

Лабораторная работа №2.3.1

Получение и измерение вакуума

Шилов Артем, Хмельницкий Антон

Май 2024

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 ($\sigma_h = 1\text{мм}$), термопарным ПМТ-2 ($\varepsilon_p = 30\%$) и ионизационным ПМИ-2 ($\varepsilon_p = 35\%$).

1 Экспериментальная установка

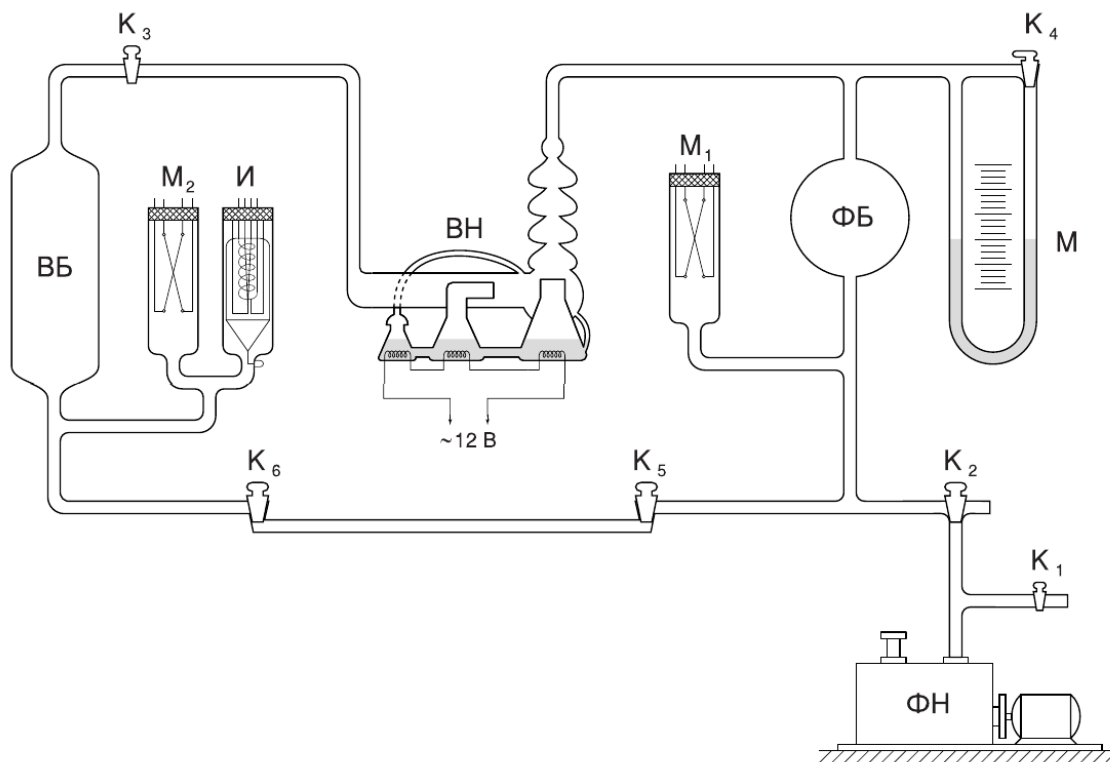


Рис. 1: Схема экспериментальной установки.

Установка изготовлена из стекла и состоит из форвакуумного баллона (ФБ), высоковакуумного диффузионного насоса (ВН), высоковакуумного баллона (ВБ), масляного (М) и ионизационного (И) манометров, термопарных 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 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 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).

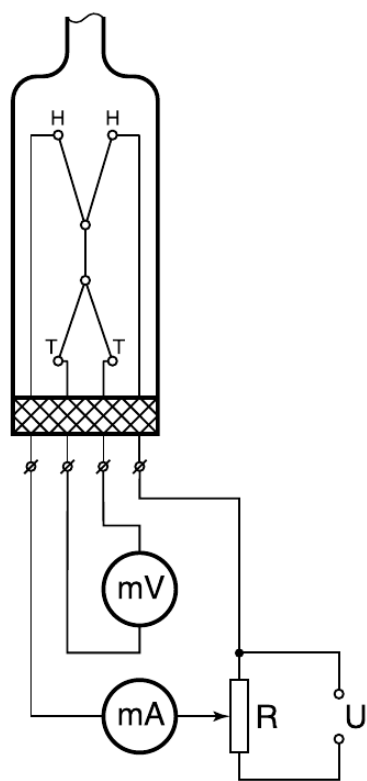


Рис. 2: Схема термопарного манометра.

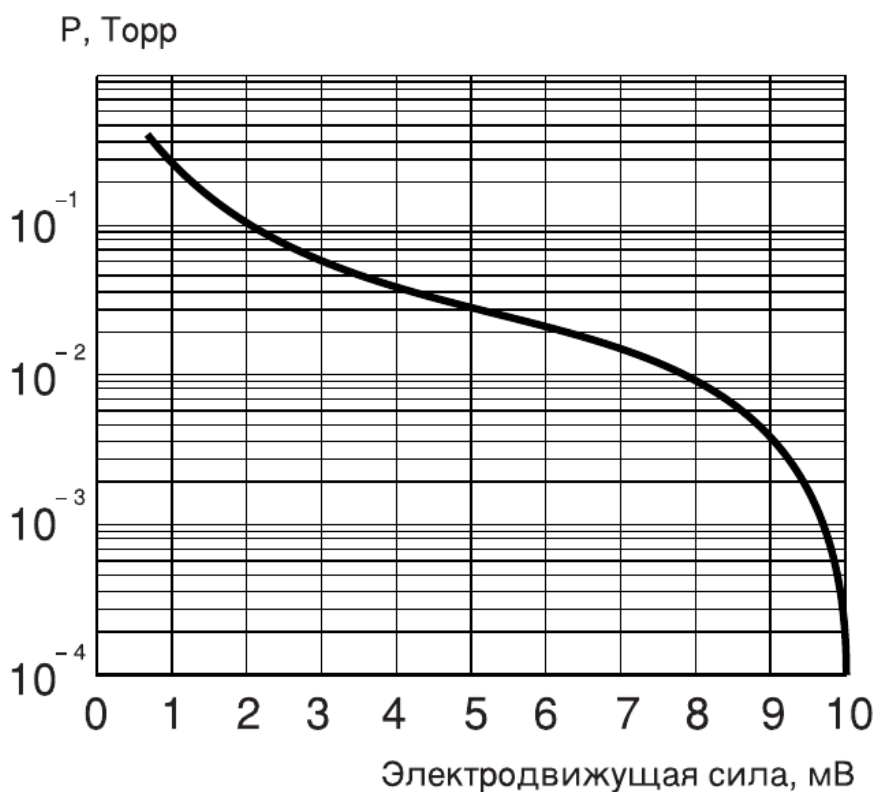


Рис. 3: Градуировочная кривая термопарного манометра.

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.

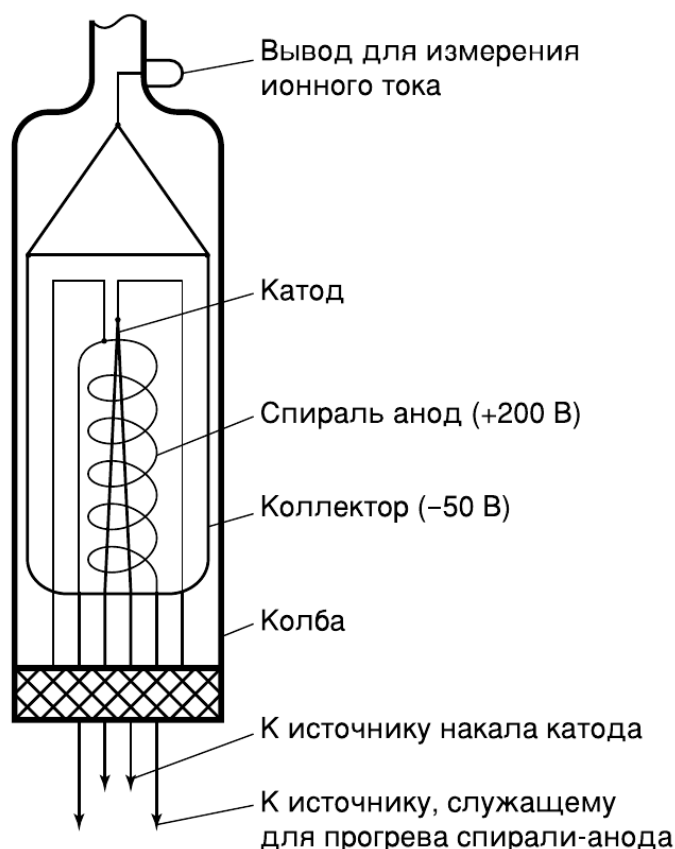


Рис. 4: Схема ионизационного манометра.

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

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.

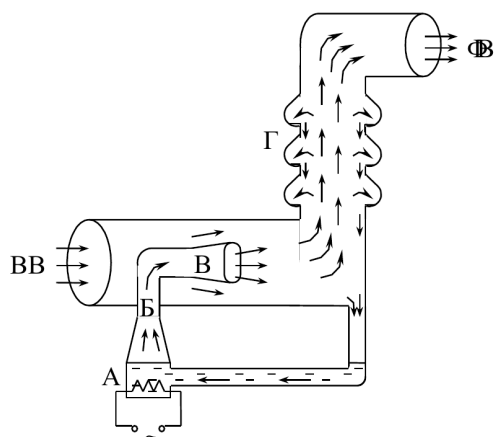


Рис. 5: Схема одной ступени диффузионного насоса.



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 $Q_{\text{и}}$ – 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 $Q_{\text{н}}$ – поток газа, поступающего из насоса назад в откачиваемую систему. $Q = Q_{\text{д}} + Q_{\text{и}} + Q_{\text{н}}$ измеряем в единицах (моль/с). Получаем формулу

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

При предельном давлении $dP = 0$ и поэтому получаем

$$Q = \frac{P_{\text{пр}}W}{RT}$$

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.

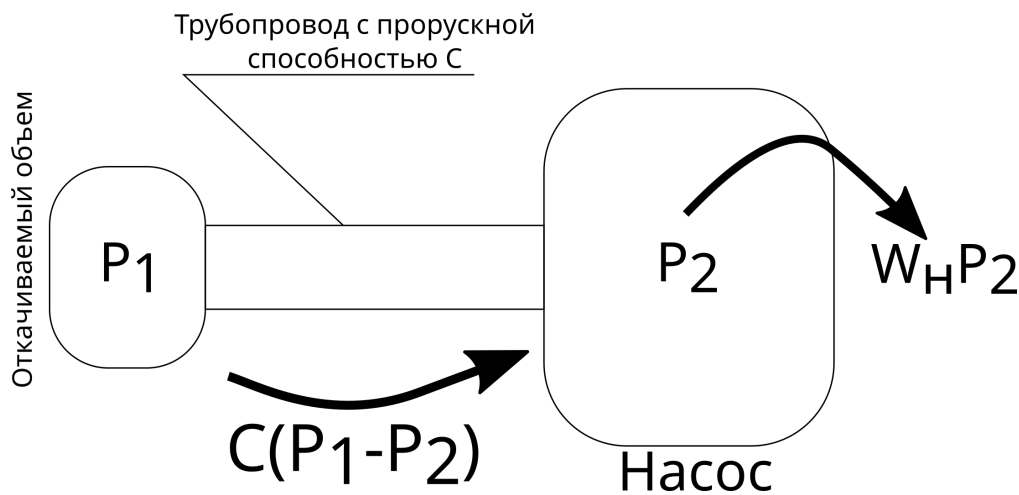


Рис. 7: Схема насоса с трубопроводом.

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

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

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 Определение объёма форвакуумной и высоковакуумной частей установки

Начальные данные:

$$V_{\text{кап}} = (50 \pm 1) \text{ см}^3$$

Полученное давление в ходе выпущенного воздуха:

Это давление измеряется масляным манометром.

Верхнее значение: $h_1 = (34.6 \pm 0.1) \text{ см.масл.ст}$

Нижнее значение: $h_2 = (5.4 \pm 0.1) \text{ см.масл.ст}$

Разность уровней: $\Delta h_{\text{фв}} = (29.2 \pm 0.2) \text{ см.масл.ст}$

Находим объём форвакуумной части установки:

Пренебрегаем остаточным давлением $1.9 \cdot 10^{-2} \text{ мм.рт.ст}$, так как оно в ~ 1000 раз меньше остальных давлений.

$$P_{\text{атм}} = (100.43 \pm 0.01) \text{ кПа}$$

$$\rho_{\text{масла}} = (0.885 \pm 0.001) \text{ г/см}^3$$

$$V_{\text{фв}} = \frac{P_{\text{атм}} V_{\text{кап}}}{P_{\text{манометра}}} = \frac{P_{\text{атм}} V_{\text{кап}}}{\rho_{\text{масла}} g \Delta h_{\text{фв}}} = 1980 \text{ см}^3$$

$$\sigma_{V_{\text{фв}}} = V_{\text{фв}} \sqrt{\left(\frac{\sigma_{P_{\text{атм}}}}{P_{\text{атм}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{V_{\text{кап}}}}{V_{\text{кап}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{\rho_{\text{масла}}}}{\rho_{\text{масла}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_g}{g}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{\Delta h_{\text{фв}}}}{\Delta h_{\text{фв}}}\right)^2} = 50 \text{ см}^3$$

Находим объём всей установки:

Для этого открываем кран, соединяющий высоковакуумную и форвакуумную части и по показаниям масляного манометра аналогично вычисляем полный объём обеих частей.

Верхнее значение: $h_2 = (11.0 \pm 0.1)$ см.масл.ст

Нижнее значение: $h_3 = (29.7 \pm 0.1)$ см.масл.ст

Разность уровней: $\Delta h_{\text{полн}} = (18.7 \pm 0.2)$ см.масл.ст

$$V_{\text{полн}} = \frac{P_{\text{атм}} V_{\text{кап}}}{P_{\text{манометра}}} = \frac{P_{\text{атм}} V_{\text{кап}}}{\rho_{\text{масла}} g \Delta h_{\text{полн}}} = (3096 \pm 80) \text{ см}^3$$

Находим объём высоковакуумной части установки:

$$V_{\text{вв}} = V_{\text{полн}} - V_{\text{фв}} = 1113 \text{ см}^3 \quad (7)$$

$$\sigma_{V_{\text{вв}}} = \sqrt{\sigma_{V_{\text{полн}}}^2 + \sigma_{V_{\text{фв}}}^2} = 90 \text{ см}^3 \quad (8)$$

Наши результаты по итогу измерений:

Результаты приведены в таблице 1

	Изм. 1	Изм. 2
$h_1, \text{ см}$	(34.6 ± 0.1)	(34.7 ± 0.1)
$h_2, \text{ см}$	(5.4 ± 0.1)	(5.2 ± 0.1)
$\Delta h_{\text{фв}}$	(29.2 ± 0.2)	(29.5 ± 0.2)
$h_3, \text{ см}$	(29.7 ± 0.1)	(29.5 ± 0.1)
$h_4, \text{ см}$	(11.0 ± 0.1)	(10.9 ± 0.1)
$\Delta h_{\text{полн}}$	(18.7 ± 0.2)	(18.6 ± 0.2)
$V_{\text{фв}}$	(1980.0 ± 50.0)	(1960.0 ± 50.0)
$V_{\text{вв}}$	(1110.0 ± 90.0)	(1150.0 ± 90.0)
$V_{\text{полн}}$	(3100.0 ± 80.0)	(3110.0 ± 80.0)

Таблица 1: Результаты измерений объёмов установки

Случайная и полная погрешность средних объёмов по формулам:

$$\sigma_{\text{случ}} = \sqrt{\frac{1}{2} \sum_{i=1}^2 (V_i - \langle V \rangle)^2}$$

$$\sigma = \sqrt{\sigma_{\text{приб}}^2 + \sigma_{\text{случ}}^2}$$

$$\langle V_{\text{фв}} \rangle = (1970 \pm 50) \text{ см}^3$$

$$\langle V_{\text{вв}} \rangle = (1130 \pm 90) \text{ см}^3$$

$$\langle V_{\text{полн}} \rangle = (3100 \pm 80) \text{ см}^3$$

3.2 Получение высокого вакуума и измерение скорости откачки

Предельное значение давления в высоковакуумной части:

$$P_{\text{пред}} = (8.0 \pm 2.4) * 10^{-5} \text{ мм.рт.ст}$$

Найдем скорость откачки по ухудшению и улучшению вакуума:

1. Сначала закроем кран диффузионного насоса и измерим ухудшение вакуума в высоковакуумной части. Дожидаемся давления $6 * 10^{-4}$ мм.рт.ст. Результаты на графике.

2. Откроем тот же кран и измерим улучшение вакуума. Результаты в таблице и на графике. Повторим измерения ещё раз (графики 8, 9).

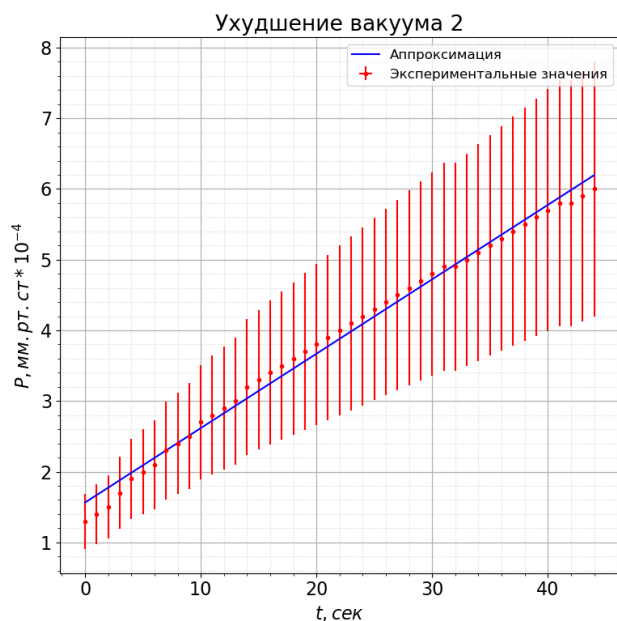


Рис. 8: Ухудшение вакуума

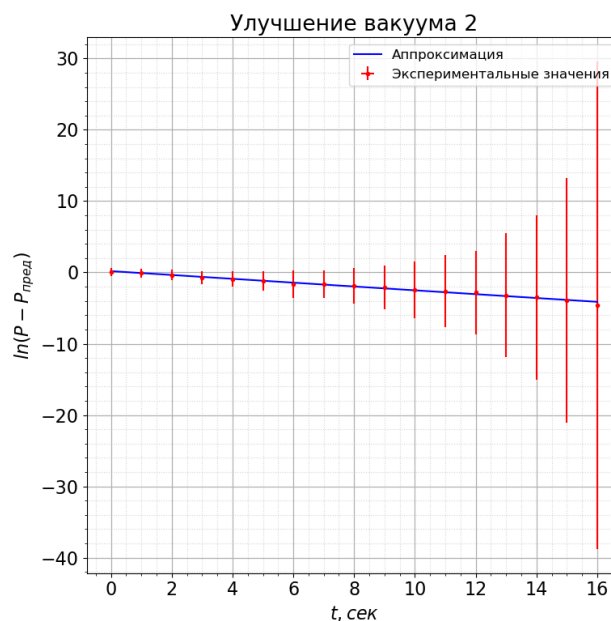


Рис. 9: Улучшение вакуума

3. Из графиков ?? и 9 по МНК получаем коэффициенты прямых:

$$k = (-0.269 \pm 0.008) \text{ с}^{-1}$$

4. Рассчитываем скорость откачки

Из формулы (2) приборная погрешность скорости откачки:

$$\sigma_W^{\text{приб}} = W \sqrt{\left(\frac{\sigma_{V_{\text{ВВ}}}}{V_{\text{ВВ}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_t}{t}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{P-P_{\text{пред}}}}{(P - P_{\text{пред}}) \ln(P - P_{\text{пред}})}\right)^2}$$

$$\sigma_W = \sqrt{\sigma_W^{\text{случ}}^2 + \sigma_W^{\text{приб}}^2} = 50 \text{ см}^3/\text{с}$$

Итого:

$$W = -k * V_{\text{ВВ}} = (230 \pm 50) \text{ см}^3/\text{с}$$

Оцениваем величину потока газа, поступающего из насоса назад в откачиваемую систему:

Воспользуемся уравнением

$$V_{\text{вв}} dP = (Q_{\text{д}} + Q_{\text{и}}) dt$$

Получаем зависимость (k - средний из двух коэффициентов наклона прямых графиков в координатах $P(t)$ при ухудшении вакуума)

$$Q_{\text{д}} + Q_{\text{и}} = k V_{\text{вв}}$$

$$k = (1.053 \pm 0.015) * 10^{-5} \text{ мм.рт.ст./с}$$

Зная также, что $P_{\text{пред}} W = Q_{\text{д}} + Q_{\text{и}} + Q_{\text{н}}$, получим

$$Q_{\text{н}} = P_{\text{пред}} W - k V_{\text{вв}} = 7 * 10^{-3} \text{ мм.рт.ст.} * \text{см}^3/\text{с}$$

$$\sigma_{Q_{\text{н}}}^{\text{приб}} = \sqrt{\left(\frac{P V_{\text{вв}}}{t}\right)^2 \left(\left(\frac{\sigma_P}{P}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{V_{\text{вв}}}}{V_{\text{вв}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_t}{t}\right)^2\right) + (P_{\text{пред}} W)^2 \left(\left(\frac{\sigma_{P_{\text{пред}}}}{P_{\text{пред}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_W}{W}\right)^2\right)}$$

$$\sigma_{Q_{\text{н}}} = 7 * 10^{-3} \text{ мм.рт.ст.} * \text{см}^3/\text{с}$$

Оцениваем пропускную способность трубки от высоковакуумного баллона до насоса:

Параметры трубки: $L = (10 \pm 0.1) \text{ см}$, $d = (0.8 \pm 0.1) \text{ см}$

$$T = (295.2 \pm 0.1) \text{ К}$$

Вычислим по формуле (5) и соответствующей формуле для приборной погрешности.

$$C_{\text{тр}} = (600 \pm 500) \text{ см}^3/\text{с}$$

Как видим, полученное значение вполне согласуется с рассчитанной ранее производительностью насоса.

Вводим искусственную течь в систему:

То есть открываем кран между форвакуумной и высоковакуумными частями установки. В результате через 3-5 минут в обеих частях установились разные давления:

$$P_{\text{уст}} = (2.0 \pm 0.6) * 10^{-4} \text{ мм.рт.ст}$$

$$P_{\text{фв}} = (1.0 \pm 0.3) * 10^{-3} \text{ мм.рт.ст}$$

Рассчитаем производительность диффузионного насоса через $P_{\text{уст}}$ и $P_{\text{фв}}$:

$$P_{\text{пред}} W = Q_1, \quad P_{\text{уст}} W = Q_1 + \frac{(PV)_{\text{кап}}}{dt}$$

$$W = \frac{C_{\text{тр}} P_{\text{фв}}}{P_{\text{уст}} - P_{\text{пред}}}$$

Аналогично предыдущим пунктам рассчитываем полную погрешность и само значение:

$$W = (5 \pm 4) \text{ л/с}$$

Напомним, что ранее мы получили производительность насоса $W = (0.23 \pm 0.05) \text{ л/с}$.

4 Вывод

Измерили объёмы форвакуумной и высоковакуумной частей установки. Определили скорость откачки системы в стационарном режиме, а также по ухудшению и по улучшению вакуума. Полученные результаты сравнимы в пределах погрешностей.