就行了。

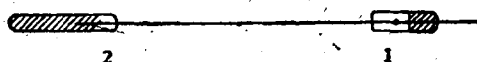


图 4. 阳极与玻璃套管

以上各物应放置在清洁有盖的容器内。

两极引綫如为钽鎂絲，除不烧玻璃珠外，其他手續与上面一样。

装配和封接 从烤箱内取出玻璃管壳，把已准备好的阴极、阳极装入管壳内，立即进行封接。封接之先，要再仔細检查一次，看管内有沒有尘土等物；阴极、阳极处有沒有尖端（小突起）、棉花毛；中心絲是否打了疙瘩；点焊处是否結实。封好后除抽气管是开着的外，其形式如图 2 所示。

封接妥当的計数管，放置在有盖的容器内，等待检漏。

§ 6. 再 次 檢 漏

这次检漏主要是检查管子尾部吹制部分和两极引綫与玻璃封接处是否漏气。

粗略地說，真空度不同，气体放电的顏色也不一样。在同样真空度时，对于不同的气体，放电的顏色也不一样。利用这两点，分別对玻璃和金属部分进行检漏。

检漏步骤：1. 检查真空系統是否漏气；2. 检查計数管和系統吹接处是否漏气；3. 检查管子所要检查的地方。

检漏方法参看文献[1]。为了可靠起見，将作了检漏試驗的計数管分別保持真空一昼夜后，用高频检漏器观察計数管是否漏气。如果漏气，放电顏色呈紅色或看不出放电顏色；如不漏气，放电顏色为淡白色。然后将不漏气的計数管接上真空系統，等待抽气和充气。

§7. 抽气和充气

这步工序主要目的是将计数管内空气、水蒸汽、二氧化碳等不需要的气体抽空,然后充上所需要的气体。

一般经过检漏、抽气、烘烤、充气、测量、取管等六个步骤。

我们自制的卤素计数管的真空系统与有机 β 计数管的真空系统如图5及6所示。

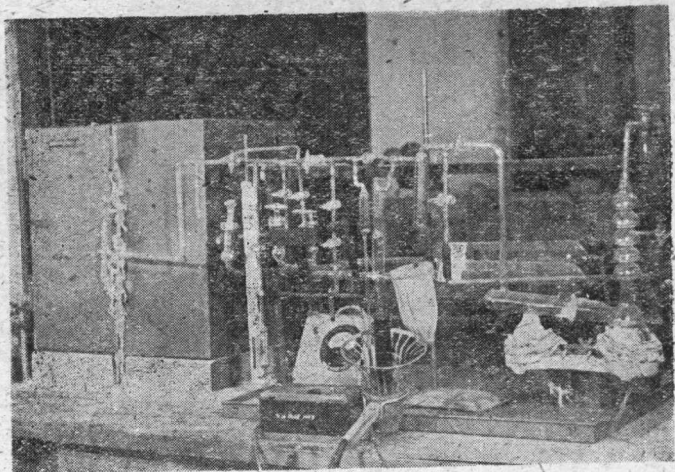


图5. 卤素管的真空系统

在这里只简略地谈一下制造计数管用的真空系统的共同要求与应注意事项:

(1) 在吹制玻璃系统之先,系统上所用的活门须先进行真空检漏(见§6),肯定不漏气的活门才用来吹制系统。采用的玻璃活门与组成系统各管道所用的玻璃应该尽量用同一品种的(一般用硬玻璃),切忌用杂牌玻璃,否则系统容易破裂。如果两者同为硬质玻璃,但品种两样,那么,要在两种玻璃间加一媒介玻璃。

机械泵与扩散泵事先要经过检漏和测真空度。系统上采用的一切部件事先都要经过彻底的清洁处理。

(2) 设计系统时要注意以下几点^[2]:

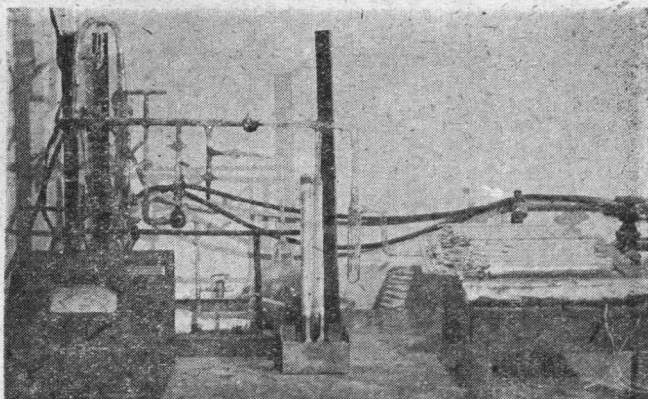


图6. 有机 β 计数管的真空系统

(i) 为了节省配方和节省气体,系统所占体积应尽量小。

(ii) 支撑系统的支点不宜太多,最好两点(如有机 β 计数管系统)。支点如为两点,系统自然就在一条直线上,这样,就保证了系统在使用转动活门时不容易产生扭力,系统能安全工作。如果支点必须多于二个(如卤素系统),那么使所有支点都严格地位于同一平面内,否则系统在使用时将常易破裂,会给工作带来极大的麻烦。

(iii) 活门不宜过多,系统上活门应减少到最低限度。这样会大大减少系统漏气的可能。

(iv) 采用的真空橡皮应减少到最小限度。橡皮愈长,出气机会愈多。

(v) 最常更换的地方,要采用磨口封接。例如系统上的干燥瓶及盛有机蒸汽的小瓶。

(3) 真空系统操作过程中常遇到的故障及应加注意之点:

(i) 最常遇到的故障是活门上的活门油出现了条纹,因而引起漏气。解决的办法是在计数管接到系统上去之前,系统本身用机械抽气机进行严格的检漏。如果发现漏气,可进行修补(如活门处漏气,可更换活门油),直到系统确实不漏气时,才接上计数管。待计数管与系统封接处全部不漏气时,才打开油扩散泵或水银扩散泵进行工作。

(ii) 更換活門油的方法如下：先將要換活門油的系統部分放入空氣，取出活門塞子，然後用適當粗細的銅絲的一端包上脫脂棉花，蘸上化學純的乙醚，擦去活門上的油，直到沒有一點油漬及塵土存在為止。活門與其塞子上不能留下一點棉花毛。工作人員的手應徹底洗乾淨。將牙膏狀的活門油擠出，在活門上沒孔地方對稱地塗上兩長條活門油（活門油的寬度與活門塞粗細成正比）。然後將此塞子放在酒精燈上微微加熱，待活門油呈熔化狀態為止。再將塞子放入活門中去輕輕用力向里壓一下，使活門油布滿整個活門，再轉動一下活門，至沒縫條為止。轉動活門時必須用兩只手，左手托著活門，右手轉動活門塞子，否則容易把系統轉壞。

(iii) 擴散泵電爐的溫度調節不當，會妨礙系統達到要求的真空度。對油擴散泵來說，電爐最好的溫度是當冷凝塔下部出現一層噴油圈時；而水銀擴散泵的電爐溫度是當水銀泵的噴口連續不斷地噴出水銀時為好。

(iv) 機械泵有時會發生不能轉動、不起抽氣作用以及漏油等情況，這時就必須換油並找其原因。通常的原因是油太脏了，或者彈簧下的片子生鏽不靈活。在拆洗抽氣機時，要記住零件位置。不能任意更換或取消其零件，否則會給工作帶來很大的麻煩。

(v) 干燥劑至少每半月要換一次。尤其在夏天更應常換。

(vi) 當系統要停止工作時，必須先关掉干燥瓶上的活門，然後打開干燥瓶附近的活門，使空氣入內。否則抽氣機中的油會被大氣壓入系統內而造成事故。

(vii) 在開油擴散泵與水銀擴散泵的電爐開關之前，必須保證系統不漏氣，否則油或水銀與空氣起氧化作用，影響真空系統的性能。平常也不使空氣與油或水銀接觸，尤其在油是熱的時候，更應嚴格禁止與空氣接觸。

(viii) 另外，在開水銀泵之前，必須同時開水銀泵外套的水管閘門。如果不通水，水銀泵會因受熱而破裂。水銀蒸氣有劇毒，如果發生事故，工作人員應立即关掉水銀泵的電爐開關，打開窗子，並離開工作房間。

在系統停止工作之前，最好先使油或水銀冷却。

水銀蒸气、有机蒸气、溴蒸气均系有毒气体，故机械泵通入空气管道上应加一橡皮管带，使系統中抽出的气体通向室外去。

为了保护系統，使渗入系統的水汽尽可能地少，所以在接上計数管或修补系統时不直接吹气。

在計数管进行烘烤的过程中，系統必須处于高真空的工作状态。否則会使計数管阴极强烈氧化，形成大量废品，同时也会加速油或水銀与空气起作用。

为了确保充气压力，計数管进行充气时，必須处于室温状态。

为了在系統上便于判断成批計数管性能的优劣，常在系統上接上一个标准計数管。一个符合要求的計数管的因素，一方面由所充气体情况(压力、成分、純度、比例)决定；另一方面由計数管本身情况(几何結構、工艺过程及历史条件)所决定。但即使是同一批制成的計数管，各管子的情况也不一样；計数管数量較多，我們不可能在系統上一一測量其性能(通常是測量計数管的坪曲綫)。但所充气体条件都是共同的，充好气后，只要測量一只标准管的坪曲綫就行了。如果合乎标准，就說明这批計数管充气条件是合标准的。就可以將計数管用玻璃吹灯小心取下。不要弄断計数管与排管接头，或取漏計数管，这样的損失是巨大的。对于不銹鋼制的卤素管來說尤为严重，甚至达无可挽救的地步，因为溴与空气中水气一接触，就会起強烈的作用。如果标准管的性能不好，說明充气条件不好；这可能是充气时漏了气，或系統内进入了有害气体，真空度不够等。发生这样情况时，应分析其原因，并彻底解决。标准管不要取下，要經常接在系統上。并經常保持真空，尤其是卤素管，应絕對严格地防止空气漏入标准管内。一般用透明阴极作标准管，因为透明阴极抗溴能力强，即使漏气，經過烘烤，还可以恢复原有性能的水平。

§ 8. 透明阴极的噴制技术(簡述)

透明阴极性質見文献[3]第三章。我們认为計数管采用这种