

МОСКОВСКИЙ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Получение и измерение вакуума

выполнила студентка 653 группы ФФКЭ

Карпова Татьяна

Долгопрудный, 2017 г.

1 Цель работы

1. Измерение объёмов форвакуумной и высоковакуумной частей установки
2. Определение скорости откачки системы в стационарном режиме, а также по ухудшению и улучшению вакуума

2 В работе используются:

- вакуумная установка
- масляный, термопарный и ионизационный вакуумметры
- форвакуумный и диффузионный насосы

3 Экспериментальная установка

По степени разрежения вакуумные установки принято делить на три класса: 1) низковакуумные — до 10^{-2} – 10^{-3} торр; 2) высоковакуумные — 10^{-4} – 10^{-7} торр; 3) установки сверхвысокого вакуума — 10^{-8} – 10^{-11} торр. В данной работе изучаются традиционные методы откачки механическим форвакуумным насосом до давления 10^{-2} торр и диффузионным масляным насосом до давления 10^{-5} торр, а также методы измерения вакуума в этом диапазоне.

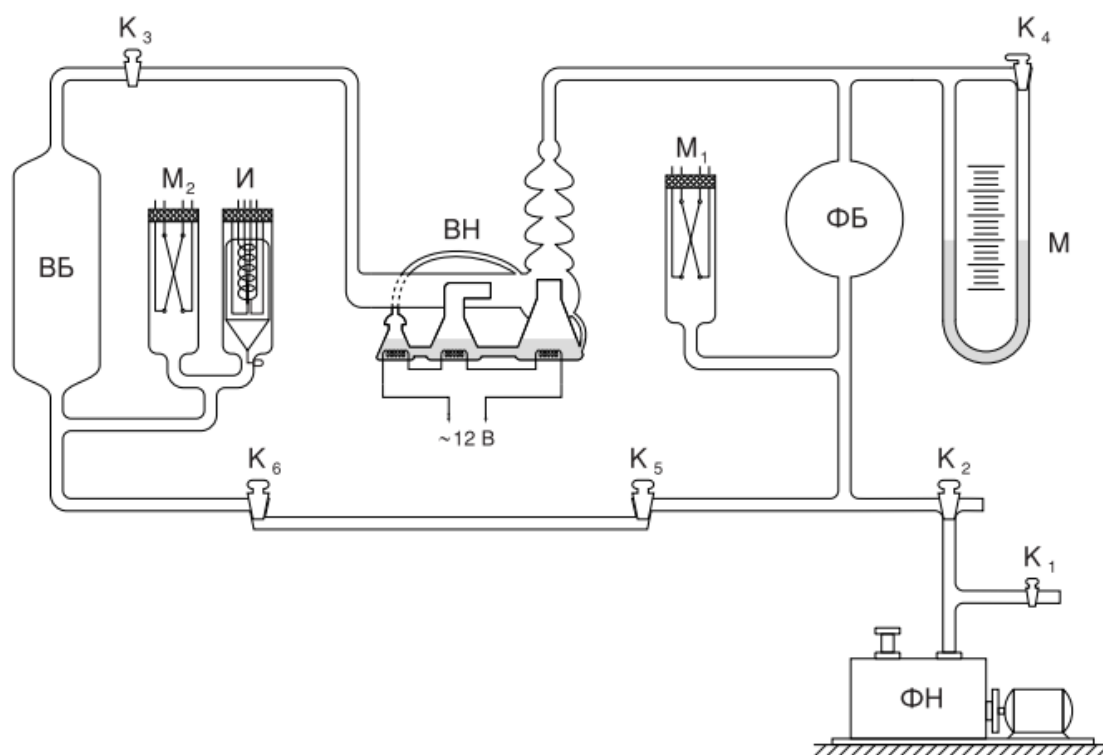


Рис. 1: Схема экспериментальной установки

Установка изготовлена из стекла и состоит из форвакуумного баллона (ФБ), высоковакуумного диффузионного насоса (ДН), высоковакуумного баллона (ВБ), масляного (М) и ионизационного (И) манометров, термопарных манометров (М1 и М2), форвакуумного насоса (ФН) и соединительных кранов К1, К2, ..., К6 (рис. 1). Кроме того, в состав установки входят: вариатор (автотрансформатор с регулируемым выходным напряжением), или реостат и амперметр для регулирования тока нагревателя диффузионного насоса.

4 Теоретические положения

4.1 Процесс откачки

Производительность насоса определяется скоростью откачки W (л/с): W — это объем газа, удаляемого из сосуда при данном давлении за единицу времени. Скорость откачки форвакуумного насоса равна емкости воздухозаборной камеры, умноженной на число оборотов в секунду.

Обозначим через Q_d количество газа, десорбирующегося с поверхности откачиваемого объема в единицу времени, через Q_i — количество газа, проникающего в единицу времени в этот объем извне — через течи. Будем считать, что насос обладает скоростью откачки W и в то же время сам является источником газа; пусть Q_n — поток газа, поступающего из насоса назад в откачиваемую систему. Будем измерять количество газа Q_d , Q_n и Q_i в единицах PV (легко видеть, что это произведение с точностью до множителя RT/μ равно массе газа). Основное уравнение, описывающее процесс откачки, имеет вид

$$VdP = (PW - Q_d - Q_n - Q_i)dt.$$

При достижении предельного вакуума

$$\frac{dP}{dt} = 0,$$

поэтому

$$P_{пр}W = Q_d + Q_n + Q_i.$$

Формула, выражающая скорость откачки через предельный вакуум:

$$W = \sum Q_i / P_{пр}.$$

Считая постоянными потоки газа и скорость откачки, интегрируем первое уравнение и получаем

$$P - P_{пр} = (P_0 - P_{пр}) \exp\left(-\frac{W}{V}t\right)$$

При начальном давлении P_0 значительно большем чем $P_{пр}$, имеем

$$P = P_0 \exp\left(-\frac{W}{V}t\right) + P_{пр}.$$

Скорость откачки системы зависит от характеристик насоса, перепада давлений, а также от пропускной способности трубопроводов. Практическое правило заключается в том, что диаметры соединительных трубок не очень существенны в форвакуумной части установки и крайне важны в высоковакуумной. Диаметр трубок в этой части должен быть не меньше, чем диаметр самого насоса.

4.2 Течение газа через трубу

Характер течения газа существенно зависит от соотношения между размерами системы и длиной свободного пробега молекул. При атмосферном давлении и даже при понижении давления до форвакуумного длина свободного пробега меньше диаметра трубок и течение откачиваемого газа определяется его вязкостью, т. е. взаимодействием его молекул. При переходе к высокому вакууму столкновения молекул между собой начинают играть меньшую роль, чем соударения со стенками.

Для количества газа, протекающего через трубу в условиях высокого вакуума, справедлива формула

$$\frac{d(PV)}{dt} = \frac{4}{3}r^3 \sqrt{\frac{2\pi RT}{\mu}} \frac{P_2 - P_1}{L}.$$

Применим эту формулу к случаю, когда труба соединяет установку с насосом.

Пренебрежём давлением P_1 у конца, обращённого к насосу. Будем измерять количество газа, покидающего установку при давлении $P = P_2$. Пропускная способность трубы $C = \left(\frac{dV}{dt}\right) = \frac{4}{3} \frac{r^3}{L} \sqrt{\frac{2\pi RT}{\mu}}$. Пропускная способность зависит от радиуса трубы в третьей степени и обратно пропорциональна ее длине.

При расчете вакуумных систем нужно принимать во внимание также пропускную способность отверстий, например, в кранах. Для них имеется формула

$$\nu = \frac{1}{4}Sn\bar{v},$$

где ν — число молекул, вылетающих из отверстия в вакуум в единицу времени, S — площадь отверстия, n — концентрация молекул перед отверстием, \bar{v} — средняя скорость молекул газа.

С другой стороны, $\nu = dN/dt$, $N = PV/kT$, $n = P/kT$, и аналогично формуле для количества газа, покидающего установку при давлении P , получается пропускная способность отверстия

$$C = \left(\frac{dV}{dt}\right) = S \frac{\bar{v}}{4}.$$

Для воздуха при комнатной температуре $\bar{v}/4 = 110$ м/с = 11 л/с·см²

5 Ход работы

5.1 Определение объёма форвакуумной и высоковакуумной частей установки

1. Проверим, что открыт кран К4. Откроем все краны, кроме К1 и К2. Через краны К1 и К2 впусим в установку атмосферный воздух. Закроем краны К5 и К6, при этом в кранах и соединяющем их капилляре «запирается» 60 ± 3 см³
2. Закроем краны К1 и К, включим форвакуумный насос и дадим ему откачать себя примерно 1-2 минуты. Краном К2 подключим установку к форвакуумному насосу и откачаем установку до давления порядка 10^{-2} торр. Давление измеряется вакуумметром ВТ-2, соединённым с лампой М1. После того как давление достигло необходимого порядка, отсоединим систему от насоса, закрыв кран К2.
3. Закроем кран К3, отсоединив высоковакуумную часть установки от форвакуумной. Подготовим к измерениям масляный манометр, закрыв кран К4. Откроем кран К5, при этом «запертый» в кранах и капилляре воздух распространится по всему объёму форвакуумной части и повысит в ней давление. Это давление измерим масляным манометром, значения высоты масляных столбов занесём в таблицу 1. Зная объём «запертого» воздуха определим объём форвакуумной части установки по формуле

$$V = \frac{P_0 V_0}{P},$$

где P_0 - атмосферное давление, V_0 - объём «запертого» воздуха, P - давление, измеренное масляным манометром.

4. Откроем кран К3, чтобы газ заполнил также высоковакуумную часть установки. По показаниям манометра определим объём всей установки и её высоковакуумной части, занесём результаты в таблицу 1. Откроем кран К4.
5. Измерения по пп 1-4 повторим ещё 2 раза.
6. Оценим погрешность измерений. Погрешность среднего значения давления, измеренного масляным барометром, оценим по формуле

$$\sigma H = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (H_i - \bar{H})^2}$$

Погрешность измерения барометром-анероидом $\sigma P_0 = 100$ Па, погрешность определения объёма «запертого» воздуха $\sigma V_0 = 3 \cdot 10^{-6}$ м³. Тогда погрешность определения объёма камер будет равна (с учётом того, что причём $\frac{\sigma P}{P} = \frac{\sigma H}{H}$)

$$\sigma V = V \sqrt{\left(\frac{\sigma P_0}{P_0}\right)^2 + \left(\frac{\sigma V_0}{V_0}\right)^2 + \left(\frac{\sigma H}{H}\right)^2},$$

7. Получили

Объём форвакуумной части $V_{\text{фв}} = 3,892 \pm 0,05$ л
 Объём высоковакуумной части $V_{\text{вв}} = 3,041 \pm 0,07$ л
 Объём всей установки $V_{\text{уст}} = 6,933 \pm 0,05$ л

Таблица 1: Расчёт объёмов форвакуумной и высоковакуумной частей установки, объёма всей установки, погрешность измерений

Измерение	№1	№2	№3
$H_{up\text{фв}}$, мм	223	223	223
$H_{down\text{фв}}$, мм	402	403	402
$\Delta H_{\text{фв}}$, мм	179	180	179
$H_{up\text{уст}}$, мм	259	259	260
$H_{down\text{уст}}$, мм	360	360	360
$\Delta H_{\text{уст}}$, мм	101	101	100
$P_{\text{фв}}$, Па	1554,22	1562,90	1554,22
$P_{\text{уст}}$, Па	876,96	876,96	868,28
$V_{\text{фв}}$, л	3,899	3,877	3,899
$V_{\text{вв}}$, л	6,910	6,910	6,979
$V_{\text{уст}}$, л	3,011	3,033	3,080

5.2 Получение высокого вакуума и измерение скорости откачки

1. Продолжим откачивать установку форвакуумным насосом. Включим термопарный вакуумметр ВИТ-2 и по градуировочной кривой проверим ЭДС. После того, как давление упадёт примерно до $2 \cdot 10^{-2}$ торр, закроем краны К5 и К6 и приступим к откачке высоковакуумной части насоса с помощью диффузионного насоса. По вакуумметру ВИТ-2 наблюдаем за процессом откачки высоковакуумного баллона, необходимо достигнуть давления порядка 10^{-4} торр, что соответствует ЭДС 10 мВ. Когда стрелка прибора достигнет этого значения, закроем кран К6.
2. Включим ионизационный вакуумметр. Измерим предельное давление: его значение $2,4 \cdot 10^{-4}$ торр.
3. Найдём скорость откачки по улучшению и ухудшению вакуума. Закроем кран К3, отключив тем самым откачку высоковакуумного баллона, и запишем ухудшение вакуума по изменению показаний ионизационного вакуумметра от времени (не более чем до $8 \cdot 10^{-4}$ торр). Затем откроем кран К3 и запишем улучшение вакуума по изменению показаний микроамперметра во времени. Результаты занесём в таблицу 2.

Таблица 2: Изменение давления в высоковакуумном баллоне при улучшении и ухудшении вакуума в зависимости от времени

Улучшение вакуума				Ухудшение вакуума			
№1		№2		№1		№2	
t, c	P, 10^{-4}	t, c	P, 10^{-4}	t, c	P, 10^{-4}	t, c	P, 10^{-4}
0	8	0	8	0	2,4	0	2,4
4	7	2	7	10	3	10	3
8	6	5	6	31	4	31	4
12	5	10	5	58	5	55	5
20	4	20	4	84	6	88	6
38	3	38	3	113	7	106	7
59	2,6	61	2,6	145	8	141	8
83	2,4	93	2,4				

4. Чтобы определить скорость откачки W системы, воспользуемся формулой

$$P - P_{\text{пр}} = (P_0 - P_{\text{пр}}) \exp\left(-\frac{W}{V}t\right).$$

Получим формулу для исследования значений по улучшению вакуума:

$$\ln(P - P_{\text{пр}}) = -\frac{W}{V}t + \ln(P_0 - P_{\text{пр}}).$$

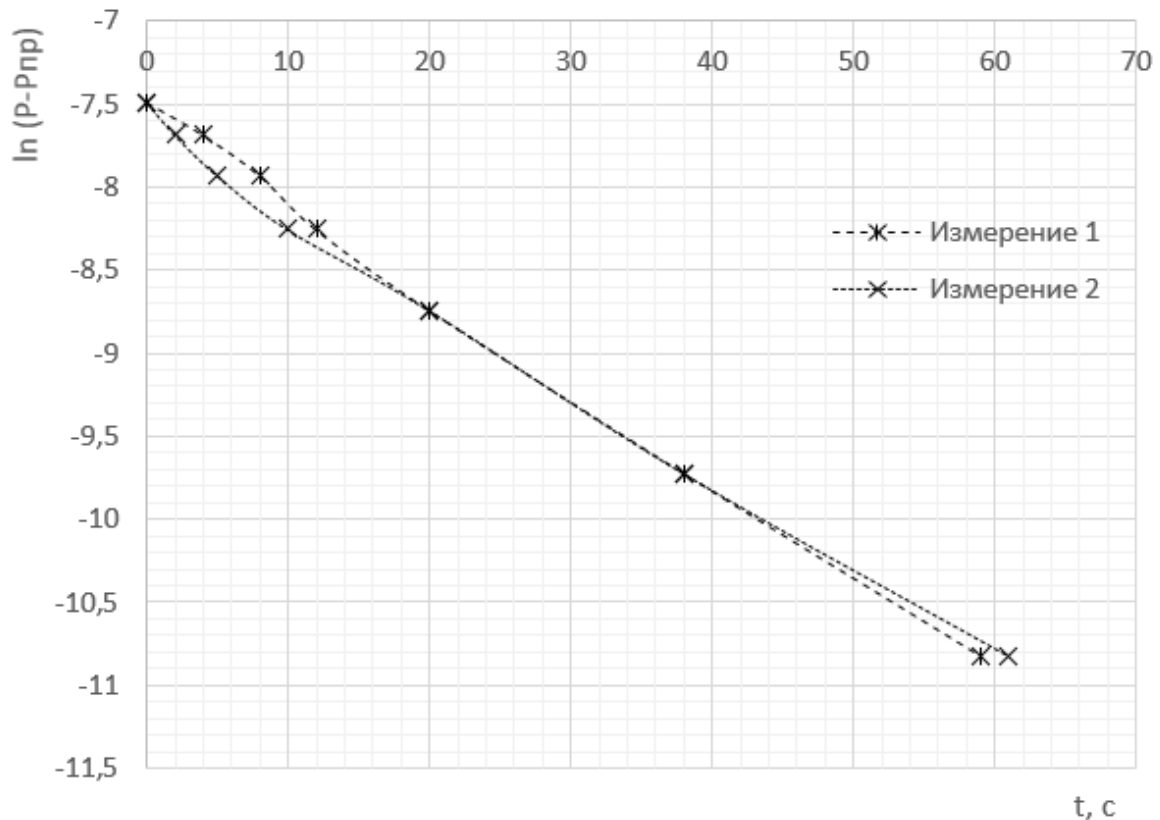


Рис. 2: Зависимость давления от времени, улучшение вакуума

В этих координатах построим график зависимости давления в высоковакуумной части при улучшении вакуума от времени (сделано 2 измерения).

Коэффициент угла наклона равен $-0,0552 = -\frac{W}{V}$. Тогда, зная объём высоковакуумного баллона (часть 5.1), получаем скорость откачки системы $W = 0,1679$ л/с. Оценим по методу наименьших квадратов погрешность определения углового коэффициента:

$$\sigma_k = \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{\langle y^2 \rangle - \langle y \rangle^2}{\langle x^2 \rangle - \langle x \rangle^2} - k^2} = 0,024,$$

и погрешность определённого значения скорости откачки диффузионного насоса будет равна

$$\sigma W = W \sqrt{\left(\frac{\sigma_k}{k}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_V}{V}\right)^2} = 0,005$$

Полученная скорость откачки диффузионного насоса:

$$W = 16,79 \pm 0,5 * 10^{-2} \text{ л/с}$$

5. Оценим величину потока Q_n . Воспользуемся уравнением

$$V_{BB} dP = (Q_d + Q_i) dt,$$

получаем зависимость (k - коэффициент наклона прямой графика в координатах $P(t)$)

$$Q_d + Q_i = k V_{BB}$$

Зная также, что $P_{пр} W = Q_d + Q_i + Q_n$, получим

$$Q_n = P_{пр} W - k V_{BB} = 28,497 * 10^{-6} \text{ л/с}$$

По графику определим $k = 3,88 * 10^{-6}$, погрешность определения углового коэффициента по формуле из 5.2.4 $\sigma_k = 8,13 * 10^{-9}$, величину W и её погрешность возьмём из 5.2.4, $P_{пред} = 2,4 * 10^{-4}$ торр. Погрешность измерения Q_n определим по формуле

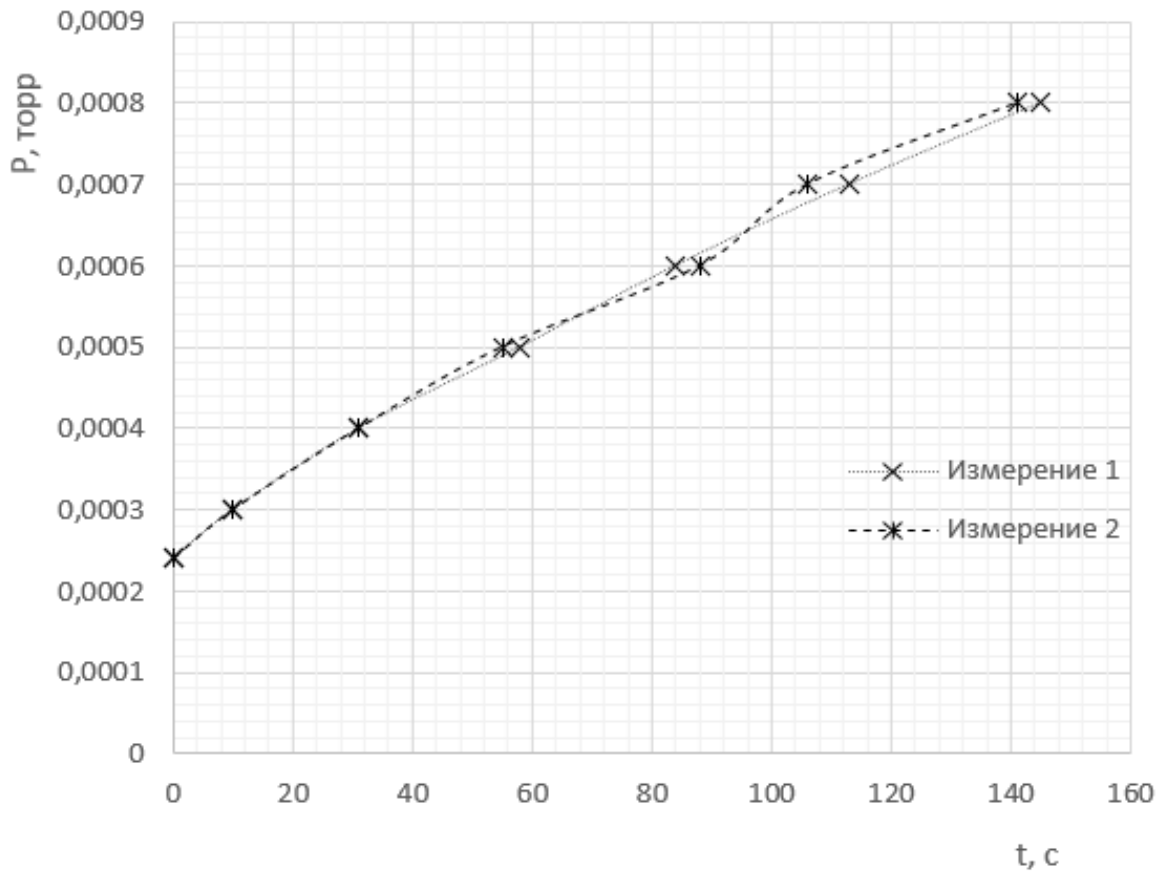


Рис. 3: Зависимость давления от времени, ухудшение вакуума

$$\sigma Q = \sqrt{PW((\frac{\sigma P}{P})^2 + (\frac{\sigma W}{W})^2) + kV((\frac{\sigma k}{k})^2 + (\frac{\sigma V}{V})^2)} = 2,082 * 10^{-6} \text{ л/с}$$

6. Откроем кран К6 и введём в прибор искусственную течь. Вакуум в установке ухудшится, измерим установившееся давление $P_{уст} = P_1 = 8,8 * 10^{-2}$ торр и давление со стороны форвакуумной части капилляра $P_2 = 4,3 * 10^{-2}$ торр. Рассчитаем производительность насоса по различию $P_{уст}$ и $P_{пр}$. L капилляра 60 мм, r капилляра 0,45 мм.

$$P_{уст} W = Q_1 + \frac{d(PV)_k}{dt}, P_{пр} W = Q_1$$

$$\frac{d(PV)_k}{dt} = \frac{4}{3} r^3 \sqrt{\frac{2\pi RT}{\mu}} \frac{P_2 - P_1}{L}$$

$$W = \frac{4}{3} \frac{r^3}{L} \sqrt{\frac{2\pi RT}{\mu}} \frac{P_2 - P_1}{P_y - P_{lim}} = 9,73 * 10^{-2} \text{ л/с}$$

Погрешность определения скорости откачки этим способом оценим по формуле

$$\sigma W = W \sqrt{9(\frac{\sigma r}{r})^2 + (\frac{\sigma L}{L})^2 + \frac{1}{2}(\frac{\sigma T}{T})^2 + (\frac{\sigma P_2^2 + \sigma P_1^2}{(P_2 - P_1)^2}) + (\frac{\sigma P_y^2 + \sigma P_{lim}^2}{(P_y - P_{lim})^2})} = 0,82 * 10^{-2} \text{ л/с}$$

Наибольший вклад в погрешность вносит погрешность определения радиуса капилляра, так как она входит в рабочую формулу в третьей степени.

Сравним полученное нами значение скорости откачки со значением из п. 5.2.4

$$W_1 = 16,79 \pm 0,5 * 10^{-2} \text{ л/с}$$

$$W_2 = 9,73 \pm 0,82 * 10^{-2} \text{ л/с}$$

Величины совпали по порядку значения, но значение скорости откачки, полученное вторым способом, оказалось меньше, чем определённое по ухудшению вакуума. Скорее всего, значение, определённое первым способом, точнее (см. вывод)

6 Вывод

В ходе работы было проведено ознакомление с вакуумной установкой, некоторыми приборами вакуумной техники, изучены их характеристики.

1. Были определены объёмы форвакуумной и высоковакуумной частей установки.

$$\text{Объём форвакуумной части } V_{\text{фв}} = 3,892 \pm 0,05 \text{ л}$$

$$\text{Объём высоковакуумной части } V_{\text{вв}} = 3,041 \pm 0,07 \text{ л}$$

$$\text{Объём всей установки } V_{\text{уст}} = 6,933 \pm 0,05 \text{ л}$$

Эти значения соответствуют реальным (определённым глядя на исследуемые объёмы)

2. Был исследован принцип действия высоковакуумного диффузионного насоса, экспериментально определён поток воздуха, вытекающий через насос назад в высоковакуумную часть установки при откачке:

$$Q_{\text{н}} = 28,497 \pm 2,082 * 10^{-6} \text{ л/с}$$

Эта величина оказалась сравнительно мала (на 4 порядка меньше) по сравнению с определённой экспериментально двумя способами скоростью откачки самого насоса

3. Двумя способами была определена скорость откачки диффузионного насоса: по улучшению вакуума и по разности давлений при впуске в высоковакуумную часть искусственной течи и предельного давления в высоковакуумной части установки. Полученные результаты:

$$W_1 = 16,79 \pm 0,5 * 10^{-2} \text{ л/с}$$

$$W_2 = 9,73 \pm 0,82 * 10^{-2} \text{ л/с}$$

Возможные причины несовпадения результатов. Основная предполагаемая причина несовпадения результатов заключается в принципе работы высоковакуумных насосов. При уменьшении давления в высоковакуумной части их производительность начинает падать. Эта зависимость была исследована нами в факультетском курсе вакуумной электроники при исследовании турбомолекулярного насоса. Так как с течением времени давление в высоковакуумной части уменьшилось как минимум на порядок (с 10^{-3} до 10^{-4} торр), а эксперимент проводился около 30 минут, такое понижение производительности вполне объяснимо. Также могли сыграть роль следующие факторы

- в формуле для определения скорости откачки вторым способом фигурирует температура. Была взята комнатная температура, но температура воздуха в установке по факту выше: его нагревают элементы, нагревающие масло в диффузионном насосе. Эта температура достаточно велика, поэтому конечное значение скорости откачки с её учётом должно увеличиться
- возможные неточности при измерении длины капилляра и его радиуса
- могла сбиться калибровка шкалы вакуумметров на форвакууме и высоком вакууме: в процессе работы несколько раз приходилось корректировать калибровку, в конце работы этих действий произведено не было.

Тем не менее, в ходе работы была подтверждена высокая эффективность диффузионного насоса: значение скорости откачки на 4 порядка выше, чем величина потока, возвращаемого в высоковакуумную часть установки.