

Лабораторная работа №2.3.1
Получение и измерение вакуума

Гёлецян А.Г.

22 июля 2022 г.

Цель работы: 1) измерения объёмов форвакуумной и высоковакуумной частей установки; 2) определение скорости откачки системы в стационарном режиме, а также по ухудшению и по улучшению вакуума.

В работе используются: вакуумная установка с манометрами: масляным, термopарным и ионизационным.

1 Экспериментальная установка

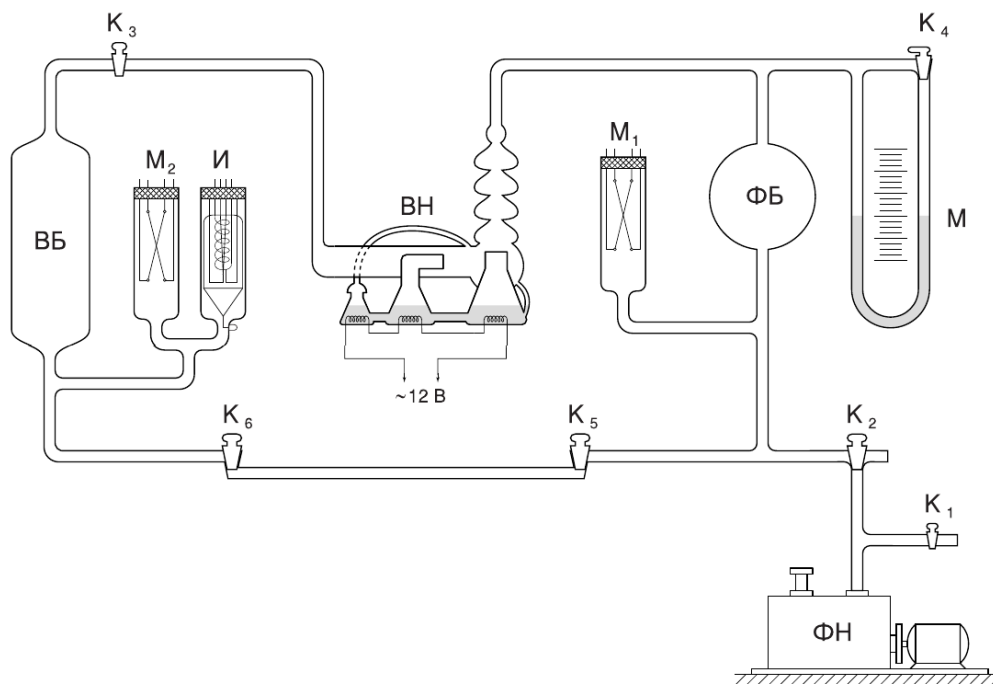


Рис. 1: Схема экспериментальной установки.

Установка изготовлена из стекла и состоит из форвакуумного баллона (ФБ), высоковакуумного диффузионного насоса (ВН), высоковакуумного баллона (ВБ), масляного (М) и ионизационного (И) манометров, термopарных манометров (M_1 и M_2), форвакуумного насоса (ФН) и соединительных кранов (Рис. 1). Кроме того, в состав установки входят: вариатор (автотрансформатор с регулируемым выходным напряжением), или реостат и амперметр для регулирования тока нагревателя диффузионного насоса.

Маслянный манометр: Представляет собой U-образную трубку, до половины наполненную вязким маслом, обладающим весьма низким давлением насыщенных паров. Так как плотность масла мала, $\rho = 0,885 \text{ г/см}^3$, то при помощи манометра можно измерить только небольшие разности давлений (до нескольких торр). Во время откачки и заполнения установки атмосферным воздухом кран K_4 соединяющий оба колена манометра, должен быть открыт во избежание выброса масла и загрязнения установки. Кран K_4 закрывается только при измерении давления U-образным манометром.

Термопарный манометр: Чувствительным элементом манометра является термопара, заключенная в стеклянный баллон. Устройство термопары пояснено на (Рис. 2). По нити накала НН пропускается ток постоянной величины. Термопара ТТ присоединяется к милливольтметру, показания которого определяются температурой нити накала и зависят от отдачи тепла окружающее пространство. Потери тепла определяются теплопроводностью нити и термопары, теплопроводностью газа, переносом тепла конвективными потоками газа внутри лампы и теплоизлучением нити (инфракрасное тепловое излучение). В обычном режиме лампы основную роль играет теплопроводность газа. При давлениях >1 торр теплопроводность газа, а вместе с ней и ЭДС термопары практически не зависят от давления газа, и прибор не работает. При улучшении вакуума средний свободный пробег молекул становится сравнимым с диаметром нити, теплоотвод падает и температура спая возрастает. При вакууме 10^{-3} торр теплоотвод, осуществляемый газом, становится сравнимым с другими видами потерь тепла и температура нити становится практически постоянной. Градуировочная кривая термопарного манометра приведена на (Рис. 3).

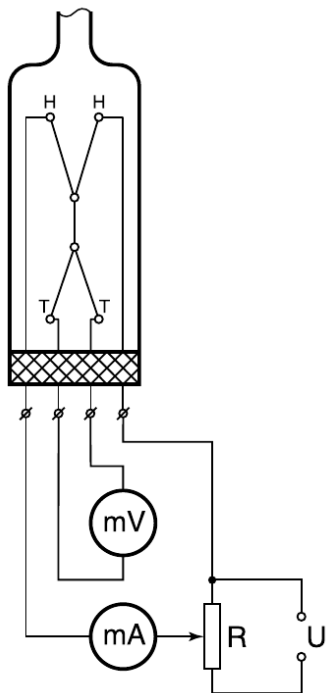


Рис. 2: Схема термопарного манометра.

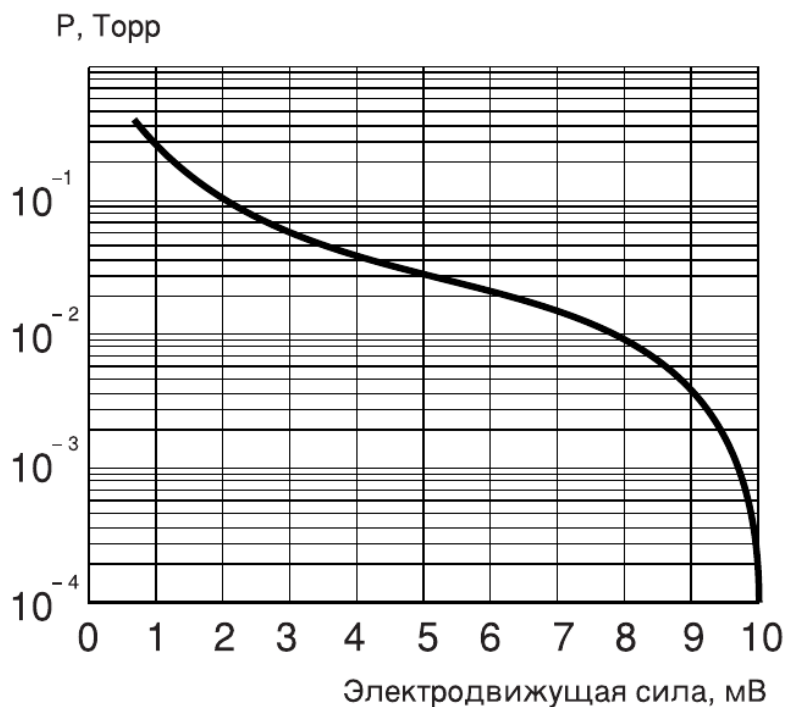


Рис. 3: Градуировочная кривая термопарного манометра.

Ионизационный манометр: Схема ионизационного манометра изображена на (Рис. 4). Он представляет собой трехэлектродную лампу. Электроны испускаются накалившимся катодом и увлекаются электрическим полем к аноду, имеющему вид спирали. Проскакивая за ее витки, электроны замедляются полем коллектора и возвращаются к катоду, а от него вновь увлекаются к аноду. Прежде чем осесть на аноде, они успевают много раз пересечь пространство между катодом и коллектором. На своем пути электроны ионизуют молекулы газа. Ионы, образовавшиеся между анодом и коллектором, притягиваются полем коллектора и определяют его ток. Ионный ток в цепи коллектора пропорционален плотности газа и поэтому может служить мерой давления. Вероятность ионизации зависит от рода газа, заполняющего лампу (а значит, и откачиваемый объем). Калибровка манометра верна, если остаточным газом является воздух. Накалившийся катод ионизационного манометра перегорает, если давление в системе превышает 10^{-3} торр. Поэтому включать ионизационный манометр можно, только убедившись по термопарному манометру, что давление в системе не превышает 10^{-3} торр. При измерении нить ионизационного манометра сильно греется. При этом она сама, окружающие ее электроды и стенки стеклянного баллона могут десорбировать поглощенные ранее газы. Выделяющиеся газы изменяют давление в лампе и приводят к неверным показаниям. Поэтому перед измерениями ионизационный манометр прогревается (обезгаживается) в течение 10–15 мин. Для прогрева пропускается ток через спиральный анод лампы.

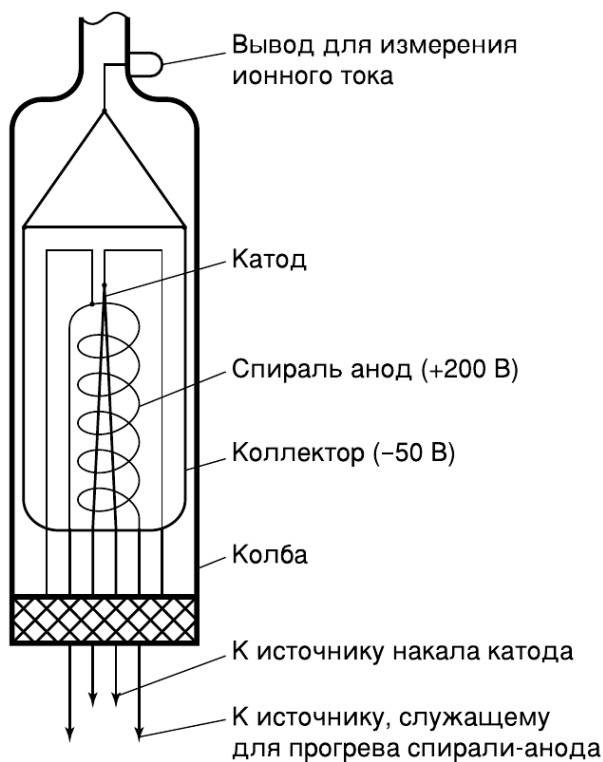


Рис. 4: Схема ионизационного манометра.

Диффузионный насос: Откачивающее действие диффузионного насоса основано на диффузии (внесении) молекул разреженного воздуха в струю паров масла. Попадая в струю молекулы газа увлекаются ею и уже не возвращаются назад. Устройство одной ступени масляного диффузионного насоса схематически показано на (Рис. 5) (в лабораторной установке используется несколько откачивающих ступеней). Масло, налитое в сосуд А, подогревается электрической печкой. Пары масла поднимаются по трубе Б и вырываются из сопла В. Струя паров увлекает молекулы газа, которые поступают из откачиваемого сосуда через трубку ВВ. Далее смесь попадает в вертикальную трубу Г. Здесь масло осаждается на стенках трубы и маслосборников и стекает вниз, а оставшийся газ через трубу ФВ откачивается форвакуумным насосом. Диффузионный насос работает наиболее эффективно при давлении, когда длина свободного пробега молекул воздуха примерно равна ширине кольцевого зазора между соплом В и стенками трубы ВВ. В этом случае пары масла увлекают молекулы воздуха из всего сечения зазора. Давление насыщенных паров масла при рабочей температуре, создаваемой обогревателем сосуда А, много больше $5 \cdot 10^{-2}$ торр. Именно поэтому пары масла создают плотную струю, которая и увлекает собой молекулы газа. Если диффузионный насос включить при давлении, сравнимом с давлением насыщенного пара масла, то последнее никакой струи не создаст и масло будет просто окисляться и угорать.

Диффузионный насос, используемый в нашей установке, имеет две ступени и соответственно два сопла (Рис. 6). Одно сопло вертикальное (первая ступень), второе сопло горизонтальное (вторая ступень). За второй ступенью имеется еще одна печь, но пар из этой печи поступает не в сопло, а по тонкой трубке подводится ближе к печке первой ступени. Эта печь осуществляет фракционирование масла. Легколетучие фракции масла, испаряясь, поступают в первую ступень, обогащая ее легколетучей фракцией масла. По этой причине плотность струи первой ступени выше и эта ступень начинает откачивать при более высоком давлении в форвакуумной части установки. Вторая ступень обогащается малолетучими фракциями. Плотность струи второй ступени меньше, но меньше и давление насыщенных паров масла в этой ступени. Соответственно в откачиваемый объем поступает меньше паров масла и его удастся откачать до более высокого вакуума, чем если бы мы работали только с одной ступенью.

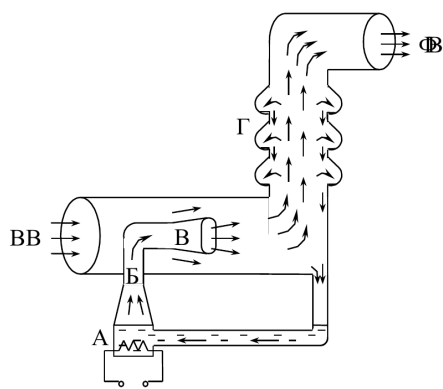


Рис. 5: Схема одной ступени диффузионного насоса.



Рис. 6: Диффузионный насос используемый в нашей работе.

2 Теоретическая часть

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_{in} — 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. $Q = Q_d + Q_{in} + Q_n$ измеряем в единицах (моль/с). Получаем формулу

$$-\frac{V dP}{RT} = \left(\frac{PW}{RT} - Q \right) dt$$

При предельном давлении $dP = 0$ и поэтому получаем

$$Q = \frac{P_{np}W}{RT}$$

Подставляя получаем

$$-VdP = W(P - P_{\text{пр}})dt$$

Интегрируем полученное ур-е и получаем

$$P - P_{\text{пр}} = (P_0 - P_{\text{пр}}) \exp\left(-\frac{W}{V}t\right) \quad (1)$$

Пренебрегая $P_{\text{пр}}$ относительно P_0

$$P = P_0 \exp\left(-\frac{W}{V}t\right) \quad (2)$$

Как видим, величина $\tau = V/W$ показывает характерное время откачки системы.

Теперь попробуем понять чем обусловлена скорость откачки. Очевидно, скорость W зависит от скорости откачки насоса $W_{\text{н}}$, но она так же зависит от трубопровода соединяющего насос к откачиваемой части, т.к. если трубопровод не сможет обеспечить достаточное количество газа к входу насоса то, производительность упадет.

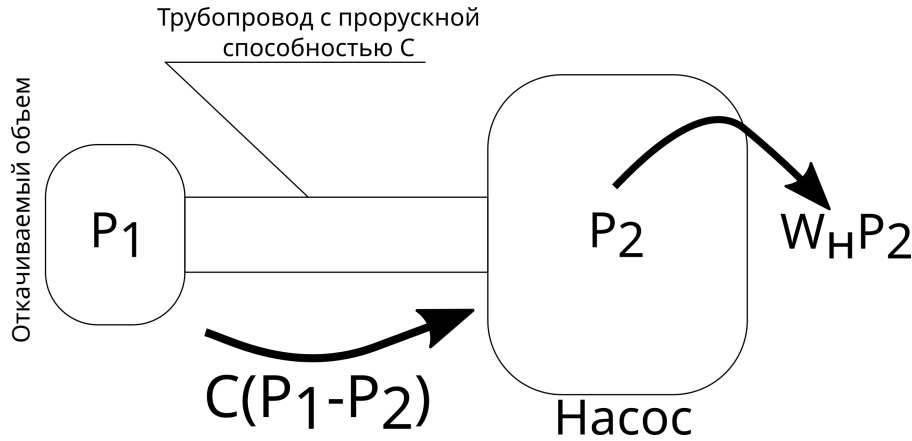


Рис. 7: Схема насоса с трубопроводом.

Попробуем описать систему математически. Пусть у нас есть насос со скоростью откачки $W_{\text{н}}$ и трубопровод с пропускной способностью C . Давление в откачиваемом объеме — P_1 . Исследовав схему 7 получаем

$$C(P_1 - P_2) = W_{\text{н}}P_2 \Rightarrow P_2 = \frac{CP_1}{C + W_{\text{н}}} \Rightarrow WP_1 = W_{\text{н}}P_2 = \frac{CW_{\text{н}}}{C + W_{\text{н}}}P_1$$

Как видим, для результирующей скорости W верно соотношение

$$\frac{1}{W} = \frac{1}{W_{\text{н}}} + \frac{1}{C}$$

Обобщая это выражение для последовательно соединенных труб получаем

$$\frac{1}{W} = \frac{1}{W_{\text{н}}} + \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \dots \quad (3)$$

Заметим только что данные формулировки верны при молекулярном режиме течения, когда вязкое трение не имеет большого вклада в движение газа.

Течение газа через трубу: Для количества газа, протекающего через трубу в условиях высокого вакуума или, как говорят, в кнудсеновском режиме, справедлива формула

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

где r и L соответственно радиус и длина трубы. Если пренебречь давлением P_1 у конца, обращенного к насосу, получаем формулу для пропускной способности трубы

$$C_{\text{тр}} = \frac{dV}{dt} = \frac{4}{3} \frac{r^3}{L} \sqrt{\frac{2\pi RT}{\mu}} \quad (5)$$

Для пропускной способности отверстия (например в кранах) имеем формулу

$$C_{\text{отв}} = S \frac{\bar{v}}{4} \quad (6)$$

3 Ход работы

3.1 Измерение объема высоковакуумной части

Открываем все краны и запускаем в систему воздух из атмосферы ($P_{\text{атм}} = 99.7 \cdot 10^3 \text{Па} = 748 \text{торр}$). Закрываем краны K_5 и K_6 , тем самым заперев в кранах и в капилляре воздух объемом $V_{\text{зап}} = (50 \pm 1) \text{см}^3$. Откачиваем воздух из системы при помощи форвакуумного насоса. После откачки до давления $\sim 10^{-2} \text{торр}$ забираем кран 2 и изолируем систему от атмосферы. Закрывая кран у масляного манометра приводим его в рабочее состояние. Отсоединяем высоковакуумную часть закрытием крана 3 и впускаем запертый в кране 5 воздух в форвакуумную часть установки. При этом, давление в форвакуумной части возрастает, о чем свидетельствует масляный манометр. Измеряем давление при помощи последнего и следующим шагом открываем кран 3, соединяя высоковакуумную часть с остальной. При этом давление падает. По этим данным считаем объем высоковакуумной части пользуясь законом Бойля-Мариотта. Заметим, что здесь мы пренебрегли начальным давлением (порядка $\sim 10^{-2} \text{торр}$) т.к. оно в ~ 1000 раз меньше других давлений.

$$P_{\text{атм}} V_{\text{зап}} = P_1 V_{\text{фв}} = P_2 (V_{\text{фв}} + V_{\text{вв}})$$

Измеренные давления

$$\Delta h_1 = (28.8 \pm 0.2) \text{см} \Rightarrow P_1 = (18.8 \pm 0.1) \text{торр}$$

$$\Delta h_1 = (18.3 \pm 0.2) \text{см} \Rightarrow P_1 = (11.9 \pm 0.1) \text{торр}$$

Подставляя получаем

$$V_{\text{фв}} = (1990 \pm 40) \text{см}^3 \quad (7)$$

$$V_{\text{вв}} = (1150 \pm 60) \text{см}^3 \quad (8)$$

3.2 Получение высокого вакуума и измерение скорости откачки

Открываем все краны и проводим первоначальную выкачку воздуха форвакуумным насосом. После приближения к предельному давлению ($\sim 10^{-2} \text{торр}$), закрываем кран 6 и включаем диффузионный насос. Ждем пока масло закипит и начнется дальнейшая выкачка уже диффузионным насосом. По достижению давления порядка $\sim 10^{-3} \text{торр}$ включаем ионизационный манометр, которым и будем измерять давление в дальнейшем.

Чтобы измерить скорость откачки W замерим как изменяется давление в высоковакуумной части от времени. Согласно теории давление должно падать по правилу, где у нас $P_{\text{пр}} = 1.2 \cdot 10^{-4} \text{торр}$

$$P - P_{\text{пр}} = (P_0 - P_{\text{пр}}) \exp \left(-\frac{W}{V_{\text{вв}}} t \right) \quad (9)$$

Логарифмируя, получаем

$$\ln(P - P_{\text{пр}}) = -\frac{W}{V_{\text{вв}}} t + c \quad (10)$$

Аппроксимируя наши данные согласно формуле (10) получим значение для W . Измерение проведем 2 раза. Результаты изображены на графиках 8 (данные предоставлены в таблице 1). Учитывая что погрешности логарифмов растут со временем, и зависимость теряет характерный линейный вид, линейная аппроксимация была сделана только для оранжевых точек. Пользуясь объемом высоковакуумной части из формулы (7) и данными аппроксимации получаем следующие значения для скорости откачки

$$W_1 = (237 \pm 14) \frac{\text{см}^3}{\text{с}}; W_2 = (241 \pm 14) \frac{\text{см}^3}{\text{с}} \quad (11)$$

Как видим, значения лежат в пределах погрешности, чего и следовало ожидать.

Теперь определим величину потока $Q_{\text{н}}$. Для общего потока имеем формулу

$$P_{\text{пр}} W = (Q' + Q_{\text{н}}) RT \quad (12)$$

где $Q' = Q_{\text{н}} + Q_{\text{д}}$. Теперь, если по достижению предельного давления закрыть кран 3, то насос будет отсоединен от высоковакуумной части, и уравнение описывающее давление от времени примет вид

$$V_{\text{вв}} dP = Q RT dt$$

интегрируя которую получим

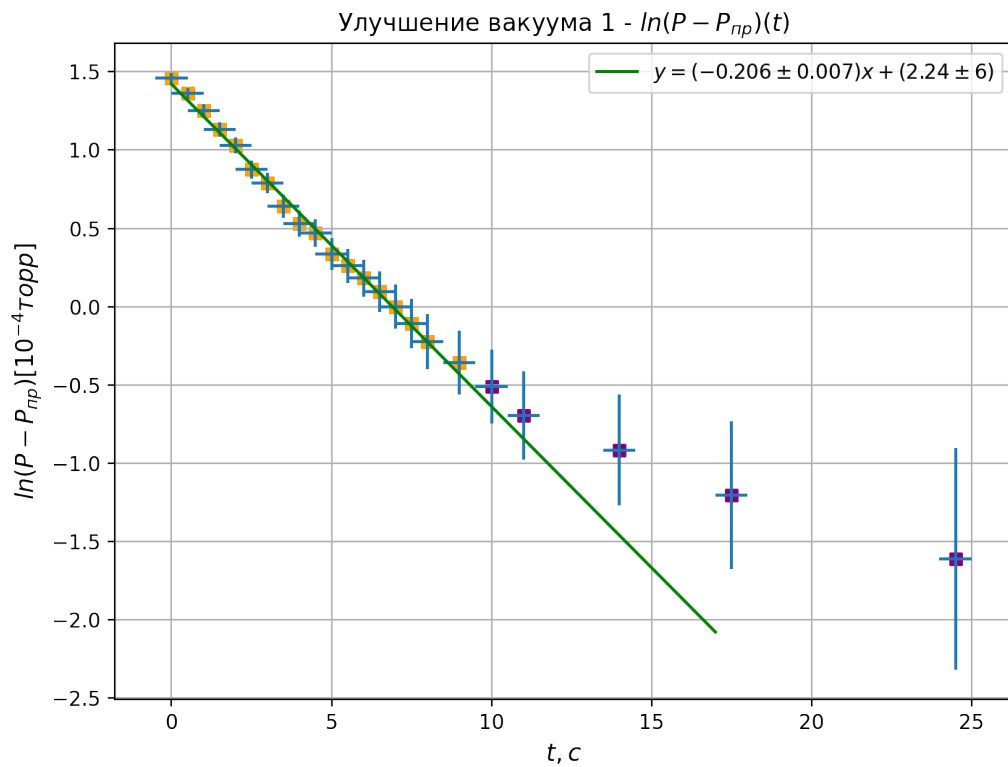
$$P = \frac{QRT}{V_{\text{вв}}}t + c \quad (13)$$

Измерив зависимость давления от времени и аппроксимируя данные прямой можно получить Q . Графики приведены на рисунке 9. Отсюда получаем

$$Q_1RT = (97 \pm 6) \cdot 10^{-4} \text{торр} \cdot \text{см}^3 \text{с}^{-1}; Q_2RT = (94 \pm 5) \cdot 10^{-4} \text{торр} \cdot \text{см}^3 \text{с}^{-1} \quad (14)$$

Опять же, значения совпадают в пределах погрешности, как и ожидалось. Теперь, используя значения W_1, W_2, Q_1, Q_2 по формуле (12) считаем значение $Q_{\text{н}}$

$$Q_{\text{н}} = \frac{(1.9 \pm 0.3) \cdot 10^{-2} \text{торр} \frac{\text{см}^3}{\text{с}}}{RT} = (1.03 \pm 0.16) \cdot 10^{-9} \frac{\text{моль}}{\text{с}} \quad (15)$$



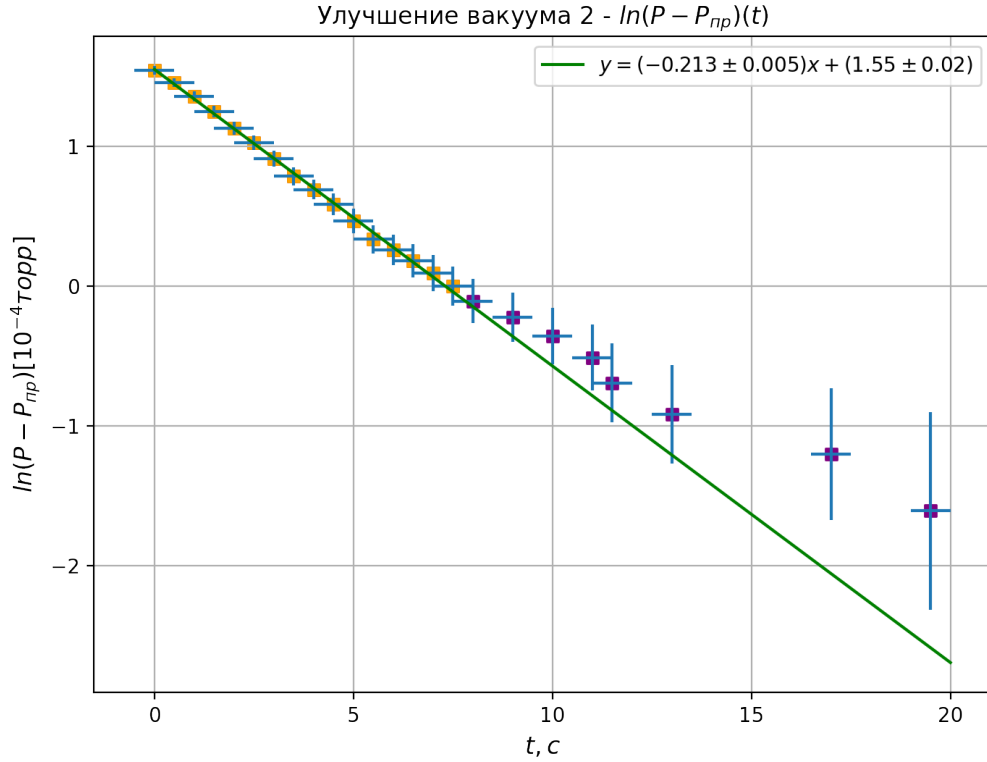


Рис. 8: Линеаризованные графики улучшения вакуума.

3.3 Измерение скорости откачки путем создания искусственной течи

Открывая краны 5 и 6 мы создаем искусственную течь через капилляр. Измеряя изменение давления при создании течи можно посчитать производительность насоса. Опишем данную мысль математически. Обозначим $P_{\text{вв}}$ – давление в высоковакуумной части, а $P_{\text{фв}}$ – давление в форвакуумной части. До открытия капилляра

$$\frac{P_{\text{пр}} W}{RT} = Q \quad (16)$$

а после открытия

$$\frac{P_{\text{уст}} W}{RT} = Q + Q_{\text{кап}} \quad (17)$$

где $P_{\text{уст}}$ – установившееся давление после открытия капилляра, а $C_{\text{кап}}$ – пропускная способность капилляра, которую считаем по формуле (4). В нашей установке

$$P_{\text{пр}} = (1.2 \pm 0.1) \cdot 10^{-4} \text{ торр}$$

$$P_{\text{уст}} = (1.7 \pm 0.1) \cdot 10^{-4} \text{ торр}$$

$$P_{\text{фв}} = (2.3 \pm 0.1) \cdot 10^{-2} \text{ торр}$$

$$r = 0.4 \text{ мм}$$

$$L = 10 \text{ см}$$

$$T = 295 \text{ К}$$

Подставляя числа получаем

$$Q_{\text{кап}} = \frac{4}{3} r^3 \sqrt{\frac{2\pi RT}{\mu}} \frac{P_{\text{фв}} - P_{\text{уст}}}{LRT} = (7.7 \pm 0.3) \cdot 10^{-11} \frac{\text{моль}}{\text{с}} \quad (18)$$

А для W получаем

$$W = \frac{4}{3} \frac{r}{L} \sqrt{\frac{2\pi RT}{\mu}} r^2 \frac{P_{\text{фв}} - P_{\text{уст}}}{P_{\text{уст}} - P_{\text{пр}}} = (286 \pm 80) \frac{\text{см}^3}{\text{с}} \quad (19)$$

4 Выводы

В ходе работы было измерено скорость откачки диффузионного насоса двумя способами

$$W_{\text{ухудшение вакуума}} = (239 \pm 14) \frac{\text{см}^3}{\text{с}}; W_{\text{искусственная течь}} = (286 \pm 80) \frac{\text{см}^3}{\text{с}} \quad (20)$$

Значения совпадают в пределах погрешности. Погрешность значения измеренной методом создания искусственной течи большая в связи с наличием разности двух близких величин в формуле подсчета $(P_{\text{уст}} - P_{\text{пр}})$.

Во время работы так же было проверено справедливость отношения

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

при откачке воздуха и отношения

$$P = \frac{QRT}{V_{\text{вв}}}t + c$$

описывающее рост давления при отключении насоса от системы.

Улучшение 1		Улучшение 2		Ухудшение 1		Ухудшение 2	
$t, \text{с}$	$P, 10^{-4} \text{торр}$	$t, \text{с}$	$P, 10^{-4} \text{торр}$	$t, \text{с}$	$P, 10^{-4} \text{торр}$	$t, \text{с}$	$P, 10^{-4} \text{торр}$
0.0	7.4	0.0	7.2	0.0	1.7	0.0	1.6
0.5	7.3	0.5	7.0	1.5	1.8	1.0	1.7
1.0	7.2	1.0	6.7	2.5	1.9	2.0	1.8
1.5	7.0	1.5	6.3	3.5	2.0	3.0	1.9
2.0	6.8	2.0	5.9	4.5	2.1	4.5	2.0
2.5	6.6	2.5	5.5	5.5	2.2	5.5	2.1
3.0	6.2	3.0	5.1	6.5	2.3	6.5	2.2
3.5	5.9	3.5	4.7	7.5	2.4	7.5	2.3
4.0	5.5	4.0	4.3	8.5	2.5	8.5	2.4
4.5	5.1	4.5	4.0	9.5	2.6	9.5	2.5
5.0	4.7	5.0	3.7	10.5	2.7	11.0	2.6
5.5	4.3	5.5	3.4	12.0	2.8	12.0	2.7
6.0	4.0	6.0	3.2	13.0	2.9	13.0	2.8
6.5	3.6	6.5	3.0	14.0	3.0	14.0	2.9
7.0	3.4	7.0	2.8	15.0	3.1	15.5	3.0
7.5	3.1	7.5	2.6	16.0	3.2	16.5	3.1
8.0	2.9	8.0	2.5	17.0	3.3	18.0	3.2
8.5	2.8	8.5	2.4	18.5	3.4	19.0	3.3
9.0	2.6	9.0	2.3	19.5	3.5	20.0	3.4
9.5	2.5	9.5	2.2	20.5	3.6	21.5	3.5
10.0	2.4	10.0	2.1	21.5	3.7	22.5	3.6
10.5	2.3	11.0	2.0	23.0	3.8	24.0	3.7
11.0	2.2	12.0	1.9	24.0	3.9	25.0	3.8
11.5	2.1	13.0	1.8	25.5	4.0	26.5	3.9
12.0	2.0	13.5	1.7	26.5	4.1	27.5	4.0
13.0	1.9	19.0	1.5	28.5	4.3	30.0	4.2
14.0	1.8	35.5	1.3	31.0	4.5	33.0	4.4
15.0	1.7			34.0	4.7	35.5	4.6
18.0	1.6			43.0	5.3	43.5	5.2
21.5	1.5			53.5	6.0	53.0	5.9
28.5	1.4						

Таблица 1: Данные для построения графиков

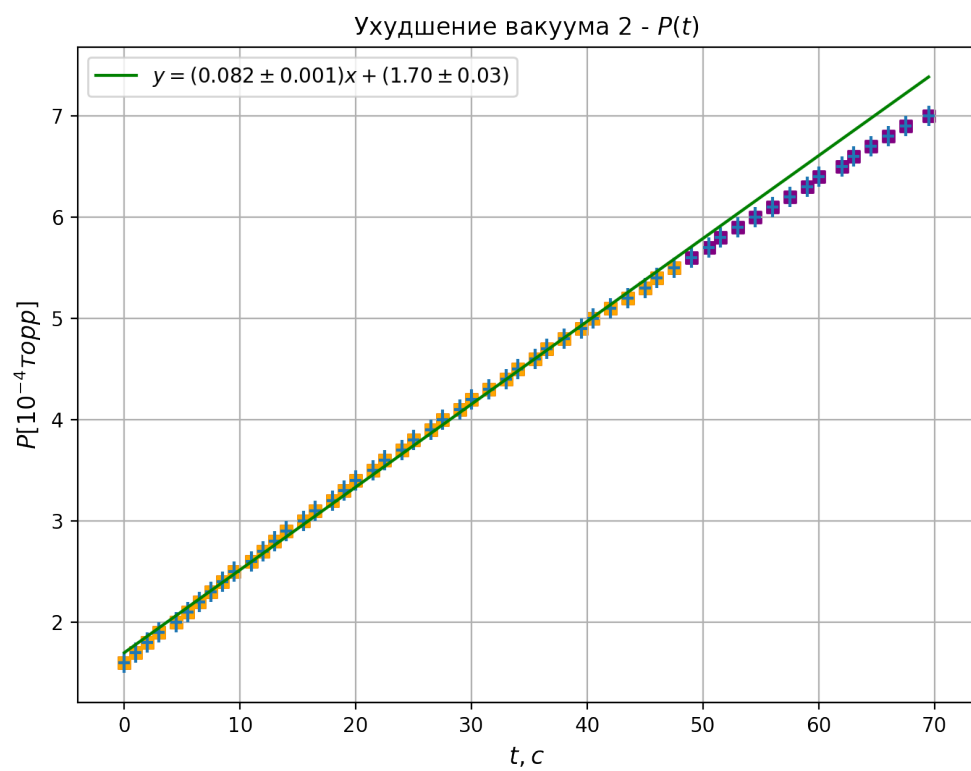
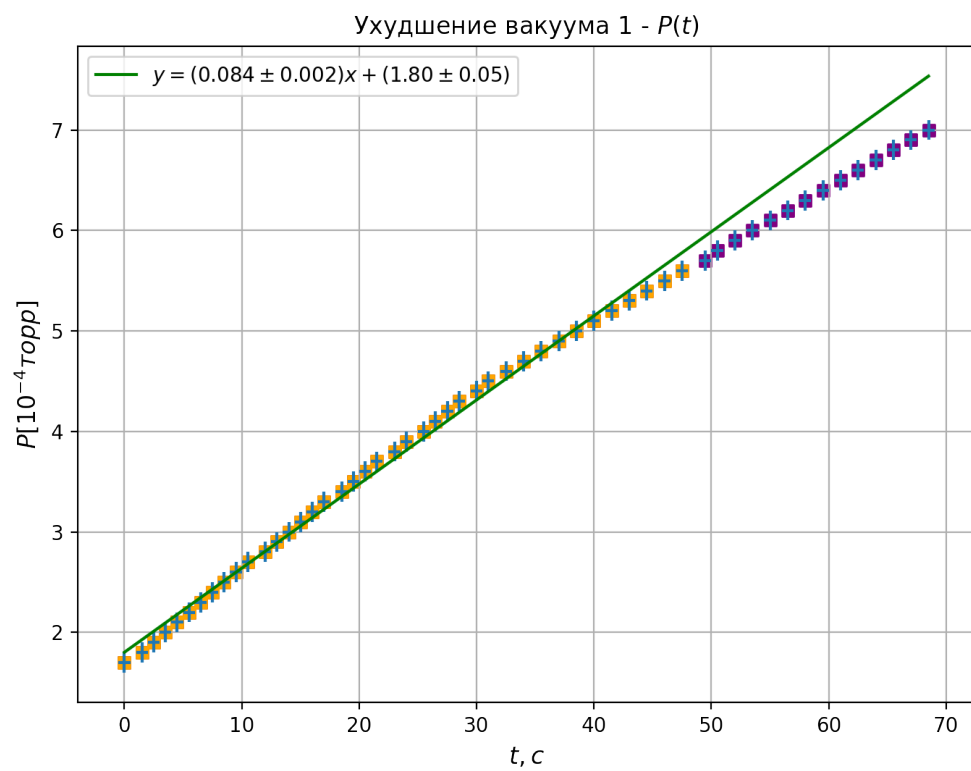


Рис. 9: Графики ухудшения вакуума.