

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2.

### ПОЛУЧЕНИЕ И ИЗМЕРЕНИЕ БЕЗМАСЛЯНОГО ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ВАКУУМА

Цель работы: ознакомиться с методами получения и измерения безмасляного форвакуума. Определить скорость откачки цеолитового насоса.

Приборы и принадлежности: вакуумная установка УСУ-4, включающая два насоса ЦВН, диафрагменный насос и вакуумметр ВТ-2, секундомер, дьюар с жидким азотом.

#### Цеолитовые насосы

Цеолитовые вакуумные насосы относятся к адсорбционным насосам. Их принцип действия основан на физической адсорбции газа кристаллическими пористыми алюмосиликатами, получившими название молекулярных сит или искусственных цеолитов. Цеолит представляет собой небольшие пористые гранулы примерно одинакового размера. Диаметр пор постоянен для цеолита определенного типа, но изменяется от типа к типу. Промышленностью выпускаются цеолиты типов 3А, 4А, 5А, 10Х и 13Х. Из них цеолит марки 5А обладает наибольшей сорбционной емкостью по отношению к воздуху. Диаметр его пор равен 0,5 нм, а внутренняя поверхность примерно в 40000 раз превышает внешнюю поверхность гранулы. Наиболее распространен насос ЦВН-1-2, схематично показанный на рис. 2.14. Насос представляет собой баллон, заполненный цеолитом и приспособленный для охлаждения жидким азотом. В баллон, образованный внешним металлическим цилиндром 7, внутренним цилиндром 2 и закрытый нижним кольцевым днищем 3 и двумя верхними сферическими днищами 4 и 5, до верхнего края внутреннего цилиндра засыпан цеолит, обычно марки 5А. В насос ЦВН-1-2 помещается 1 кг цеолита. Патрубком 6 баллон соединяется с фланцем 7, которым насос присоединяется к вакуумной системе. С целью снижения теплопроводности нижняя часть патрубка на длине 30–40 мм утончается до 0,3–0,5 мм. В средней части патрубка располагается патрубок 8, закрываемый резиновой пробкой 9. Баллон насоса помещается в сосуд Дьюара 10. При заполнении сосуда Дьюара жидким азотом и охлаждении цеолита он сорбирует газ, поступающий из откачиваемого сосуда. Благодаря патрубку 11 предотвращается образование газовой пробки во внутренней полости, что способствует эффективному охлаждению цеолита.

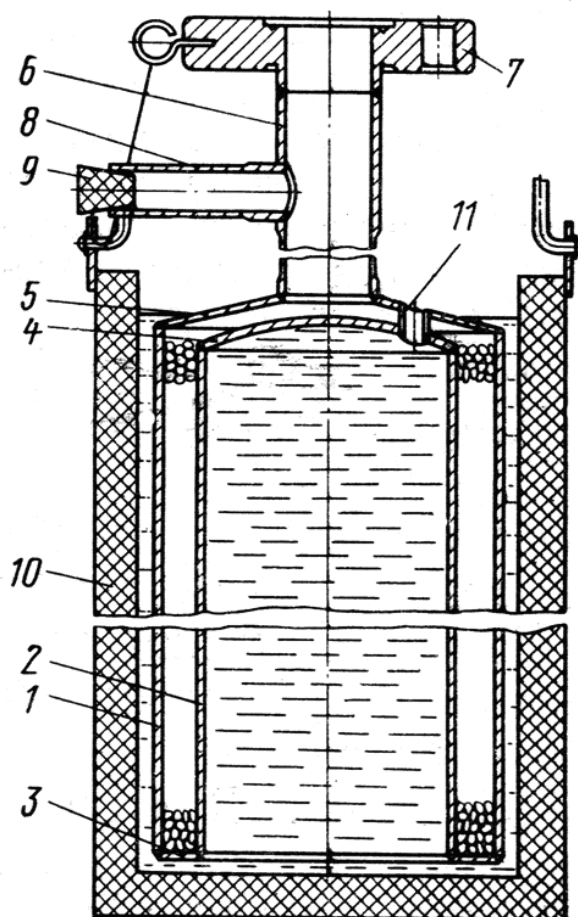


Рис. 2.14. Цеолитовый вакуумный насос ЦВН-1-2:

1 — внешний цилиндр; 2 — внутренний цилиндр; 3 — днище;  
4,5 — верхнее днище; 6,8,11 — патрубки; 7 — фланец; 8 — патрубок;  
9 — пробка; 10 — сосуд Дьюара

Цеолитовый насос комплектуется печью (на рисунке не показана), которая устанавливается на место сосуда Дьюара при регенерации цеолита в насосе. Печь представляет собой двухстенный стакан, между стенками которого расположен проволочный нагреватель. Насос присоединяется к вакуумной системе через вакуумный клапан.

Цикл работы цеолитового насоса следующий. При закрытом клапане, соединяющем его с вакуумной системой, производят регенерацию, т. е. восстановление сорбционной активности, цеолита. Регенерация цеолита происходит при прогреве его при температуре 500 °С в течение 3-х часов. После регенерации печь заменяется сосудом Дьюара и насос охлаждается до температуры минус 196 °С. После охлаждения цеолита насос способен производить откачку. При насыщении цеолита откачиваемым газом производят его повторную регенерацию, для чего насос предварительно отделяется клапаном от откачиваемого сосуда. Цеолитовые вакуумные насосы серийного производства предназначены для предварительной откачки от атмосферного давления систем с магнеторазрядными или геттерно-ионными высоковакуумными насосами, а также для

самостоятельной низковакуумной откачки систем, в которых не допускается присутствие паров рабочей жидкости насосов. Часто, как показано на рис. 2.15, откачиваемый сосуд снабжается двумя цеолитовыми насосами. Это обеспечивает непрерывность откачки: в то время как один из насосов откачивает объем, в другом производится регенерация цеолита. Наличие трех клапанов позволяет производить любое соединение цеолитовых насосов. Вакуумные клапаны 3 и 4 могут быть как прогреваемыми, так и непрогреваемыми, клапан 5 почти всегда прогреваемый. Для характеристики цеолитовых насосов неприемлемо понятие быстроты действия. Они характеризуются сорбционной емкостью. Цеолитовому насосу, как и любому адсорбционному насосу, свойственно насыщение, т. е. возможность поглощения вполне определенного количества газа при заданном давлении. Поэтому для достижения заданной величины давления объем откачиваемого сосуда не может превышать вполне определенной величины. Так, например, с помощью насоса ЦВН в сосуде объемом 100 л после откачки от атмосферного давления создается остаточное давление не более 6,6 Па. В составе остаточного газа преобладают инертные газы и совершенно отсутствуют углеводороды. Время откачки при 30-минутном предварительном охлаждении насоса не превышает 1 часа.

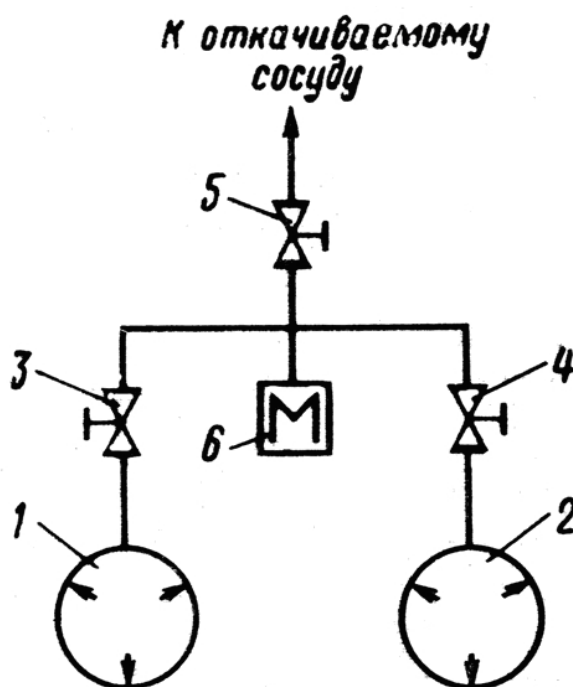


Рис. 2.15. Схема вакуумной системы с цеолитовыми насосами:  
1,2 — цеолитовые насосы; 3,4 и 5 — клапаны;  
6 — манометрический преобразователь

### Эксплуатация и обслуживание

Момент постановки насоса в вакуумную систему и момент использования его для откачки сосуда может разделять значительный промежуток времени. Поэтому перед началом

работы насоса полезно провести повторную трехчасовую регенерацию цеолита. Регенерация производится при закрытом клапане, соединяющем его с вакуумной системой при отсутствии пробки в патрубке 5 (см. рис. 2.14). Перед выключением печи (или сразу после выключения) патрубков 8 плотно закрывают резиновой пробкой 9. Затем печь выключают и удаляют. После охлаждения насоса до температуры, близкой к комнатной, под него подводят сосуд Дьюара так, чтобы баллон насоса полностью находился в сосуде Дьюара. В сосуд Дьюара заливают жидкий азот. После прекращения бурного кипения азота, что свидетельствует о том, что баллон и цеолит в нем охладились до температуры, близкой к минус 196 °С (температура кипения жидкого азота), открывают вакуумный клапан 3 (или 4) и 5 (см. рис. 2.15), т. е. начинают откачку сосуда. На первоначальное охлаждение насоса расходуется около 6 л жидкого азота. В дальнейшем расход жидкого азота составляет 0,5–0,6 л/ч. Уровень жидкого азота надо поддерживать на высоте верхнего края баллона, допуская понижение его на 15–20 мм. Большое понижение уровня вызывает десорбцию газа из верхних слоев цеолита и повышение давления. Повышение уровня приводит к увеличению расхода азота. Цеолит марки 5А дает возможность получать остаточное давление не хуже 0,9 Па ( $7 \times 10^{-3}$  торр) при поглощении 1 г цеолита 20 см<sup>3</sup> влажного атмосферного воздуха комнатной температуры и не хуже 13 Па ( $10^{-1}$  торр) при поглощении 100 см<sup>3</sup>. Для достижения существенного понижения остаточного давления необходимо вести откачку сосуда последовательно двумя насосами. При повторной откачке сосуда от атмосферного давления без регенерации цеолита установившееся остаточное давление будет выше (примерно на порядок). Допустимое количество регенераций достигает нескольких сотен. Однако даже непродолжительный прогрев цеолита при температуре выше 550 °С приводит к его разрушению, в особенности если цеолит предварительно адсорбировал большое количество влаги. При разрушении цеолита, о чем можно судить по снижению сорбционной емкости, его необходимо заменить.

#### Определение скорости откачки насоса.

**Скорость откачки** - объем газа, удаляемый насосом в единицу времени из разряжаемого сосуда при постоянном давлении:

$$S = \left( \frac{dV}{dt} \right)_p. \quad (1)$$

С уменьшением давления скорость откачки понижается.

Скорость откачки может быть определена экспериментально. Пусть в некоторый момент времени  $t$  в сосуде объемом  $V$  давление данной массы газа равно  $p$ . При откачке за малый промежуток времени  $dt$  объем газа увеличивается на величину  $dV$ . Та же масса газа теперь занимает больший объем ( $V + dV$ ). Давление внутри сосуда изменится на величину  $dp$  и станет равным  $(p + dp)$ . (Очевидно, что величина  $dp$  отрицательна). Полагая, что процесс откачки происходит при постоянной температуре, согласно закону Бойля-Мариотта можно записать

$$PV = (p + dp) \cdot (V + dV), \quad (2)$$

или, раскрывая скобки и пренебрегая величиной второго порядка малости  $dp \cdot dV$ , получим

$$dV = -V \frac{dp}{p} = -V \cdot d(\ln p). \quad (3)$$

Поделив обе части последнего выражения на  $dt$ , согласно определению (1) имеем:

$$S = \frac{dV}{dt} = -V \frac{d(\ln p)}{dt}. \quad (4)$$

Учитывая, что:  $-d(\ln p) = d(\ln p_0 - \ln p) = d \ln \frac{p_0}{p},$

(5)

(где  $p_0$  – давление в начальный момент времени и, следовательно, постоянная величина), получим:

$$S = V \frac{d \ln(p_0/p)}{dt}. \quad (6)$$

Формула (6) используется при экспериментальном определении скорости откачки насоса.

### Описание установки

Блок-схема лабораторной установки приведена на рис. 2.15.

**Предупреждения!** К выполнению работ приступать только после ознакомления с описанием. При выполнении работы соблюдать следующие меры предосторожности:

- а) без разрешения преподавателя установку не включать;
- б) кран открывать только при неработающем насосе;
- в) при повороте рукоятки вакуумного крана необходимо одной рукой поддерживать его за корпус, чтобы не сдвинуть с места крепления и не повредить;
- г) во избежание перегорания нити нагревателя манометрической лампы нельзя устанавливать ток накала выше указанного значения на баллоне лампы.

### Включение установки

1. Подготовьте к работе термопарный вакуумметр, для чего переключатель "ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ" поставьте в положение " $10^{-1} \div 10^{-3}$ ", а ручку реостата "РЕГУЛИРОВКА ТОКА НАКАЛА" – в крайнее левое положение.

2. Подключите вакуумметр к щитку питания (220В) и включите тумблер "СЕТЬ", при этом загорится сигнальная лампа.

3. Переключатель "ТОК НАКАЛА - ИЗМЕРЕНИЕ" поставьте в положение "ТОК НАКАЛА", реостатом "РЕГУЛИРОВКА ТОКА НАКАЛА" установите по нижней шкале прибора рабочий ток манометрической лампы ЛТ-4М, указанный на ее баллончике, после чего переведите переключатель в положение "ИЗМЕРЕНИЕ". Вакуумметр готов к работе.

4. Закрыв кран К, изолируйте вакуумную систему от атмосферы, подготовьте таблицу для записи показаний и поворотом рубильника на щитке питания включите форвакуумный насос.

### Определение скорости откачки насоса.

Вам предлагается проследить за изменением давления в вакуумной системе с течением времени и по результатам наблюдений определить скорость откачки форвакуумного насоса в определенный момент времени работы насоса. Для этого:

1) Включите секундомер в тот момент времени, когда давление составит  $p_0 = 2 \cdot 10^{-1}$  мм.рт.ст. Отсчет давления производится по верхней шкале вакуумметра. Затем полученные показания перевести в мм.рт.ст. по верхней шкале или по прилагаемому градуировочному графику милливольтметра. Величину давления рекомендуется отсчитывать через каждые 15 секунд в течение первой минуты, а затем через каждую минуту в течение 7÷10 минут.

2) Результаты измерений занести в табл. 2.

Таблица № 2

Время отсчета	Давление p		$p_0/p$	$\ln(p_0/p)$
	дел.	мм. рт. ст.		
0	10	$2 \cdot 10^{-1}$		0
15"				
30"				
45"				
1'				
2'				
·				
...				

3) Представьте изменение давления с течением времени графически, откладывая по оси X время в секундах, а по оси Y -  $\ln(p_0/p)$  ( $p_0 = 2 \cdot 10^{-1}$  мм рт.ст. – давление в начальный момент времени). Примерный вид графика представлен на рис. 5.

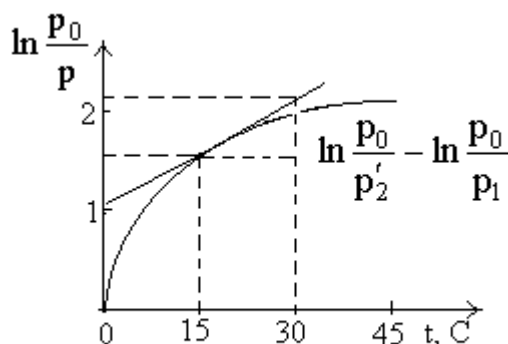


Рис. 5

4) Определите скорость откачки форвакуумного насоса в момент времени  $t_2 = 15$ с после включения секундомера. Для этого проведите касательную к кривой  $\ln(p_0/p)$  в точке  $\ln(p_0/p_2)$ , соответствующей  $t_2 = 15$ с.

Затем по графику найти ординату касательной  $\ln(p_0/p'_2)$ , соответствующей  $t_2 = 30$ с ( $p'_2$  – давление, которое установилось бы к моменту времени  $t_2 = 30$ с, если бы скорость откачки оставалась неизменной с момента  $t_2 = 15$ с).

Тогда, как видно из рис. 5,

$$tq\alpha = \frac{d \ln(p_0/p)}{dt} = \frac{\ln(p_0/p'_2) - \ln(p_0/p_1)}{t_2 - t_1}.$$

Зная объем всей вакуумной системы V и определив по графику разность  $\ln(p_0/p'_2) - \ln(p_0/p_1)$ , вычислите скорость откачки S при давлении  $p_1$  по формуле

$$S_{p_1} = V \frac{\ln(p_0/p'_2) - \ln(p_0/p_1)}{t_2 - t_1}.$$

Численное значение V приведено на установке. ( $V = 3,45$  л.)

### Литература