

Отчёт по лабораторной работе 2.3.1.

Получение и измерение вакуума.

Работу выполнил Громов Артём
ЛФИ Б02-006

Долгопрудный, 2021 г.

1. Аннотация

Цель работы:

- 1) измерение 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, термопарным и ионизационным.

По степени разрежения вакуумные установки принято делить на три класса:

- 1) низковакуумные — до $10^{-2} \div 10^{-3}$ торр;
- 2) высоковакуумные — до $10^{-4} \div 10^{-7}$ торр;
- 3) установки сверхвысокого вакуума — до $10^{-8} \div 10^{-11}$ торр.

С физической точки зрения низкий вакуум переходит в высокий, когда длина свободного пробега молекул газа оказывается сравнима с размерами установки (а течение газа становится сугубо молекулярным); сверхвысокий вакуум характерен крайней важностью процессов адсорбции и десорбции частиц на поверхности вакуумной камеры.

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.

2. Экспериментальная установка

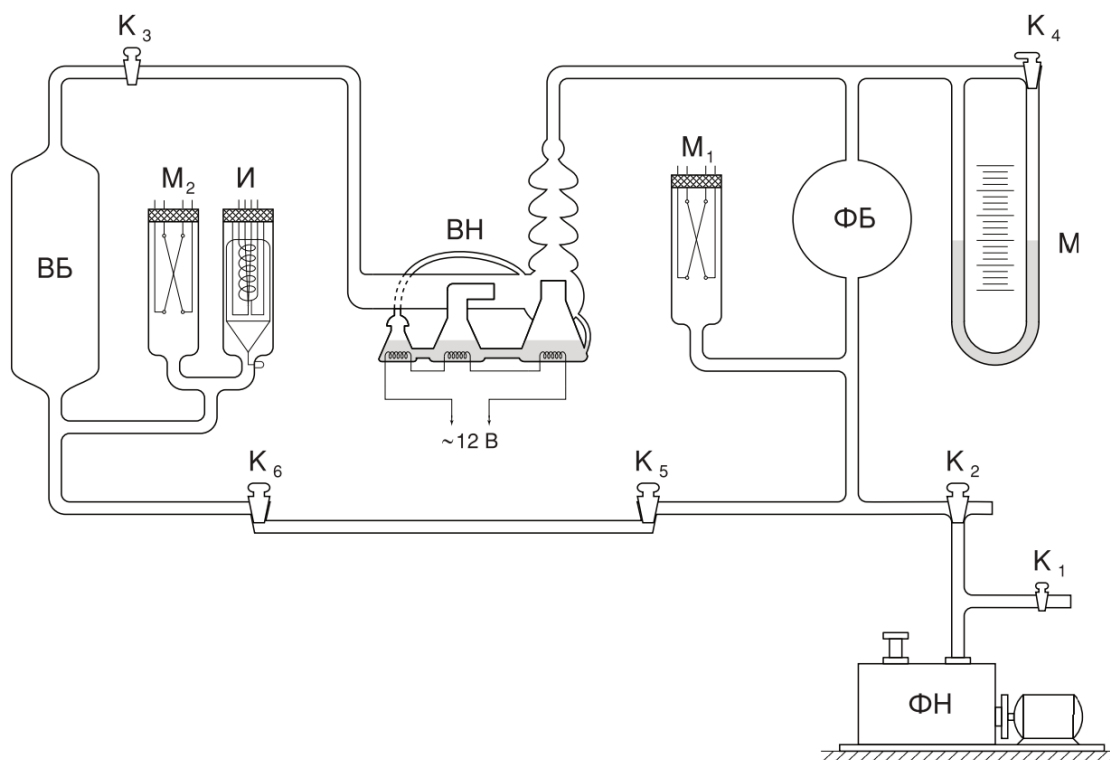


Рис. 1: Установка для изучения зависимости скорости звука от температуры

Установка изготовлена из стекла и состоит из форвакуумного баллона (ФБ), высоковакуумного диффузионного насоса (ВН), высоковакуумного баллона (ВБ), масляного (М) и ионизационного (И) манометров, термопарных манометров (M_1 и M_2), форвакуумного насоса (ФН) и соединительных кранов K_1, K_2, \dots, K_6 (рис. 1). Кроме того, в состав установки входят: вариатор (автотрансформатор с регулируемым выходным напряжением), или реостат, и амперметр для регулирования тока нагревателя диффузионного насоса.

Краны. Все краны вакуумной установки — стеклянные. Стенки кранов тонкие, пробки кранов — полые и составляют одно целое с рукоятками. Пробки кранов притёрты к корпусам. Для герметизации используется вакуумная смазка. Через стенки кранов видны отверстия в пробке крана, так что всегда можно понять, как он работает. Если на поверхности шлифа видны круговые полосы, то кран либо плохо притёрт, либо неправильно смазан и может пропускать воздух. За кранами нужно внимательно следить. Краны работают лишь в том случае, если давление внутри крана меньше атмосферного. При этом пробка вдавливается внутрь крана.

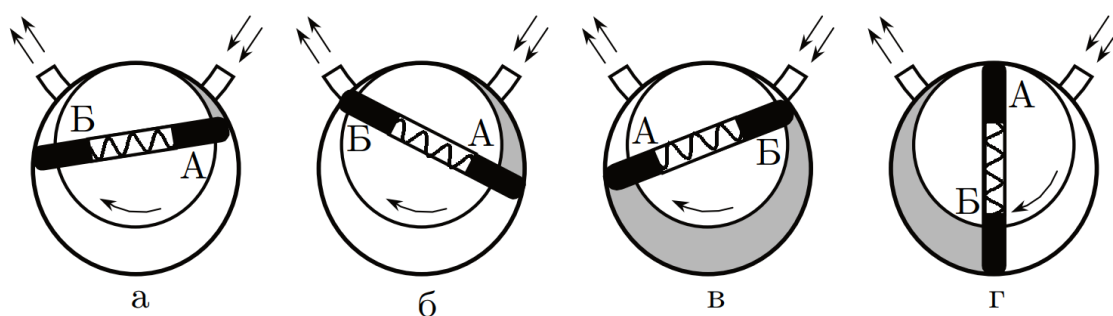


Рис. 2: Схема действия ротационного двухпластинчатого форвакуумного насоса. В положениях «а» и «б» пластина «А» засасывает разреженный воздух из откачиваемого объема, а пластина «Б» вытесняет ранее захваченный воздух в атмосферу. В положениях «в» и «г» пластины поменялись ролями

Кран K_1 используется для заполнения форвакуумного насоса и вакуумной установки атмосферным воздухом. Во время работы установки он должен быть закрыт. Трёхходовой кран K_2 служит для соединения форвакуумного насоса с установкой или атмосферой. Кран K_3 отделяет высоковакуумную часть установки от форвакуумной. Кран K_4 соединяет между собой колена масляного манометра. Он должен быть открыт во все время работы установки и закрывается лишь при измерении давления в форвакуумной части. Краны K_5 и K_6 стоят по концам капилляра и соединяют его с форвакуумной и высоковакуумными частями установки. Суммарный объем обоих кранов 50 см^3 . Диаметр капилляра 0.9 мм . Его длина 300 мм . На каждой установке указан точный объем кранов.

Форвакуумный насос. Устройство и принцип действия ротационного пластинчатого форвакуумного насоса схематически показаны на рис. 2.

В цилиндрической полости массивного корпуса размещен эксцентрично ротор так, что он постоянно соприкасается своей верхней частью с корпусом. В диаметральный разрез ротора вставлены две пластины, раздвигаемые пружиной и плотно прижимаемые к поверхности полости. Они разделяют объем между ротором и корпусом на две части.

Действие насоса ясно из изображенных на рис. 2 последовательных положений пластин при вращении ротора по часовой стрелке. В положении «а» газ из откачиваемого объема поступает в пространство между пластиной «А» и линией соприкосновения корпуса и ротора. По мере вращения это пространство увеличивается (рис. 2б), пока вход в него не перекроет другая пластина «Б» (рис. 2в). После того как пластина «А» пройдет выходное

отверстие и линию соприкосновения (рис. 2г), лопасть «Б» будет сжимать следующую порцию газа и вытеснять его через клапан в атмосферу.

При работе с насосом следует помнить, что после остановки насоса в него обязательно нужно впускать воздух. Если этого не делать, то атмосферное давление может выдавить масло из насоса в патрубки и в вакуумную систему. Соединять насос с атмосферой следует при помощи кранов K_1 или K_2 .

После включения насоса его присоединяют к установке не сразу, а через некоторое время, когда насос откачает собственный объём и пространство, расположенное до крана K_2 . Об этом можно судить по звуку насоса. Вначале насос сильно шумит, затем его звук делается мягким, и, наконец, в насосе возникает сухой стук — это происходит, когда достигается хорошее разрежение.

Диффузионный насос. Откачивающее действие диффузионного насоса основано на диффузии (внедрении) молекул разреженного воздуха в струю паров масла.

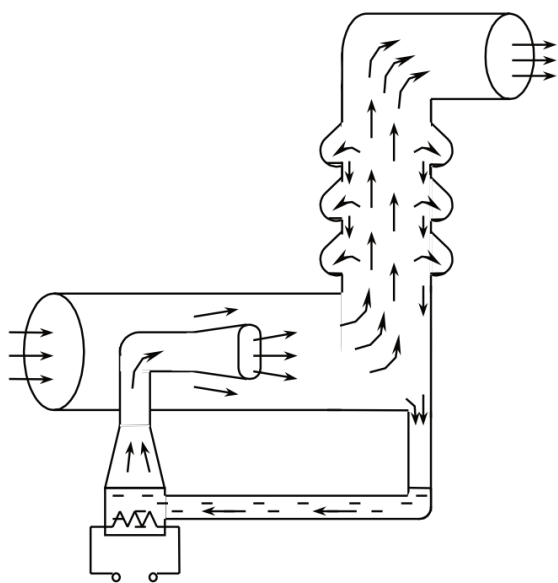


Рис. 3: Схема работы диффузионного насоса

Устройство одной ступени масляного диффузионного насоса схематически показано на рис. 3 (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. Дальше 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 с 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.

Граничное давление, выше которого диффузионный насос включать нельзя, на вакуумметрах термопарных ламп отмечено красной линией (около 1.2 мВ).

Диффузионный насос, используемый в нашей установке (рис. 1), имеет две ступени и соответственно два сопла. Одно сопло вертикальное (первая ступень), второе сопло горизонтальное (вторая ступень). За второй ступенью имеется ещё 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 её легколетучей фракцией масла. По этой причине плотность струи первой ступени выше, и эта ступень начинает откачивать газ 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 объём поступает меньше паров масла, и его удаётся откачать до более высокого вакуума, чем если бы мы работали только с одной ступенью.

Спираль, опущенная в масло, подогревается переменным током ($U \approx 12$ В). Ток регулируется автотрансформатором в пределах от 1 до 1.5 А. При включении подогрева давление в системе сначала возрастает вследствие выделения растворенного в масле воздуха. Минут через 10 после начала подогрева начинается интенсивное испарение масла, заметное по появлению на стенках насоса плёнки конденсирующихся паров. Не следует допускать слишком интенсивного кипения масла.

Масляный манометр представляет собой U-образную трубку, до половины наполненную вязким маслом, обладающим весьма низким давлением насыщенных паров. Так как плотность масла $\rho = 0.9$ г/см³ мала, 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.

Из-за большой вязкости масла уровни в манометре устанавливаются не сразу.

Термопарный манометр. Чувствительным элементом манометра является платино-родиевая термопара, спаянная с никелевой нитью накала и заключённая в стеклянный баллон (лампа ЛТ-2 или ПМТ-2). Устройство термопары пояснено на рис. 4. По нити накала НН пропускается ток постоянной величины. Для установки тока служит потенциометр R — «Рег. тока накала», расположенный на передней панели вакуумметра. Термопара ТТ присоединяется к милливольтметру, показания которого определяются температурой нити накала и зависят от отдачи тепла в 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 порядка 10^{-3} торр теплоотвод, осуществляемый газом, становится сравнимым с другими видами потерь тепла и температура нити становится практически постоянной.

Ионизационный манометр. Схема ионизационного манометра изображена на рис. 5. Он представляет собой трёхэлектродную лампу. Электроны испускаются накалившимся катодом и увлекаются электрическим полем к аноду, имеющему вид редкой спирали. Проскакивая за её 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 своём пути электроны ионизируют

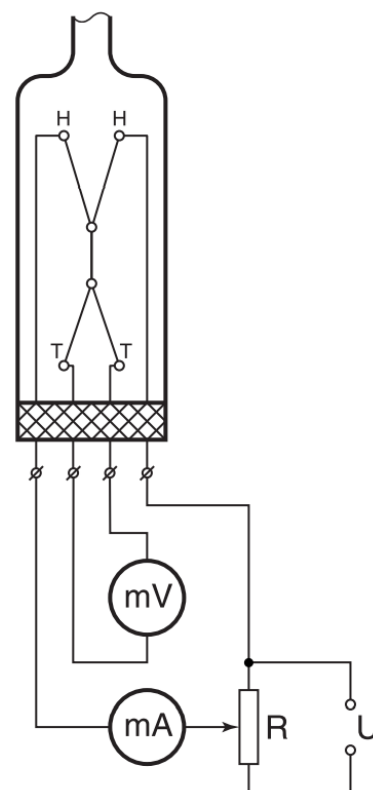


Рис. 4: Схема термопарного манометра с лампой ЛТ-2

молекулы газа. Ионы, образовавшиеся между анодом и коллектором, притягиваются полем коллектора и определяют его ток.

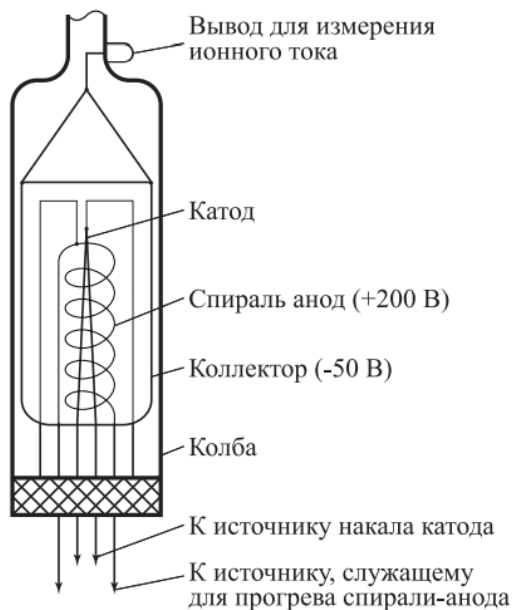


Рис. 5: Схема ионизационной лампы ЛМ-2

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 объём). Калибровка манометра верна, если остаточным газом является воздух.

Накалённый катод ионизационного манометра перегорает, если давление в системе превышает $1 \cdot 10^{-3}$ торр. Поэтому включать ионизационный манометр можно, только убедившись по терморпному манометру, что давление в системе не превышает 10^{-3} торр.

При измерении нить накала ионизационного манометра сильно греется. При этом она сама, окружающие её электроды и стенки стеклянного баллона могут десорбировать поглощённые 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.

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

Рассмотрим обычную схему откачки. Разделим вакуумную систему на две части: «откачиваемый объём» (в состав которого включим используемые для работы части установки) и «насос», к которому, кроме самого насоса, отнесём трубопроводы и краны, через которые производится откачка нашего объёма. Обозначим через Q_d количество газа, десорбирующегося с поверхности откачиваемого объёма в единицу времени, через Q_n — количество газа, проникающего в единицу времени в этот объём извне — через течи. Будем считать, что насос обладает скоростью откачки W и в то же время сам является источником газа; пусть Q_{np} — поток газа, поступающего из насоса назад в откачиваемую систему. Будем измерять количество газа Q_d , Q_n и Q_{np} в единицах PV (легко видеть, что это произведение с точностью до множителя RT/μ равно массе газа). Основное уравнение, описывающее процесс откачки, имеет вид

$$-VdP = (PW - Q_d - Q_n - Q_{np}) dt. \quad (1)$$

Левая часть этого уравнения равна убыли газа в откачиваемом объёме V , а правая определяет количество газа, уносимого насосом, и количество прибывающего вследствие перечисленных выше причин за время dt . При достижении предельного вакуума (давление P_{np})

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

так что

$$P_{np}W = Q_d + Q_n + Q_{np}. \quad (2)$$

Из этого уравнения найдём формулу, выражающую скорость откачки через предельный вакуум:

$$W = \frac{\sum Q_i}{P_{\text{пр}}}$$

Обычно $Q_{\text{и}}$ постоянно, а $Q_{\text{н}}$ и $Q_{\text{д}}$ слабо зависят от времени, поэтому в наших условиях все эти члены можно считать постоянными. Считая также постоянной скорость откачки W , уравнение (1) можно проинтегрировать и, используя (2), получить.

$$P - P_{\text{пр}} = (P_0 - P_{\text{пр}}) \exp\left(-\frac{W}{V}t\right) \quad (3)$$

где P_0 — начальное давление. Оно обычно велико по сравнению с $P_{\text{пр}}$, поэтому можно записать, что

$$P = (P_0) \exp\left(-\frac{W}{V}t\right) \quad (4)$$

Постоянная времени откачки $\tau = V/W$ является мерой эффективности откачной системы.

Рассмотрим теперь, чем определяется скорость откачки системы. По условию эта скорость характеризует действие всей откачивающей системы, которую мы пока обозначали общим понятием «насос». На самом деле эта система состоит из собственно насоса, а также из кранов и трубопроводов, соединяющих его с откачиваемым объёмом.

При математическом описании откачивающей системы возникают уравнения, очень похожие на уравнения Кирхгофа, описывающие протекание тока в электрических цепях. Перепад давления ΔP заменяет разность электрических потенциалов, поток газа — силу тока, а пропускная способность элементов вакуумной системы — проводимость элементов цепи. Закон сложения пропускных способностей аналогичен закону сложения проводимостей. При последовательном соединении элементов.

$$\frac{1}{W} = \frac{1}{W_{\text{н}}} + \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \dots, \quad (5)$$

где W — скорость откачки системы, $W_{\text{н}}$ — скорость откачки собственно насоса, а C_1, C_2 и т. д. — пропускные способности элементов вакуумной системы. Формула (5) показывает, что пропускная способность трубопроводов столь же сильно влияет на эффективность откачки, как и производительность насоса. Не имеет смысла ставить большой насос, если соединительные трубки недостаточно широки. 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. **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 картина меняется. Столкновения молекул между собой начинают играть меньшую роль, чем соударения со стенками. Течение газа в трубе напоминает в этих условиях диффузию газа из области больших концентраций в области, где концентрация ниже, причём роль длины свободного пробега играет ширина трубы.

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

$$\frac{d(PV)}{dt} = \frac{4}{3}r^3 \sqrt{\frac{2\pi RT}{\mu}} \frac{P_2 - P_1}{L}. \quad (6)$$

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

$$C_{\text{тр}} = \left(\frac{dV}{dt} \right)_{\text{тр}} = \frac{4}{3} \frac{r^3}{L} \sqrt{\frac{2\pi RT}{\mu}}. \quad (7)$$

Мы видим, что пропускная способность зависит от радиуса трубы в третьей степени и обратно пропорциональна её длине. В вакуумных установках следует поэтому применять широкие короткие трубы.

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

$$\nu = \frac{1}{4} S n \bar{v}, \quad (8)$$

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 (7) для количества газа, покидающего установку при давлении P , получается пропускная способность отверстия

$$C_{\text{отв}} = \left(\frac{dV}{dt} \right)_{\text{отв}} = S \frac{\bar{v}}{4}. \quad (9)$$

Для воздуха при комнатной температуре $\bar{v}/4 = 110 \text{ м/с} = 11 \text{ л/с} \cdot \text{см}^2$.

Формулу (9) можно получить непосредственно из условия

$$v = C_{\text{отв}} n,$$

выражающего эквивалентность откачивающего действия отверстия, открытого в высокий вакуум, и поршня, расширяющего объём со скоростью $C_{\text{отв}}$ (л/с).

Для диффузионного насоса можно считать, что каждая молекула воздуха, попавшая в кольцевой зазор между соплом и стенками насоса, увлекается струей пара и не возвращается обратно в откачиваемый объём. Скорость откачки такого насоса можно считать равной пропускной способности отверстия с площадью, равной площади кольцевого зазора, т. е. насос качает как кольцевой зазор, с одной стороны которого расположен откачиваемый объём, а с другой — пустота.

3. Результаты измерений и обработка данных

3.1. Определение объёма форвакуумной и высоковакуумной частей установки

Для определения объёмов откачаем установку до давления 10^{-2} торр. Затем выпустим из заранее подготовленной части установки $V_0 = 50 \text{ см}^3$ воздуха при атмосферном давлении $P_{\text{атм}} = 100.4 \text{ кПа}$. По изменениям показаний масляного манометра определим объёмы, пользуясь законом Бойля-Мариотта.

$$V = \frac{P_{\text{атм}} V_0}{\rho g (h_1 - h_2)} - V_0 \quad (10)$$

где $\rho = 0.885 \text{ г/см}^3$ — плотность масла, V — объём интересующего нас балона, h_1 и h_2 — уровни масла в коленях манометра.

Таблица 1.
Значения резонансных частот

Балон	h_1 , см	h_2 , см	V , л
ФБ	8.6	34.6	2.17 ± 0.01
ВБ	13.5	30.0	1.28 ± 0.01

Погрешность измерений составила 1 мм.

3.2. Получение высокого вакуума и измерение скорости откачки

Найдём скорость откачки по улучшению вакуума во время откачки. Для этого построим графики зависимости $\ln(P - P_{\text{пр}})$ от t . Для расчёта коэффициентов аппроксимирующей прямой воспользуемся МНК. Таблицы значений помещены в приложение. $P_{\text{пр}} = 1.4 \cdot 10^{-4}$ торр.

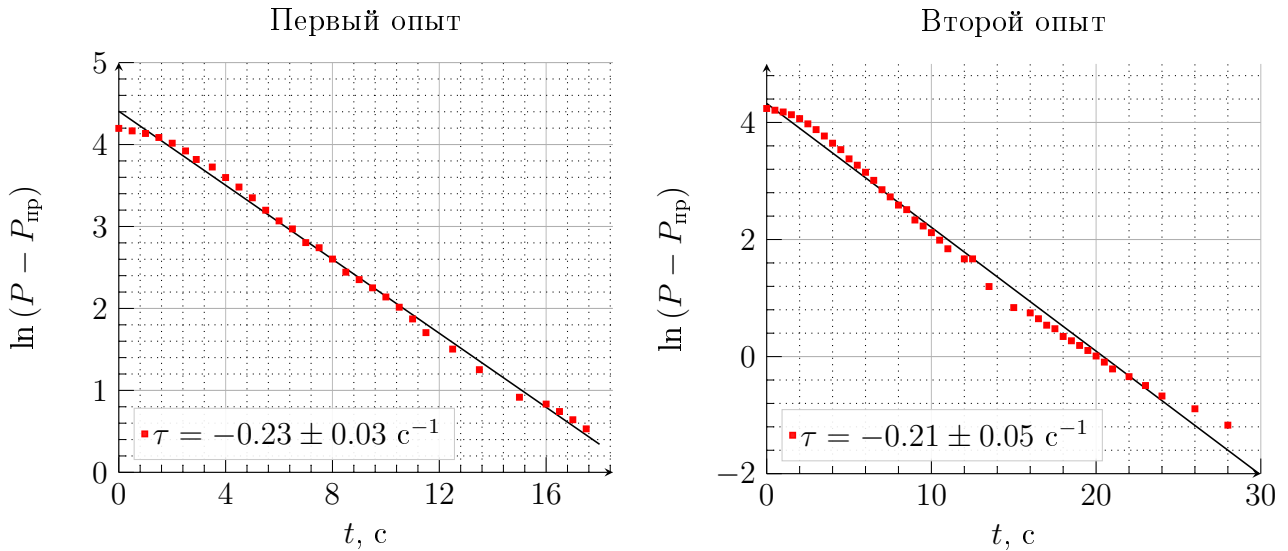


Рис. 6: Графики зависимости $\ln(P - P_{\text{пр}})$ от t

Расчитаем W по формуле $W = -\tau V_{\text{ВБ}}$:

$$W_1 = 0.29 \pm 0.04 \text{ л/с} \quad W_2 = 0.27 \pm 0.06 \text{ л/с.}$$

Теперь определим величину потока $Q_{\text{н}}$. Для этого построим графики зависимости P от t при ухудшении вакуума. Вновь воспользуемся методом наименьших квадратов, а затем вычислим значение $Q_{\text{н}}$ по следующей формуле:

$$Q_{\text{н}} = P_{\text{пр}} W - \frac{dP}{dt} V_{\text{ВБ}}.$$

$$Q_{\text{н1}} = (2.9 \pm 0.4) \cdot 10^{-5} \text{ л} \cdot \text{торр/с}, \quad Q_{\text{н2}} = (2.6 \pm 0.7) \cdot 10^{-5} \text{ л} \cdot \text{торр/с.}$$

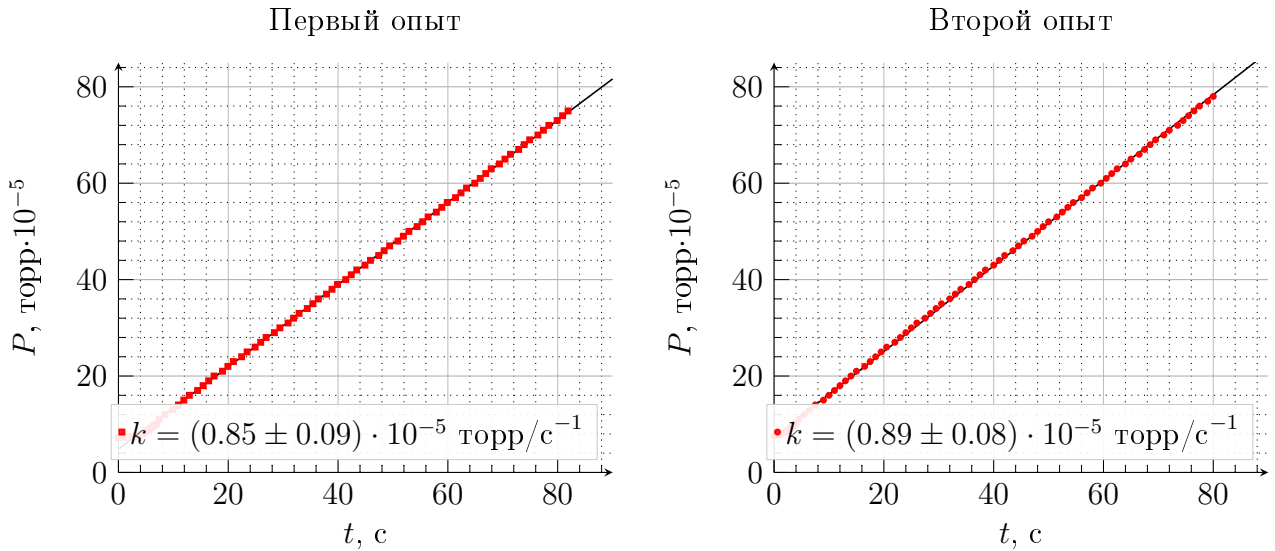


Рис. 7: Графики зависимости P от t

Теперь вычисли производительность насоса с помощью создания искусственной течи. Для этого определим установившиеся после создания искусственной течи давления в форвакуумной и высоковакуумной частях установки $P_{\text{ВВ}} = 1.7 \cdot 10^{-4}$ торр, $P_{\text{ВВ}} = 6 \cdot 10^{-4}$ торр. Запишем формулу (2) для случаев когда капилляр перекрыт и когда он открыт:

$$P_{\text{пр}} W = Q_1, \quad P_{\text{ВВ}} W = Q_1 + \frac{d(PV)_{\text{капилл}}}{dt}.$$

В этих формулах символом Q_1 обозначена сумма всех натеканий, кроме натекания через искусственную течь. Исключая её из этих формул и используя формулу (6), получим выражения для расчёта W

$$W = \frac{d(PV)_{\text{капилл}}/dt}{P_{\text{ВВ}} - P_{\text{пр}}} = \frac{4}{3} r^3 \sqrt{\frac{2\pi RT}{\mu}} \frac{P_{\text{ФВ}} - P_{\text{ВВ}}}{P_{\text{ВВ}} - P_{\text{пр}}}$$

В итоге получим следующее значение $W = 0.008 \pm 0.001$ л/с.

4. Обсуждение результатов

Первой частью работы было измерение объёмов форвакуумной и высоковакуумной частей установки. Погрешности определения получились небольшими (порядка 1%). Результаты совпали с визуальными представлениями, что высоковакуумная часть имеет меньший объём, чем высоковакуумная.

Второй частью работы было определение мощности диффузионного насоса. Два метода дали очень разные результаты отличающиеся на порядки. Результаты первого метода выглядят более адекватно. Возможно, ошибка заключается в неправильных вычислениях.

5. Вывод

Работа проведена неудачно, результаты двух методов очень сильно разнятся. Для улучшения результатов можно попробовать провести работу на компьютеризированной установке, где все данные записываются точнее.