

Министерство образования и науки Российской Федерации  
Ивановский государственный химико-технологический университет

Н.В. Холодкова, И.В. Холодков

# **ТЕХНИКА ВЫСОКОГО ВАКУУМА**

Лабораторный практикум

Иваново 2014

УДК 533.5:531.78

**Холодкова, Н.В.** Техника высокого вакуума: лабораторный практикум / Н.В. Холодкова, И.В. Холодков; Иван. гос. хим.-технол. ун-т. – Иваново, 2014. – 143 с.

Лабораторный практикум включает описание 8 лабораторных работ по основным разделам лекционного курса, в которых дана в необходимом объеме теоретическая часть, методика выполнения и контрольные вопросы.

Предназначен для студентов направления подготовки «Электроника и наноэлектроника» профиля подготовки «Микроэлектроника и твердотельная электроника» и направления подготовки «Химическая технология» профиля подготовки «Технология материалов и изделий электроники и наноэлектроники» при изучении дисциплины «Техника высокого вакуума». Практикум может быть полезен и для студентов других технологических специальностей, практических инженеров.

Печатается по решению редакционно-издательского совета  
Ивановского государственного химико-технологического  
университета

**Рецензенты:**

кафедра технологии керамики и наноматериалов Ивановского государственного химико-технологического университета; доцент, кандидат технических наук А.В. Митрофанов (Ивановский государственный энергетический университет)

© Холодкова Н.В.,  
Холодков И.В., 2014

© Ивановский  
государственный  
химико-технологический  
университет, 2014

# ВВЕДЕНИЕ

## 1. Цели и принципы построения лабораторного практикума

Лабораторный практикум предназначен для студентов направления подготовки «Электроника и нанoeлектроника» профиля подготовки «Микроэлектроника и твердотельная электроника», а также направления подготовки «Химическая технология» профиля подготовки «Технология материалов и изделий электроники и нанoeлектроники» при изучении дисциплины «Техника высокого вакуума». Практикум может быть полезен и для студентов других приборных и технологических специальностей.

Сборник содержит описание 8 лабораторных работ по основным разделам лекционного курса. Описание к каждой лабораторной работе начинается теоретическим введением, содержащим материал, необходимый для понимания и сознательного выполнения работы. В описаниях приводятся принципиальные схемы установок и методики проведения эксперимента и обработки экспериментальных данных.

## 2. Порядок прохождения лабораторного практикума

Лабораторный практикум выполняется в соответствии с графиком и календарным планом, составляемым на каждый учебный год с учетом числа часов, предусмотренных в рабочем учебном плане. Каждая лабораторная работа выполняется бригадами в составе не более двух студентов.

На первом, вводном занятии до студентов доводится содержание и календарный план проведения практикума, проводится инструктаж по технике безопасности при выполнении работ с оформлением в соответствующем журнале, выдаются задания по лабораторным работам.

Перед каждой лабораторной работой студент сдает краткий коллоквиум, отражающий уровень предварительной подготовки к выполнению работы. Коллоквиум проводится в виде устного собеседования с преподавателем или путем тестирования на ПЭВМ.

### *В процессе выполнения работы студент*

- составляет план проведения эксперимента, оценивает интервал изменения измеряемых величин, выбирает количество характеристик, подлежащих измерению и число точек на кривых, обращая особое внимание на возможные немонотонности в их ходе, согласует план работы с преподавателем;

- изучает экспериментальную установку, знакомится с правилами эксплуатации всех ее элементов;
- готовит установку к работе и проверяет правильность подготовки у преподавателя или дежурного инженера;
- включает нужные приборы и выполняет запланированный объем измерений, обращая внимание на воспроизводимость результатов. Все экспериментальные данные и показания приборов заносятся в рабочий журнал без каких-либо пересчетов или преобразований;
- проводит предварительную обработку результатов эксперимента и сравнивает их с ожидаемыми. Предъявляет полученные данные преподавателю или дежурному инженеру;
- выключает установку и сдает ее дежурному инженеру.

### **3. Правила и приемы безопасной работы в лаборатории**

Студенты допускаются к работе в лаборатории после инструктажа по технике безопасности, проводимого преподавателем на вводном занятии.

Основными источниками опасности при работе в лаборатории электроники являются электроустановки и электроприборы, места электрических соединений и контактные клеммы под напряжением свыше 42 В. Электроустановки с напряжением свыше 42 В должны быть заземлены на общую шину в соответствии с правилами ПЭЭП и ПТБ. Воздействие тока, величина которого превышает 0,1 А, может оказаться смертельным. Меньшие токи могут приводить к травмам в виде электрических ожогов, электрических знаков, электрометаллизации кожи.

#### ***Перед началом работы необходимо:***

- изучить экспериментальную установку, ознакомиться с методикой выполнения работы;
- при использовании сложных электро- и радиоизмерительных приборов ознакомиться с инструкцией по их эксплуатации и придерживаться ее при включении приборов.
- убедиться, что регуляторы выходных напряжений приборов установлены на минимальные значения (обычно крайне левое положение ручки потенциометра).
- установить ручки регулировки пределов измерения на приборах в положение, соответствующее самому грубому пределу.

### ***В процессе выполнения работы необходимо:***

- строго выполнять правила техники безопасности и инструкции по эксплуатации приборов и отдельных узлов установок;
- при работе на электрооборудовании в случае временного прекращения подачи электроэнергии или при обнаружении искрения в розетках или местах соединений проводов, постороннего запаха, дыма немедленно отключить прибор и сообщить о случившемся преподавателю или дежурному инженеру;
- не допускать контакта токопроводящих элементов установок с нагретыми поверхностями;
- не оставлять работающую установку без присмотра.

### ***По окончании работы следует:***

- вывести ручки регуляторов напряжения на минимальные значения;
- выключить измерительные приборы;
- выключить установку;
- привести в порядок рабочее место и предъявить его дежурному инженеру.

## **4. Правила оформления и представления отчета**

По итогам каждой лабораторной работы оформляется отчет, который сдается преподавателю на следующем после выполнения данной работы занятии.

Отчет должен включать:

- краткое теоретическое введение, отражающее устройство, принцип действия и назначение исследуемого прибора, установки;
- схему установки и ее краткое описание;
- первичные экспериментальные данные;
- методику обработки результатов, включая оценку возможных погрешностей экспериментальных измерений;
- теоретические расчеты, анализ полученных данных и сравнение их с литературными;
- выводы;
- список использованной литературы.

## Лабораторная работа №1

# ОЗНАКОМЛЕНИЕ С ВАКУУМНЫМИ УСТАНОВКАМИ, МЕТОДИКОЙ И ПРИЕМАМИ РАБОТЫ

Конструкция вакуумной системы определяется ее назначением, однако каждая установка содержит следующие элементы:

- объем, из которого производится откачка газа;
- насосы;
- трубопроводы, соединяющие между собой отдельные части системы;
- вакуумные затворы и краны, регулирующие поток газа вдоль вакуумной системы;
- средства для измерения вакуума.

В зависимости от назначения вакуумные системы подразделяются на следующие группы:

- установки для получения среднего вакуума;
- установки для получения высокого вакуума прямоточные;
- установки для получения высокого вакуума с байпасной линией;
- установки для получения сверхвысокого вакуума.

Типичная схема установки **первой группы** представлена на рис. 1.

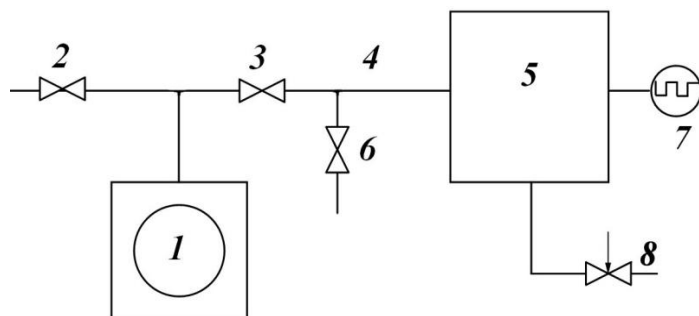


Рис. 1. Установка для получения среднего вакуума.

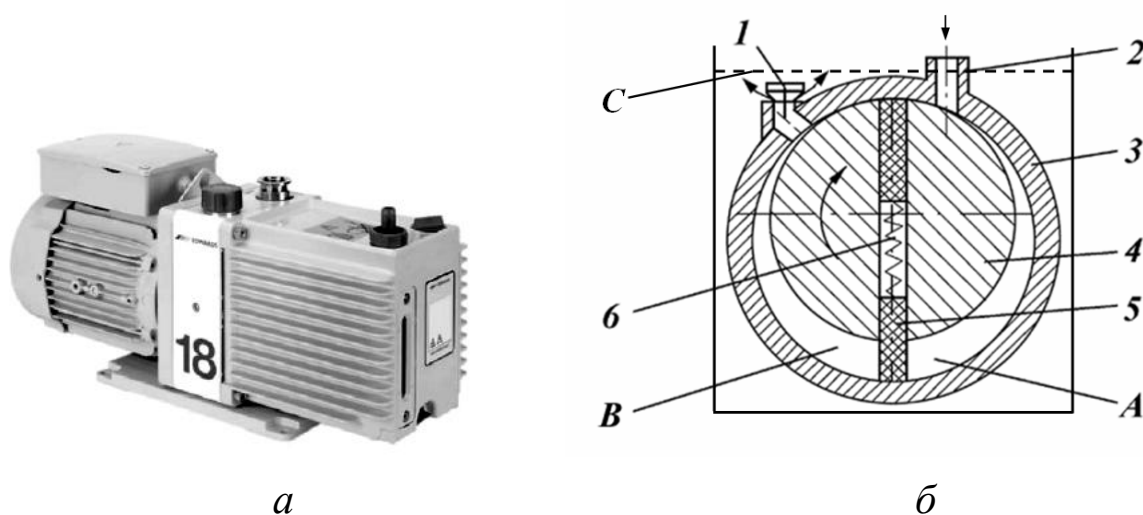
Вакуумный насос 1 соединяется с откачиваемым объектом 5 через трубопровод 4 с запорным вентилем 3. Вентиль 6 служит для напуска атмосферного воздуха в откачиваемый объем при необходимости. Вакуумная система может быть снабжена

натекателем  $\delta$  для создания регулируемого потока какого-либо газа через откачиваемый объем.

Средством измерения вакуума в таких установках служат:

- термпарные манометрические преобразователи 7;
- деформационные механические вакуумметры;
- гидростатические U-образные манометры.

Для создания вакуума в таких установках чаще всего используют механические вращательно-масляные насосы. Они делятся на пластинчато-роторные, пластинчато-статорные и золотниковые. Действие их основано на механическом всасывании газа периодически расширяющимся объемом рабочей камеры.



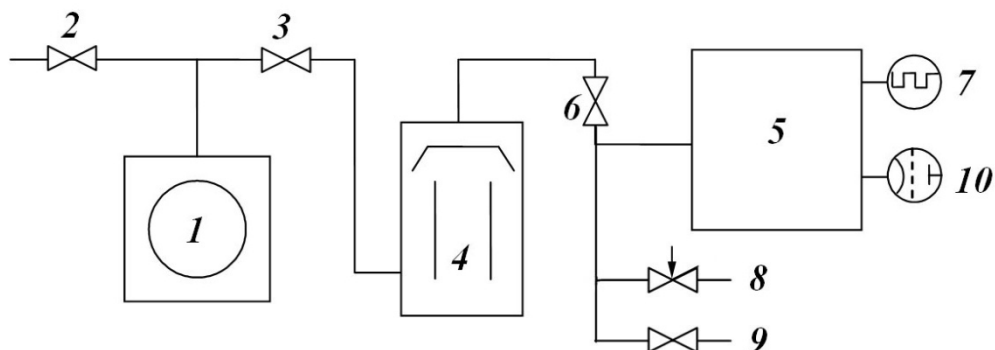
**Рис. 2.** Внешний вид (а) и схема (б) пластинчато-роторного насоса:  
*1* – выхлопной клапан, *2* – входной патрубок, *3* – статор, *4* – ротор, *5* – пластины, *6* – пружина, *A* – область разрежения (всасывания), *B* – область сжатия (выхлопа), *C* – уровень рабочей жидкости (масла).

Изменение объема достигается вращением цилиндрического ротора. Насосы начинают работать с атмосферного давления. Давление газа на выхлопе механического насоса тоже равно атмосферному. При эксплуатации механических насосов необходимо иметь в виду, что скорость откачки уменьшается с давлением, поэтому для достижения предельного давления насоса требуется значительное время. Поэтому на практике, как правило, считают работу насоса удовлетворительной, если создаваемый им вакуум находится в пределах  $10^{-2} - 10^{-3}$  мм рт. ст.

Во избежание попадания рабочей жидкости в трубопровод 4, или, что гораздо хуже, в откачиваемый объем, после окончания

процесса откачки следует закрыть запорный вентиль 3, выключить питание электродвигателя насоса и напустить атмосферный воздух в насос через вентиль 2.

Типичная схема установки **второй группы** представлена на рис. 3.



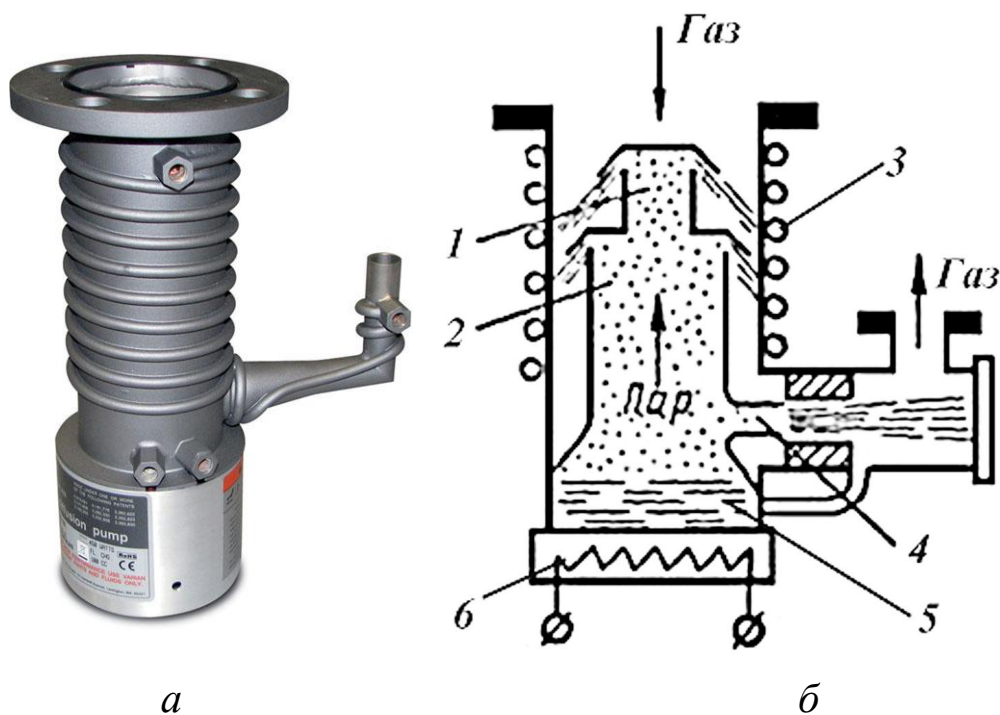
**Рис. 3.** Прямоточная установка для получения высокого вакуума.

Такие вакуумные схемы обычно применяются в тех случаях, когда процесс откачки длителен и сопровождается обезгаживанием внутренних частей вакуумной системы, активировкой катода при откачке электровакуумных приборов и т.д. В этих случаях элементы 8 и 9 могут отсутствовать.

Для создания вакуума порядка  $10^{-6} - 10^{-7}$  мм рт. ст. обычно используются диффузионные пароструйные насосы 4. В основе работы диффузионного насоса лежат следующие процессы: диффузия молекул газа из входного патрубка насоса в струю пара, увлечение его струей и удаление в форвакуум при конденсации рабочей жидкости на стенках. Диффузия газа совершается за счет разности парциальных давлений газа в объеме и струе. Предельный вакуум диффузионного насоса определяется диффузией паров рабочей жидкости и обратной диффузией газов в объем. Для обеспечения эффективной конденсации паров рабочей жидкости, стенки насоса принудительно охлаждаются проточной водой или воздухом.

Конструкция пароструйного (паромасляного насоса) представлена на рис. 4. Рабочая жидкость нагревается до кипения. Образующийся пар по паропроводу поступает к соплам первой, второй и третьей (эжекторной) ступеней и вытекает из них со скоростью, превышающей скорость звука. Откачиваемый газ поступает в насос через впускной патрубок и диффундирует в струю рабочего пара.





**Рис. 4.** Внешний вид (а) и схема (б) пароструйного насоса:

1 – первая диффузионная ступень, 2 – вторая диффузионная ступень, 3 – водяное охлаждение, 4 – эжекторная ступень, 5 – рабочая жидкость, 6 – нагреватель.

Попадая на охлаждаемую водой стенку корпуса, пар конденсируется, и конденсат стекает в кипятильник, где он вновь испаряется, т. е. в насосе обеспечивается непрерывная циркуляция рабочей жидкости. Газ, увлеченный паром, вытекающим из сопел первой ступени, отбрасывается в основном вниз и диффундирует в струи второй, а затем третьей ступени и подается к выпускному патрубку насоса, откуда он откачивается механическим форвакуумным насосом.

Давление запуска паромасляного насоса около 0,1 мм рт. ст., поэтому перед началом откачки необходимо создать предварительное разрежение в откачиваемом объеме с помощью механического насоса, которое поддерживается в течение всей работы диффузионного насоса вплоть до его отключения. Паромасляные насосы начинают работать лишь через 30–40 минут после включения нагревателя – это время необходимо для прогрева корпуса, масла и формирования рабочей струи.

Для работы диффузионного паромасляного насоса требуется непрерывное поддержание на его выходе давления не более 0,1 мм рт. ст. при помощи механического насоса. Попадание

атмосферного воздуха в работающий диффузионный насос может привести к окислению и осмолению масла и ухудшению характеристик насоса вплоть до полного выхода его из строя.

Для измерения давления ниже  $10^{-3}$  мм рт. ст. используется ионизационный манометрический преобразователь 10.

В зависимости от величины давления в откачиваемом объеме 5 порядок работы на установке может быть следующим:

а) *Давление в объеме 5 равно атмосферному*

Закрывать вентиль 2, открыть вентили 3 и 6, включить электродвигатель механического насоса. При понижении давления (которое измеряется только термодинамическим преобразователем 7) в объеме до  $10^{-1}$  мм рт. ст. включают охлаждение пароструйного насоса и его нагреватель. По мере разогрева масла и формирования паровой струи, давление в откачиваемом объеме начнет понижаться и достигнет предельного. При понижении давления в объеме ниже  $10^{-3}$  мм рт. ст. можно включить ионизационный манометрический преобразователь 10.

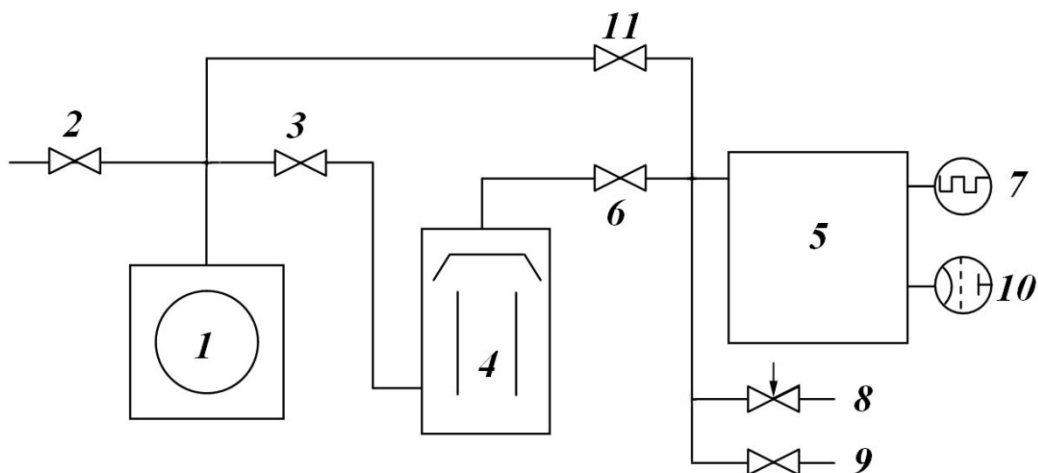
б) *Давление в объеме 5 ниже атмосферного*

В этом случае необходимо измерить величину давления термодинамическим преобразователем и если оно ниже  $10^{-1}$  мм рт. ст., закрыть вентиль 2, включить механический насос, охлаждение пароструйного насоса, нагреватель пароструйного насоса и открыть вентиль 3. Через 30–40 минут открыть вентиль 6 и производить откачку объема пароструйным насосом.

Примечание для случая а). Откачку объемов с очень малым натеканием рекомендуется проводить следующим образом. При достижении в объеме 5 давления  $10^{-1}$  мм рт. ст., на время разогрева паромасляного насоса следует закрыть вентиль 6. В этом случае при разогреве рабочей жидкости легкокипящие фракции не попадут в откачиваемый объем.

Для выключения установки необходимо сначала выключить ионизационный преобразователь вакуумметра и закрыть вентиль 6. Выключить нагреватель паромасляного насоса и через 30–40 минут закрыть вентиль 3, выключить двигатель механического насоса.

Выключить охлаждение пароструйного насоса и напустить атмосферный воздух в механический насос, открыв вентиль 2. Типичная схема установки **третьей группы** представлена на рис. 5.



**Рис. 5.** Установка для получения высокого вакуума с байпасной линией.

Такие вакуумные схемы применяют в тех случаях, когда в течение рабочего дня необходимо проводить несколько циклов откачки (установки термического и ионного получения пленок, установки плазмохимической обработки и т.п.).

При первом цикле откачки порядок работы тот же, что и на прямоточной установке (рис. 3). Обратите внимание лишь на вентиль байпасной линии 11, который должен быть закрыт. После достижения необходимого вакуума и проведения технологического процесса в объеме 5, необходимо разгерметизировать его и извлечь готовые образцы. Для этого необходимо закрыть вентиль 6 и напустить атмосферный воздух в объем 5, открыв вентиль 9. Для следующего цикла откачки следует закрыть вентиль 9, закрыть вентиль 3 и открыть байпасный вентиль 11. Откачать объем до давления запуска паромасляного насоса (до  $10^{-1}$  мм рт. ст.), закрыть вентиль 11 и открыть вентили 3 и 6.

Для создания регулируемого потока газа через объем 5, вакуумная установка может быть снабжена натекателем 8.

**Внимание!** Перед напуском атмосферного воздуха в объем 5 необходимо выключать ионизационный манометрический преобразователь 10.

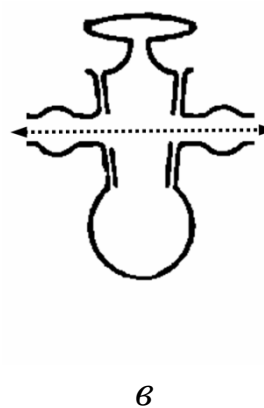
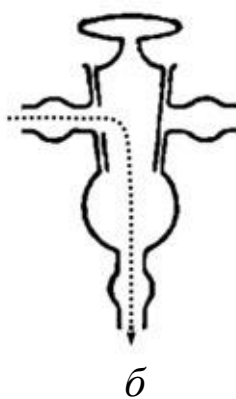
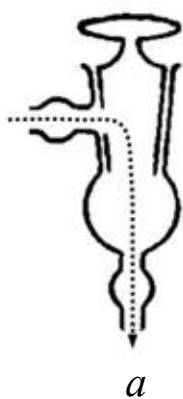
Порядок выключения установки тот же, что и в прямоточной системе.

Установки **четвертой группы** сверхвысокого вакуума (ниже  $10^{-8}$  мм рт. ст.) могут конструироваться как по прямоточной схеме, так и по схеме с байпасной линией. Отличие от установок для получения высокого вакуума состоит в следующем:

1. Для достижения сверхвысокого вакуума используют другие типы высоковакуумных насосов (ионно-сорбционные, турбомолекулярные и криогенные);
2. Между высоковакуумным насосом и откачиваемым объемом в трубопровод включается какая-либо ловушка для уменьшения обратного потока газа;
3. Коммутирующая аппаратура и трубопроводы изготавливаются цельнометаллическими, что позволяет проводить процесс обезгаживания путем прогрева до 200-400 °С;
4. Используют специальные манометрические преобразователи.

### *Коммутирующие элементы*

На стеклянных установках коммутирующими элементами являются краны, предназначенные для регулирования режима работы установки. Краны имеют пришлифованные стеклянные поверхности, на которые наносится смазка с низким давлением паров. Назначение смазки – уменьшить коэффициент трения при вращении крана и обеспечить герметизацию. В лабораторных установках используются в основном три типа кранов: проходные, угловые и трехходовые. Например, в установках на рис. 3 и 5 два проходных крана 2 и 3 можно было при необходимости заменить одним трехходовым краном.



**Рис. 6.** Виды вакуумных стеклянных кранов:  
*а* – угловой, *б* – трехходовой, *в* – проходной.

Пробки вакуумных кранов полые, благодаря чему они плотно прижимаются к муфтам под действием атмосферного давления. При этом угловые краны более целесообразно использовать для соединения установки с атмосферой, чем проходные.

### ***Вакуумметры***

Каждая вакуумная установка оснащена приборами для измерения вакуума – *вакуумметрами*, которые разделяются на следующие группы:

- *деформационные* вакуумметры, в которых в качестве чувствительного элемента используется трубчатая пружина, мембрана или сильфон, деформирующиеся под действием разности давлений с противоположных сторон элементов;
- *гидростатические* вакуумметры, непосредственно измеряющие давление как разность уровней жидкости в сообщающихся сосудах (к этой группе относятся U-образные с открытой и закрытой трубкой, чашечные, поплавковые и колокольные вакуумметры, микровакуумметры с наклонной трубкой);
- *компрессионные* вакуумметры, действие которых основано на изотермическом сжатии идеального газа (манометры Мак-Леода);
- *тепловые* вакуумметры, в которых используется измерение теплопроводности газов в зависимости от давления; подразделяются на термопарные и вакуумметры сопротивления;
- *ионизационные* вакуумметры, использующие явление ионизации остаточного газа потоком электронов, испускаемых накаливаемым катодом (электронные ионизационные вакуумметры), или альфа-частицами, получаемыми радиоактивным препаратом (радиоактивные ионизационные вакуумметры). Ионный ток в этих приборах служит мерой молекулярной концентрации, т. е. давления газа;
- *электроразрядные магнитные* вакуумметры, в которых мерой давления служит ток разряда, возникающий при низких давлениях под действием электрического и магнитных полей

(разновидностью вакуумметров этого класса являются магнетронный и инверсно-магнетронный вакуумметры).

Области давлений, измеряемые различными вакуумметрами, приведены в таблице 1.

Таблица 1

Низкий вакуум, мм рт.ст.			Средний вакуум, мм рт.ст.				Высокий вакуум, мм рт.ст.				Сверхвысокий вакуум, мм рт.ст.			
760	10 <sup>2</sup>	10 <sup>1</sup>	10 <sup>0</sup>	10 <sup>-1</sup>	10 <sup>-2</sup>	10 <sup>-3</sup>	10 <sup>-4</sup>	10 <sup>-5</sup>	10 <sup>-6</sup>	10 <sup>-7</sup>	10 <sup>-8</sup>	10 <sup>-9</sup>	10 <sup>-10</sup>	10 <sup>-11</sup>
			<i>Гидростатические</i>											
			<i>Деформационные</i>											
			<i>Компрессионные</i>											
			<i>Тепловые</i>											
							<i>Ионизационные</i>							
											<i>Электроразрядные</i>			
											<i>Инверсно-магнетронные</i>			

Наиболее распространенным отечественным измерительным прибором является вакуумметр ВИТ-3 (рис. 7), работающий совместно с термопарным и ионизационным датчиками, комбинация которых позволяет охватить диапазон измеряемых давлений от 10<sup>-1</sup> до 10<sup>-7</sup> мм рт.ст. Инструкции по работе с вакуумметрами ВТ-1А, ВТ-2, ВИТ-2 и ВИТ-3 приведены в Приложении 1.



Рис. 7. Внешний вид вакуумметра ВИТ-3.

**Термопарные датчики ПМТ-2, ПМТ-4М** (*ПМТ* – преобразователь манометрический термопарный) предназначены для измерения давления в диапазоне  $10^{-1} - 10^{-3}$  мм рт. ст. Внешний вид датчика представлен на рис. 5 описания к лабораторной работе № 8.

Принцип действия манометра основан на зависимости теплопроводности газа от давления. Манометрический преобразователь состоит из платиновой нити, нагреваемой электрическим током до температуры 40–160 °С, и хромель-копелевой термопары, измеряющей температуру нити. Увеличение давления газа приводит к увеличению количества тепла, отводимого от платиновой нити путем теплопроводности через газ. Температура нити при этом уменьшается. Очевидно, что термо-ЭДС будет зависеть от давления лишь в некоторых пределах, ограниченных с одной стороны соотношением длины свободного пробега молекул и размерами прибора, а с другой стороны малым вкладом теплопроводности через газ по сравнению с другими видами тепловых потерь. На нижней границе измеряемых давлений, т.е. при давлении  $10^{-4}$  мм рт. ст., температура нити и термо-ЭДС будут наибольшими. Максимальная термо-ЭДС при рабочем токе подогревателя лампы ПМТ-2 равна 10 мВ.

К каждой манометрической лампе прилагается усредненная градуировочная кривая, пример которой приведен в Приложении 1. Чтобы иметь возможность пользоваться этой кривой, необходимо правильно подобрать ток накала подогревателя. Из-за индивидуальных особенностей каждой лампы этот ток находится в пределах 90–150 мА и может меняться с течением времени

(например, из-за загрязнения термопары и т.д.). Поэтому в паспорте термопарного манометра ток накала не указывается.

Подбор тока накала для диапазона давлений  $10^{-1}$ – $10^{-3}$  мм рт. ст. можно произвести, пользуясь тем обстоятельством, что термо-ЭДС достигает максимального значения при давлении  $10^{-4}$  мм рт. ст. и при дальнейшем уменьшении давления не изменяется.

Усредненная градуировочная кривая, прилагаемая к каждой манометрической лампе, соответствует наполнению манометра сухим воздухом. Поскольку коэффициент теплопроводности различен для разных газов, то и показания термопарного манометра зависят от рода газа. Пересчетные коэффициенты для различных газов приведены в таблице 2.

Пересчет производится по формуле:

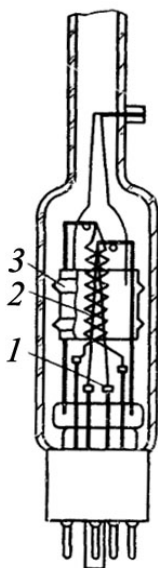
$$P_{\Gamma} = q_{\Gamma} \cdot P_{\text{в}},$$

где  $P_{\text{в}}$  – давление по сухому воздуху,  $q_{\Gamma}$  – коэффициент чувствительности.

Таблица 2

Газ	Воздух	H <sub>2</sub>	He	Ne	Ar	CO	CO <sub>2</sub>	Kr
$q_{\Gamma}$	1	0,67	1,12	1,31	1,56	0,97	0,94	2,30

**Ионизационные датчики ПМИ-2, ПМИ-10** (ПМИ – преобразователь манометрический ионизационный) предназначены для измерения давления газов в интервале  $10^{-3}$  –  $10^{-7}$  мм рт. ст. Принцип работы манометра основан на ионизации молекул газа



электронами, испускаемыми вольфрамовым термокатодом (рис. 8). Ионный ток во всем диапазоне измерений линейно пропорционален давлению.

Верхний предел измеряемых давлений определяется быстрой потерей эмиссионной способности катода при больших давлениях. Нижний предел зависит от величины фоновых токов, вызванных рентгеновским излучением сетки и фотоэлектронной эмиссией с коллектора. Показания ионизационного манометра зависят от рода газа. Шкала манометра проградуирована по

**Рис. 8.** Датчик ПМИ-2.  
1 – катод, 2 – анод (сетка), 3 – коллектор ионов.



сухому воздуху (азоту), пересчетные коэффициенты для определения давления других газов приведены в таблице 3.

Пересчет производится по формуле:

$$P_{\Gamma} = P_{\text{в}}/k_{\Gamma},$$

где  $P_{\text{в}}$  – давление по сухому воздуху,  $k_{\Gamma}$  – коэффициент чувствительности.

Таблица 3

Газ	Воздух	H <sub>2</sub>	He	Ne	Ar	Kr	Xe
$k_{\Gamma}$	1	0,47	0,18	0,25	0,31	1,98	2,71

### **Экспериментальная установка, правила ее эксплуатации**

Лабораторная работа может выполняться на любой вакуумной установке с механическим и пароструйным насосами, термopарным и ионизационным вакуумметрами. Рассмотрим общие правила эксплуатации вакуумных установок.

Механический насос можно включать при атмосферном давлении. При пуске насоса в работу целесообразно два-три раза включить и тут же выключить двигатель насоса и только после этого включить его в непрерывный режим. Термopарный вакуумметр можно включать при любом давлении, но перед измерением нужно проверить соответствие тока накала нити рабочему току и, если это необходимо, установить правильное значение тока накала.

Пароструйный насос разрешается включать при давлении в системе не более  $10^{-1}$  мм рт. ст. При включении нагревателя пароструйного насоса необходимо включить охлаждение стенок насоса. Пароструйный насос начинает работать через 30–40 минут после включения подогревателя. В этот период давление в системе может несколько увеличиваться вследствие газовой выделенной при нагревании масла.

После выключения пароструйного насоса полное охлаждение масла происходит через 20-30 минут, все это время необходимо вести откачку диффузионного насоса при помощи механического насоса. Механический насос и охлаждающую воду можно выключить **только через 30 минут** после выключения подогревателя пароструйного насоса.

При установлении в вакуумной системе давления ниже  $10^{-3}$  мм рт. ст. для измерения вакуума пользуются ионизационным

манометром. Ионизационный манометр можно включать *только при давлении ниже  $10^{-3}$  мм рт. ст.* При более высоких давлениях происходит интенсивное окисление вольфрамового катода вплоть до его сгорания. Соединение работающей ионизационной лампы с атмосферой вызывает мгновенное сгорание катода.

*Выключение установки всегда следует начинать с выключения ионизационного манометра.*

**Цель данной работы** – ознакомление с устройством вакуумной установки и методикой работы на ней; получение кривых откачки и натекания.

## ***Порядок выполнения работы***

1. Изучить вакуумную установку, уяснить назначение отдельных ее элементов, изучить правила пользования приборами, имеющимися на установке.
2. Включить термодарный вакуумметр и установить рабочий ток накала, указанный непосредственно на лампе.
3. Включить механический насос, открыть краны, соединяющие насос с объектом и записывать изменение давления во времени до установления постоянного его значения.
4. Включить нагреватель пароструйного насоса и охлаждающую воду и продолжать измерение давления во времени по термодарному вакуумметру до установления в системе давления  $10^{-3}$  мм рт. ст.
5. Включить ионизационный вакуумметр и измерять зависимость давления от времени до установления постоянного давления. Проверить герметичность вакуумной системы, для чего отключить объект от насоса и записывать изменение давления во времени. Если давление возрастает до  $10^{-3}$  мм рт. ст., необходимо выключить ионизационную лампу и измерять давление термодарным манометром.
6. Выключить установку в следующей последовательности: а) ионизационный манометр; б) пароструйный насос; в) через 30 минут охлаждающую воду, механический насос и термодарный вакуумметр.

### **Контрольные вопросы:**

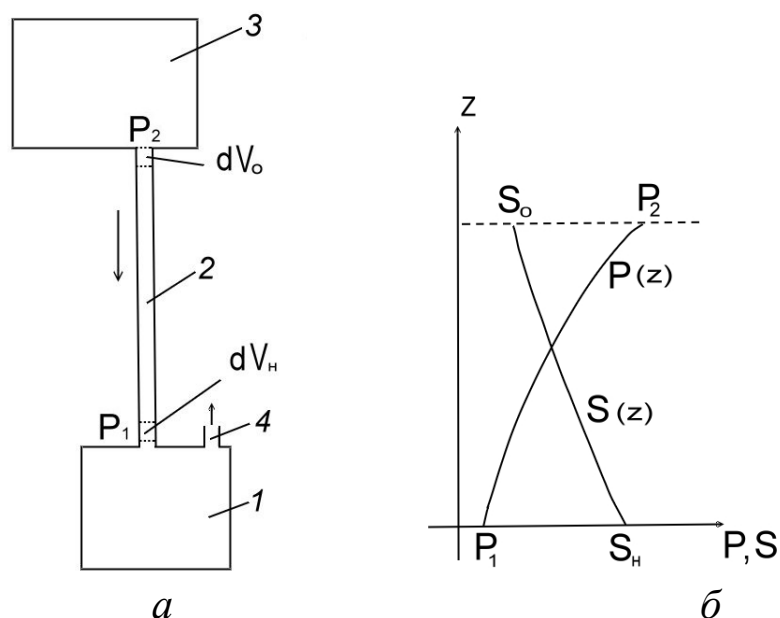
1. Механические насосы: принцип действия и правила эксплуатации.
2. Пароструйные диффузионные насосы: принцип действия и правила эксплуатации.
3. Термодарный вакуумметр: устройство и принцип действия, пределы измерений, установка рабочего тока накала, правила эксплуатации.
4. Ионизационный вакуумметр: устройство и принцип действия, пределы измерений, правила эксплуатации.
5. Порядок включения, эксплуатации и выключения вакуумных установок.

## Лабораторная работа № 2

# ИСПЫТАНИЕ МЕХАНИЧЕСКОГО НАСОСА

### Процесс откачки и понятие быстроты действия

Для создания разрежения в каком-либо вакуумном приборе, который обычно представляет собой стеклянный или металлический баллон, из него нужно удалить часть газа. Для удаления газа необходимо иметь в своем распоряжении простейшую вакуумную систему (рис. 1), которая должна состоять, по крайней мере, из трех элементов: откачного средства 1 (вакуумного насоса), вакуумпровода 2, соединяющего насос с откачиваемым объемом, и откачиваемого объема 3.



**Рис. 1.** Схема простейшей откачной системы (а) и ход изменения параметров  $S$  и  $P$  вдоль вакуумпровода (б).

До начала откачки давление во всех ее частях одинаково и газ в целом остается неподвижным. Включение откачивающего устройства, работа которого основана на принципе непрерывного выбрасывания порций газа через выпускной патрубок 4 в атмосферу, приведет к тому, что на место удаленного газа будет непрерывно поступать газ по вакуумпроводу из откачиваемого объекта, и количество его в системе будет непрерывно уменьшаться. Поскольку объем системы и температура газа остаются неизменными, то уменьшение его количества вызовет

понижение давления, величину которого можно определить, применив уравнение Менделеева-Клапейрона,

$$P_1 = \frac{N_1}{N_0} \cdot P_0, \quad (1)$$

где  $P_0$ ,  $P_1$  и  $N_0$ ,  $N_1$  – начальное и конечное давления и количества молекул в откачиваемом объеме.

Понижение давления, описываемое выражением (1), соответствует статистическому состоянию, когда из вакуумной системы удалено  $N_0 - N_1$  молекул газа. Но так как процесс откачки идет непрерывно, в вакуумпроводе у входного патрубка вакуумного насоса давление  $P_1$  будет ниже, чем давление  $P_2$  на другом его конце у откачиваемого объекта. Следовательно, в динамическом режиме (процесс откачки не прекращается) на концах вакуумпровода создается и поддерживается разность давлений  $P_2 - P_1$ , которая называется **движущей разностью давлений**. Она возникает из-за того, что вакуумпровод оказывает сопротивление потоку газа, подобно сопротивлению проводника электрическому току. Поэтому движущую разность давлений по формальной аналогии с законом Ома можно назвать падением давления вдоль вакуумпровода.

Введя понятие **потока**  $Q$  как количества газа, проходящего через поперечное сечение вакуумпровода за единицу времени, сопротивление вакуумпровода  $R$  можно выразить через параметры  $Q$  и  $P_2 - P_1$

$$R = \frac{P_2 - P_1}{Q}. \quad (2)$$

Однако в вакуумной технике удобнее пользоваться не сопротивлением вакуумпровода, а величиной, обратной сопротивлению, которую называют **пропускной способностью** или **проводимостью**  $U$ . Тогда

$$U = \frac{Q}{P_2 - P_1}. \quad (3)$$

Таким образом, пропускная способность характеризуется количеством газа, протекающего через любое сечение вакуумпровода за единицу времени при движущей разности

давлений, равной единице. Пропускная способность зависит от режимов течения газа и геометрических размеров трубопровода.

Для количественной характеристики степени улучшения вакуума в откачиваемой системе пользуются такими параметрами, как быстрота действия насоса  $S_n$  и быстрота откачки объема  $S_o$ .

**Быстрота действия насоса** определяется объемом газа, поступающего в единицу времени из вакуумпровода в насос при впускном давлении  $P_1$ , т.е.:

$$S_n = - \left. \frac{dV_n}{d\tau} \right|_{P_1}, \quad (4)$$

где  $dV_n$  – бесконечно малый объем газа, входящего в насос при давлении  $P_1$  за бесконечно малый промежуток времени  $d\tau$ . Переход к бесконечно малым  $dV_n$  и  $d\tau$  связан с тем, что быстрота действия большинства вакуумных насосов зависит от давления, которое в свою очередь изменяется во времени, а знак минус в выражении (4) означает процесс разрежения, а не сжатия газа.

В вакуумпроводе с сопротивлением  $R$  скорость снижения давления у откачиваемого объекта будет меньше, чем у входа в насос. Следовательно, эффективность насоса не будет полностью использоваться, поэтому приходится вводить понятие **быстроты откачки объема  $S_o$** . По аналогии с уравнением (4) можно записать:

$$S_o = - \left. \frac{dV_o}{d\tau} \right|_{P_2}. \quad (5)$$

Это выражение также описывает изменение объема газа, поступающего за единицу времени из откачиваемого объекта в вакуумпровод при давлении  $P_2$  в откачиваемом объеме. Параметры  $S_n$  и  $S_o$  измеряются в  $\text{см}^3/\text{с}$ , л/с и т.п.

Количество газа, проходящего через любое сечение вакуумпровода за единицу времени, есть величина постоянная. Поэтому количественно поток  $Q$  может быть записан в виде:

$$Q = P \cdot \frac{V}{\tau}, \quad (6)$$

где  $P$  – давление газа в каком-либо сечении вакуумпровода,  $V$  – объем газа, проходящего через то же сечение за время  $\tau$ .

Применив уравнение (6) к сечению входного патрубка насоса, получаем:

$$Q = P_1 \cdot \frac{V_n}{\tau} = P_1 \cdot S_n. \quad (7)$$

Можно также ввести понятие быстроты действия вакуумной системы  $S$  в любом ее сечении, где измерено давление  $P$ . Тогда аналогично уравнению (7)

$$Q = P \cdot S. \quad (8)$$

Из выражения (8) следует, что, зная поток газа  $Q$ , можно определить быстроту откачивающего действия в любом сечении вакуумной системы, если известно давление в этом месте. Воспользовавшись выражениями (3) и (8), находим:

$$\frac{1}{S_o} = \frac{1}{U} \cdot \frac{P_2}{P_2 - P_1} \qquad \frac{1}{S_n} = \frac{1}{U} \cdot \frac{P_1}{P_2 - P_1}. \quad (9)$$

Вычитая из первого равенства второе и решая относительно  $1/S_o$ , получим **основное уравнение вакуумной техники**

$$\boxed{\frac{1}{S_o} = \frac{1}{U} + \frac{1}{S_n}}, \quad (10)$$

где  $U$  – пропускная способность вакуумпровода, соединяющего насос с откачиваемым объемом.

Уравнение (10) показывает насколько фактическая быстрота откачки  $S_o$  отличается от быстроты действия насоса  $S_n$ , которая имела бы место в отсутствие вакуумпровода.

### ***Основные параметры вакуумных насосов***

**Коэффициент использования насоса  $K_u$**  – отношение быстроты откачки к скорости действия насоса.

$$K_u = \frac{S_o}{S_n}$$

**Производительность насоса** – поток газа, проходящий через входное сечение насоса.

**Давление запуска  $P_z$**  – это максимальное давление во входном сечении вакуумного насоса, при котором насос может начать работу.

По этому параметру все насосы можно подразделить на две большие группы:

- а) насосы, которые откачивают пары и газы из объема с первоначальным атмосферным давлением; к ним относятся механические вакуумные, парожетторные, водоструйные и подобные им насосы;
- б) насосы, которые для своей работы требуют предварительного разрежения всей вакуумной системы, включая и сам насос; к ним относятся молекулярные, сорбционные и другие насосы. Предварительное разрежение для этих насосов обычно создается насосами первой группы, для которых наибольшее давление запуска  $P_z$  равно атмосферному. Для удобства эксплуатации насосов второй группы их часто объединяют в агрегаты с насосами первой группы.

**Наибольшее выпускное давление  $P_{вых}$**  – давление в выходном сечении вакуумного насоса, при котором насос еще может нормально работать. Этот параметр особенно важен для высоковакуумных диффузионных насосов, у которых превышение наибольшего выпускного давления  $10^0 - 10^{-1}$  мм рт. ст может привести к разрушению паровой струи и заносу большого количества пара в откачиваемый объем и, следовательно, к прекращению нормальной работы насоса. Отметим, что наибольшее выпускное давление диффузионных насосов практически совпадает с давлением запуска.

**Наибольшее рабочее давление насоса  $P_b$**  – это максимальное давление, при котором насос длительное время сохраняет номинальную быстроту действия. Для насосов предварительного разрежения наибольшее рабочее давление равно давлению запуска (атмосферное давление).

**Наименьшее рабочее давление насоса  $P_a$**  – это минимальное давление, при котором насос длительное время сохраняет номинальную быстроту действия. В рабочем диапазоне от наименьшего до наибольшего рабочего давления обеспечивается эффективное использование насоса. Рабочие диапазоны давлений вакуумных насосов в основном определяются их принципом действия и приближенно показаны в таблице.

**Предельное остаточное давление  $P_{np}$**  – предельно низкое давление, которое достигается насосом при работе без нагрузки, т.е. когда на вход насоса не поступают извне газы или пары.



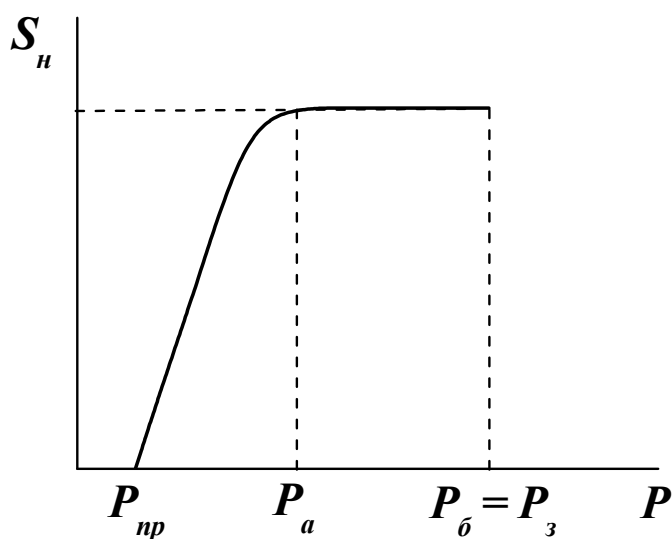
Таблица

Низкий вакуум, мм рт. ст.			Средний вакуум, мм рт. ст.				Высокий вакуум, мм рт. ст.				Сверхвысокий вакуум, мм рт. ст.			
760	$10^2$	$10^1$	$10^0$	$10^{-1}$	$10^{-2}$	$10^{-3}$	$10^{-4}$	$10^{-5}$	$10^{-6}$	$10^{-7}$	$10^{-8}$	$10^{-9}$	$10^{-10}$	$10^{-11}$
<i>Адсорбционные и криогенные*</i>														
<i>Магнитные электроразрядные</i>														
<i>Ионно-сорбционные</i>														
<i>Турбомолекулярные</i>														
<i>Паромасляные диффузионные</i>														
<i>Паромасляные эжекторные</i>														
<i>Двухроторные (насос Рутса)</i>														
<i>Вращательные пластинчатые</i>														
<i>Спиральные</i>														
<i>I</i>														

Примечание: \* диапазон рабочих давлений определяется величиной откачиваемого объема; *I* – водокольцевые насосы.

Полное предельное остаточное давление газа и паров измеряют обычно у насосов объемного действия. Для этого производят откачку измерительной камеры до тех пор, пока в ней установится, так называемое равновесное давление, т.е. такое давление, которое затем в течение следующих 3 часов изменится не более чем на 10%. Это установившееся равновесное давление и принимается за предельное остаточное давление насоса.

Измерение предельного остаточного давления газов у насосов других типов производится аналогичным образом с той лишь разницей, что перед манометрическим преобразователем, как



**Рис. 2.** Основная характеристика механического насоса

правило, устанавливают азотную ловушку и до измерений проводят обезгаживание насоса и измерительной камеры.

Параметры вакуумных насосов показаны на основной характеристике вакуумного насоса — зависимости быстроты действия насоса от давления на входе (рис. 2).

## Вращательные пластинчатые насосы

Свое название пластинчатые насосы получили из-за наличия в их конструкции пластин, которые в одном типе насосов вращаются вместе с ротором (пластинчато-роторные), а в другом – расположены в статоре (пластинчато-статорные насосы).

**Пластинчато-роторный насос** состоит из цилиндрического ротора 2 (рис. 3), ось вращения которого расположена эксцентрично относительно оси статора 1 так, что ротор и статор касаются друг друга в верхней точке по образующей. Ротор по диаметру имеет прорезь (проем), в которую помещены две пластины 6 и 7, прижимаемые к цилиндрической поверхности статора пружиной 8. Кроме того, в корпусе статора имеются входное отверстие 11 и выпускной канал, в котором смонтирован клапан 9. Таким образом, ротор, статор и пластины создают три объема 3, 4, 5.

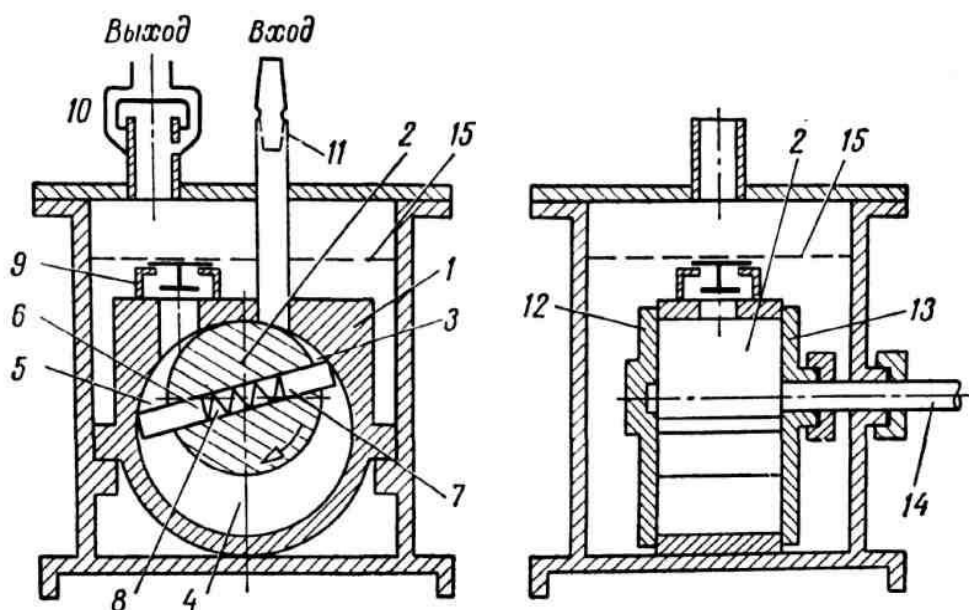


Рис. 3. Пластинчато-роторный насос.

Объем 3, расположенный со стороны входного отверстия, называется *полостью впуска*; объем 4, отделенный пластинами от входного и выходного отверстий – *полостью переноса* и объем 5 – *полостью выпуска*.

При вращении роторов в направлении, указанном стрелкой, объем полости 3 увеличивается и происходит всасывание газа, а полость выпуска уменьшается, что приводит к сжатию газа и выталкиванию его наружу. После того как пластина 6 пройдет выпускное отверстие, полость переноса становится полостью

выпуска, а всасывание еще продолжается. Когда же пластина б пройдет общую образующую и выходное отверстие, полость всасывания переходит в полость переноса и процесс начинается заново.

Объемы, расположенные между общей образующей и отверстиями в статоре, являются «вредными» пространствами. Вредность пространства у выходного отверстия заключается в том, что в нем газ сильно сжат, в то время как в полости всасывания создается разрежение, в результате чего возможен прорыв газа в откачиваемую систему.

Трущиеся поверхности пластинчатых насосов должны быть хорошо обработаны и нуждаются в постоянной смазке. Смазка, кроме того, служит для заполнения пространства 5 в конце сжатия. Это необходимо для открытия выпускного клапана, когда вакуум, создаваемый насосом, приближается к предельному и давление сжатого газа недостаточно для открытия выхлопного канала.

Предельный вакуум, создаваемый пластинчато-роторными насосами, зависит не только от величины вредного пространства, но также от качества обработки поверхностей, их смазки и сорта масла. Обычно для одной ступени предельный вакуум достигает значения  $10^{-1} - 10^{-2}$  мм рт. ст.

Для получения лучшего предельного вакуума применяют последовательное соединение двух насосов, как показано на рис. 4. Они выполняются в одном блоке, и тогда насос называется *двухступенчатым*. Для двухступенчатых насосов предельное давление около  $10^{-3}$  мм рт. ст. Для увеличения быстроты откачки вакуумной системы допускается параллельное включение механических насосов.

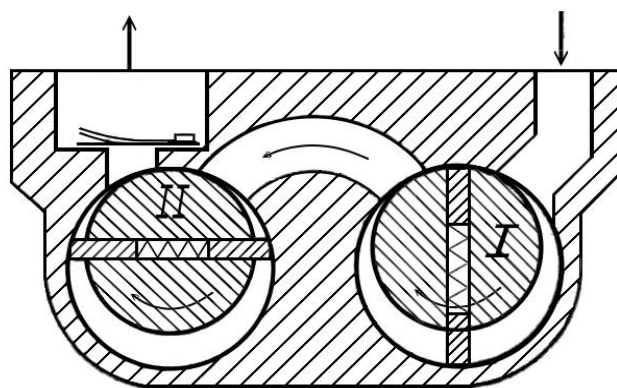
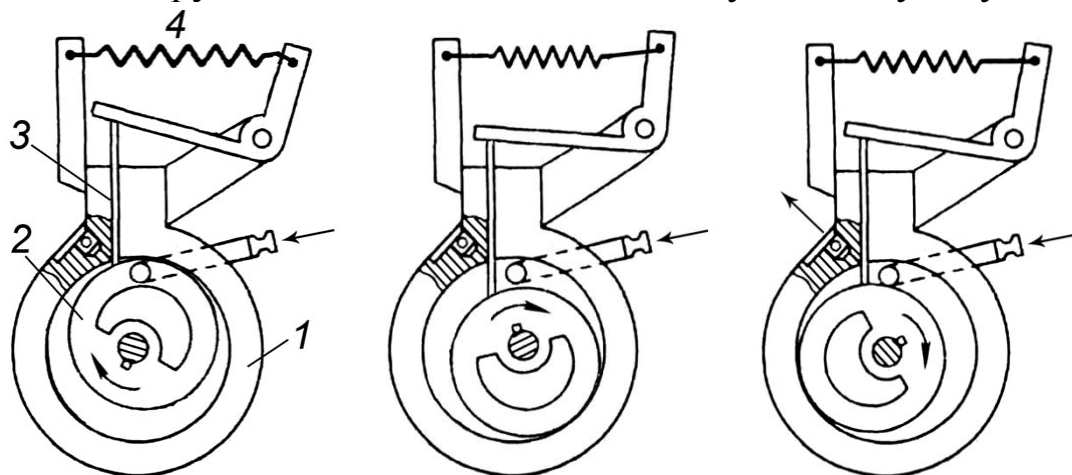


Рис. 4. Схема двухступенчатого насоса.

В **пластинчато-статорном насосе** пластина 3 расположена в статоре 1 (рис. 5). Так как ротор 2 насажен эксцентрически по отношению к камере и вращается вокруг оси симметрии в цилиндрической полости статора, пластина под действием пружины 4 может совершать возвратно-поступательные движения, разделяя камеру на две полости: всасывающую и выпускную.



**Рис. 5.** Схема работы пластинчато-статорного насоса.

К основным преимуществам пластинчато-статорных насосов относятся малый объем вредного пространства у выходного отверстия и меньшее количество таких мест внутри насоса, через которые газ смог бы просачиваться в откачиваемую систему.

### ***Принцип газового балласта***

Вращательные механические насосы непригодны для эффективной откачки объемов, содержащих значительные количества конденсирующихся паров, так как последние не подчиняются закону Бойля-Мариотта. При сжатии давление пара остается постоянным, а его излишек переходит в жидкую фазу и, смешиваясь с маслом, образует эмульсию. Поэтому через выхлопной клапан насоса выбрасывается увлажненный сжатый воздух, а основная масса пара, попавшего в насос, остается в сконденсированном состоянии в виде масло-жидкостной эмульсии или растворяется в масле, что приводит к быстрому ухудшению предельного давления насоса.

Были предложены различные методы устранения этого недостатка, например, нагревание масла, центрифугирование. Наиболее удобной оказалась продувка газа с использованием газобалластного устройства, которое устанавливается в корпусе

насоса и может быть по необходимости открыто или закрыто. В таких насосах пары не конденсируются вследствие того, что в определенный момент рабочего цикла в камеру насоса подается атмосферный воздух, и степень сжатия газопаровой смеси значительно снижается. Рассмотрим для примера работу газобалластного пластинчато-роторного насоса (рис. 6).

Для впуска балластного газа используется добавочное отверстие  $D$ , находящееся перед выхлопным клапаном. Когда пластина проходит отверстие  $D$ , в область переноса впрыскивается некоторое количество воздуха при атмосферном давлении. При этом выхлопной клапан откроется до того, как произойдет конденсация паров.

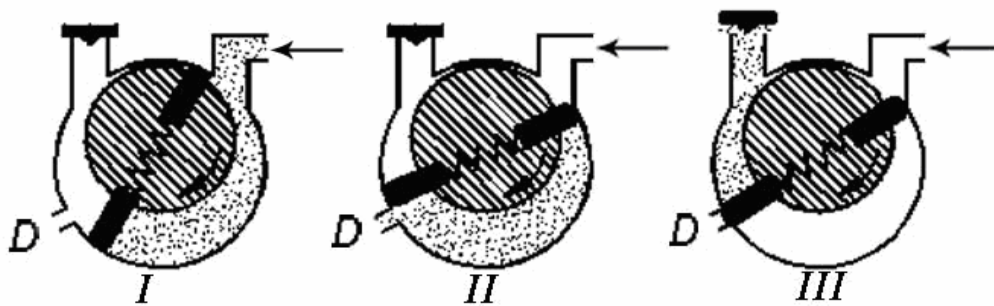


Рис. 6. Схема работы газобалластного насоса.

В вакуумных насосах с продувкой степень сжатия за счет газового балласта снижается до 10 (вместо  $10^3$ ), поэтому такие насосы в состоянии откачивать пары воды при парциальных давлениях до нескольких десятков миллиметров ртутного столба.

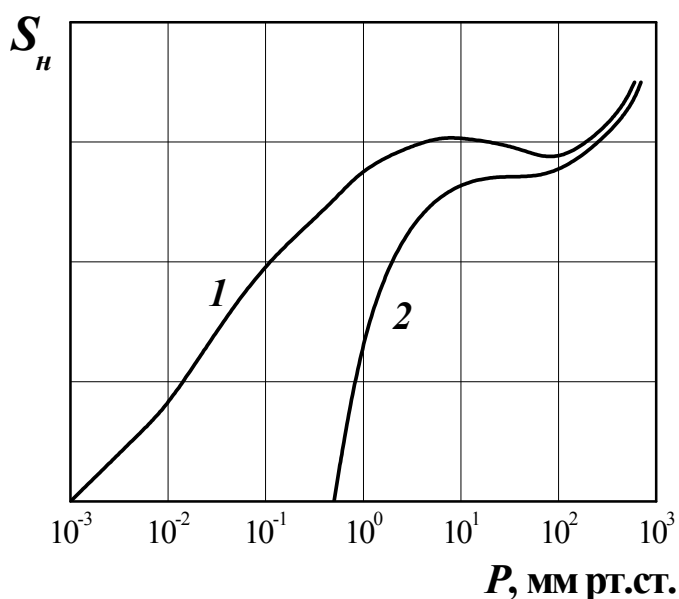


Рис. 7. Влияние газового балласта на быстроту действия насоса:  
1 – без балласта; 2 – с балластом.

Влияние газового балласта на быстроту действия и предельный вакуум насоса показано на рис. 7, из которого видно, что предельный вакуум с продувкой (кривая 2) хуже, а скорость откачки со стороны низких давлений меньше, чем для обыкновенного насоса (кривая 1).

Однако, если предельное давление, получаемое с помощью балластного устройства, уже достигнуто, это значит, что основная масса конденсирующихся паров из откачиваемой системы удалена. Поэтому доступ балластного газа следует перекрыть, после чего может быть получен более высокий предельный вакуум.

## ***Методы измерения быстроты действия насосов***

### **МЕТОД ПОСТОЯННОГО ОБЪЕМА**

Рассмотрим вначале теоретический насос, т.е. такой насос, для которого быстрота действия не зависит от давления. Пусть за малый промежуток времени  $d\tau$  из объема  $V$  в рабочую камеру насоса перейдет элементарный объем газа  $dV_n$ , а давление уменьшится на величину  $dP$ . Поскольку температура всей системы остается неизменной, то, применяя закон Бойля-Мариотта, получаем дифференциальное уравнение

$$PdV_n = VdP, \quad (11)$$

которое после умножения и деления левой части на  $d\tau$  преобразуется к виду:

$$\frac{dV_n}{d\tau} d\tau = V \frac{dP}{P}. \quad (12)$$

Так как согласно определению  $\frac{dV_n}{d\tau} = -S_n$ , уравнение (12)

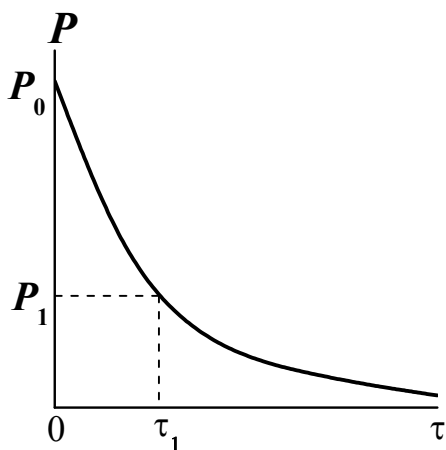
можно переписать в виде:

$$\frac{dP}{P} = -\left(\frac{S_n}{V}\right)d\tau. \quad (13)$$

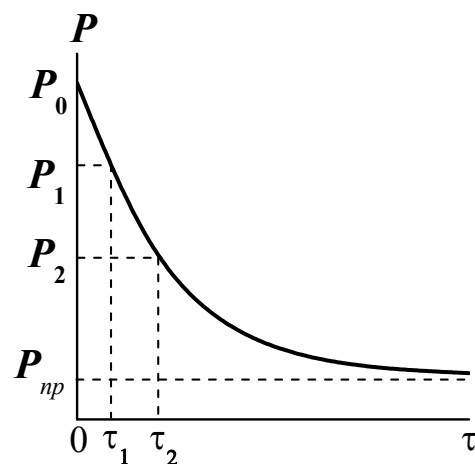
Воспользовавшись далее условием  $S_n = const$  (теоретический насос) и проинтегрировав уравнение (13), получим:

$$P = P_0 \exp\left(-\frac{S_n}{V}\tau\right), \quad (14)$$

где  $P_0$  – давление в откачиваемом объеме при  $\tau = 0$  (начало работы насоса). Из уравнения (14) следует, что при откачке насосом с постоянной быстротой действия закон изменения давления в исследуемом объеме выражается экспоненциальной зависимостью, график которой представлен на рис. 8.



**Рис. 8.** Зависимость  $P = f(\tau)$  теоретического насоса.



**Рис. 9.** Зависимость  $P = f(\tau)$  для реального насоса.

Для определения быстроты действия теоретического насоса достаточно взять какой-то момент времени  $\tau_1$ , которому соответствует давление  $P_1$ , тогда

$$S_n = \frac{V}{\tau} \ln \frac{P_0}{P_1}. \quad (15)$$

Однако быстрота действия реальных насосов является функцией давления и только для ограниченного интервала, протяженность которого зависит от типа выбранного насоса, является постоянной.

Вторая особенность вакуумных насосов состоит в том, что при предельном входном давлении быстрота действия их становится равной нулю. Это можно объяснить двумя причинами: наличием механических дефектов конструкции (негерметичность, вредные пространства – полости, расположенные вблизи впускного и выпускного отверстий, из которых газ при откачке не удаляется, и т.д.) и присутствием в насосе паров рабочих жидкостей и смазок.

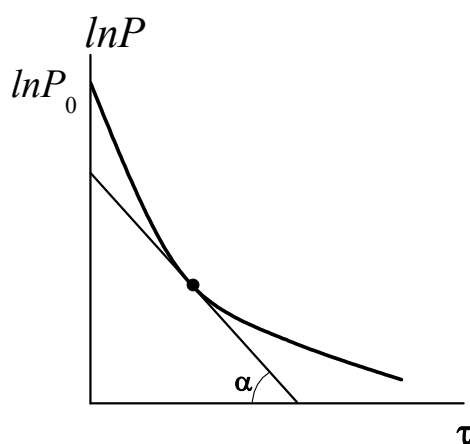
Исследуя закон изменения давления в объеме  $V$  при откачке реальным насосом (рис. 9), можно строго пользоваться выражением (14) и (15) в интервале  $P_a - P_b$  (рис. 2), в котором  $S_n$  остается величиной постоянной. Что касается участков, примыкающих к области  $(a, b)$ , то здесь следует вводить понятие о средней скорости действия насоса на небольших интервалах изменения давления. Если моментам времени  $\tau_1$  и  $\tau_2$  соответствуют давления  $P_1$  и  $P_2$  (рис. 9), то среднюю скорость действия насоса в этом интервале следует вычислять по формуле

$$S_n = \frac{V}{\tau_2 - \tau_1} \ln \frac{(P_1 - P_{np})}{(P_2 - P_{np})}, \quad (16)$$

где  $P_{np}$  – предельное давление насоса.

Определение быстроты действия насоса по формуле (16) называется **методом постоянного объема** и сводится к снятию экспериментальных зависимостей  $P = f(\tau)$ . Для этого откачиваемый объем с манометром присоединяют непосредственно к входному патрубку насоса без промежуточных вакуумпроводов.

Так как  $S_n$  изменяется с изменением  $P$ , наиболее удобно определять величины  $S_n$  из графика зависимости  $\ln P = f(\tau)$  путем нахождения тангенса угла наклона касательной к полученной кривой (рис. 10).



**Рис. 10.** Зависимость  $\ln P = f(\tau)$  для реального насоса.

Действительно, из выражения (13) следует:

$$S_n = -V \cdot \frac{d(\ln P)}{d\tau}, \quad (17)$$

где  $\frac{d(\ln P)}{d\tau} = tg\alpha$  – производная функции  $\ln P = f(\tau)$ , которую обычно определяют графическим путем. Найденная таким образом величина  $S_n$  называется **дифференциальной быстротой действия** и характеризует производительность вакуумного насоса в любой момент времени.

Из рассмотренного выше следует, что метод постоянного объема пригоден в тех случаях, когда речь идет об определении быстроты действия насосов, не обладающих большой производительностью.



## МЕТОД ПОСТОЯННОГО ДАВЛЕНИЯ

Для высокопроизводительных насосов метод постоянного объема непригоден, т.к. возникают серьезные затруднения в получении экспериментальных зависимостей  $P = f(\tau)$ . От этого недостатка свободен метод постоянного давления, при котором измеряют поток газа, напускаемого в измерительную камеру, и затем по соответствующим соотношениям определяют быстроту действия насоса. В зависимости от ожидаемой производительности насоса применяют различные методы измерения потока газа. Для этого откачивают измерительную камеру до давления  $0,1 P_n$  ( $P_n$  – давление, при котором требуется измерить быстроту действия). Затем с помощью натекаателя напускают в измерительную камеру газ до установления давления  $P_n$  и измеряют при этом одним из способов поток напускаемого газа.

Таким образом, быстрота действия насоса при данном давлении определяют по формуле

$$S_n = \frac{Q}{P_n}, \quad (18)$$

где  $P_n$  – давление во входном сечении насоса.

Устанавливая натекаателем различные давления  $P_n$  в измерительной камере и измеряя при этом поток напускаемого газа, снимают таким образом зависимость быстроты действия насоса от впускного давления  $S_n = f(P_n)$ .

### Методы измерения потока разреженного газа

Один из важнейших параметров вакуумной системы – давление определяется балансом потоков поступающего и откачиваемого газов.

Поэтому при проведении различных процессов в вакууме важно знать поток откачиваемых газов, тем более что поток является в известной степени характеристикой качества обезгаживания или состояния поверхности вакуумной системы.

Погрешность измерения потока разреженного газа обычно составляет от 50 до 100% и во многом обусловлена сорбционно-десорбционными процессами и погрешностью определения расчетных величин давления.

### *Метод калиброванного потока*

При реализации этого метода в рабочий объем вакуумной системы вводят поток газа  $Q_k$ , значение которого известно, а парциальный состав соответствует составу газа, выделяющегося из источника 1. Для определения потока из источника 1 проводят два измерения давления: с подведенным потоком ( $P_2$ ) и без него ( $P_1$ ).



Если эффективная быстрота откачки  $S_o$  в месте установки манометрического преобразователя 2 остается постоянной, то на основании уравнений:

$$S_o = \frac{Q}{P_1}; \quad S_o = \frac{Q + Q_k}{P_2} \quad (19)$$

получим

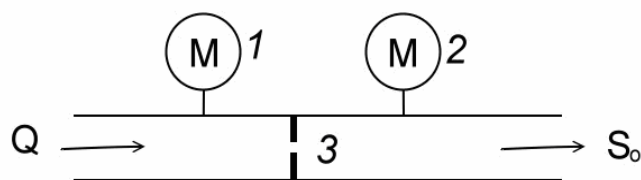
$$Q = \frac{Q_k}{P_2/P_1 - 1}, \quad (20)$$

где  $Q$  – поток газа из источника 1;  $Q_k$  – известный вводимый поток газа;  $P_1$  – давление в системе до введения в нее потока;  $P_2$  – давление в системе после введения в нее потока.

Постоянство эффективной быстроты откачки проверяется путем повторного измерения при другом значении вводимого потока  $Q_k$ . Если окажется при этом, что величина измеряемого потока  $Q$  не изменилась, то это означает, что эффективная быстрота откачки осталась постоянной и отсчеты потока достоверны.

### *Метод калибровочного сопротивления и двух манометрических преобразователей*

Для измерения потока газа в трубопроводе устанавливают калиброванное сопротивление (капилляр, диафрагму) 3 с известной проводимостью. При движении газа на калибровочном сопротивлении 3 возникает разность давлений, которая измеряется с помощью манометрических преобразователей 1 и 2, устанавливаемых по обе стороны от сопротивления.



Поток газа рассчитывается по уравнению

$$Q = U \cdot (P_1 - P_2), \quad (21)$$

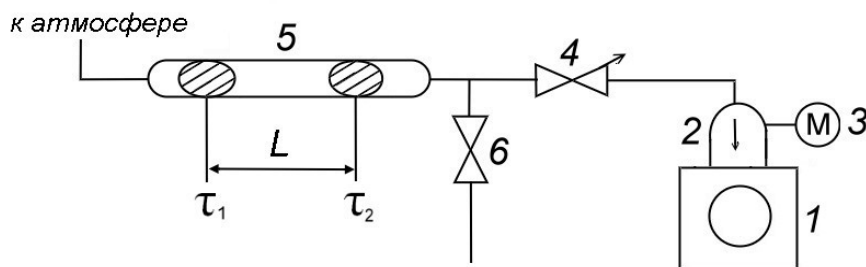
где  $U$  – проводимость сопротивления 3;  $P_1$  – давление газа, измеренное перед сопротивлением преобразователем 1;  $P_2$  – давление газа, измеренное после сопротивления преобразователем 2.

В качестве калибровочного сопротивления наиболее часто используют тонкие перегородки, в которых делается несколько отверстий. Толщина стенки перегородки должна быть не менее чем в 20 раз меньше диаметра отверстий в ней, которое в свою очередь должно быть во столько же раз меньше размера трубопровода.

Описанные выше методы применяют для измерения небольших потоков газов (менее  $10^{-3} \text{ м}^3 \cdot \text{Па}/\text{с}$ ). Для измерения средних по величине потоков ( $10^{-4} - 2 \text{ м}^3 \cdot \text{Па}/\text{с}$ ) может быть рекомендован следующий метод.

### *Метод ртутной капли*

К входному патрубку насоса 1, быстроту действия которого требуется определить, присоединяется объем 2 с манометром 3 и трубка небольшого сечения с регулируемым натекателем 4. Вход натекателя 4 сообщается с атмосферой через капилляр 5 и кран 6. При работающем насосе и открытом кране 6 натекателем можно отрегулировать такое количество поступающего в насос воздуха, чтобы манометр 3 показал требуемое стабильное давление  $P$ . Затем в трубку 5 впускается капля ртути, кран 6 закрывается и с этого момента времени  $\tau_1$  капля ртути начинает свое перемещение. Перекрыв натекатель 4 или соединив систему краном 6 с атмосферой, останавливают перемещение ртути в трубке 5.



Зная диаметр трубки  $d$  и отмечая расстояние  $l$ , которое капля ртути прошла, за время  $\tau_2 - \tau_1$ , вычисляют объем газа, откачанного насосом из трубки 5 при атмосферном давлении. На основании равенства потоков газа в трубке 5 при атмосферном давлении и в любом сечении объема 2 при давлении  $P$  имеем

$$S_n = \frac{\pi d^2 l}{4(\tau_2 - \tau_1)} \cdot \frac{P_{атм}}{P}, \quad (22)$$

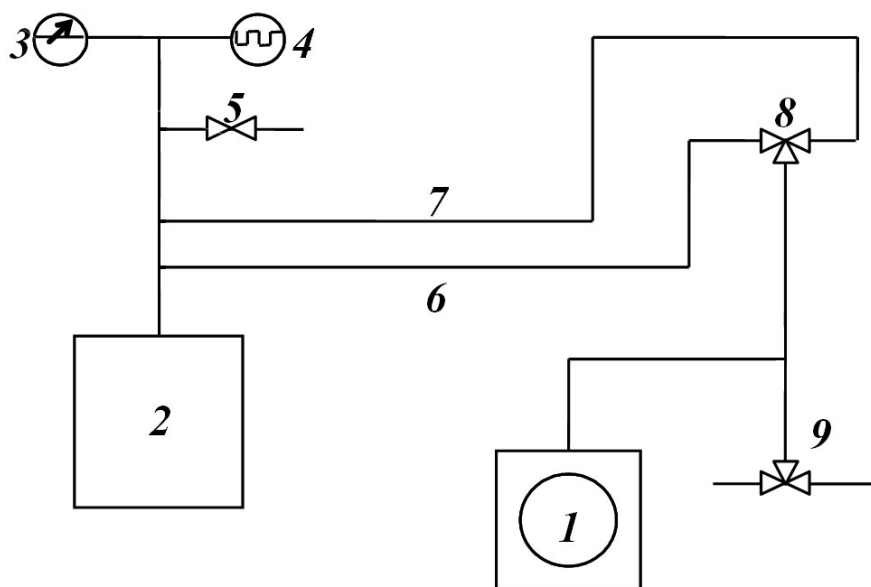
Недостаток этого метода связан с использованием ртути, из-за токсичности которой нужно иметь специальное оборудование и строго соблюдать правила техники безопасности.

Дозирование потоков более  $0,2 \text{ м}^3 \cdot \text{Па}/\text{с}$  можно проводить с помощью ротаметров, в которых используется сопротивление движению потока газа, создаваемое поплавком, находящимся в вертикальной конической трубке.

## Порядок выполнения работы

### 1. Определение быстроты действия механического насоса методом постоянного объема.

Вакуумная схема установки приведена на рис. 11.

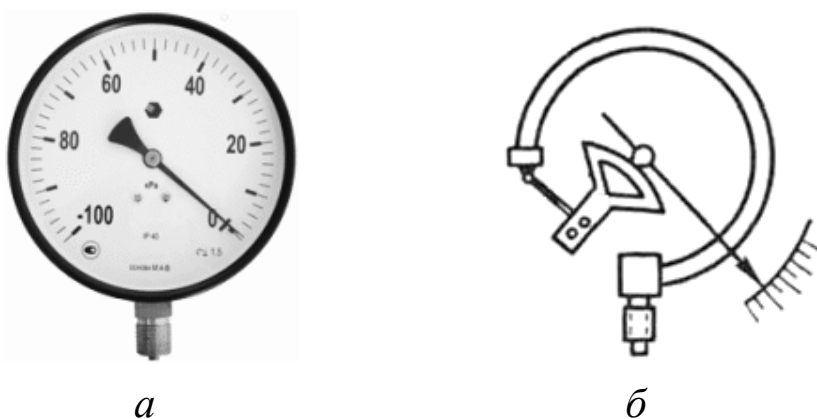


**Рис. 11.** Схема установки для определения быстроты действия насоса методом постоянного объема: 1 – механический насос; 2 – откачиваемый объем,  $V = 10$  л; 3 – деформационный манометр; 4 – термопарный манометр ПМТ-2; 5 – кран для напуска воздуха в откачиваемый объем; 6, 7 – трубопроводы; 8, 9 – трехходовые краны.

Механический насос 1 может откачивать объем 2 либо через вакуумпровод 6, либо через вакуумпровод 7. Необходимая коммутация осуществляется трехходовым краном 8. Кран 9 служит для напуска атмосферного воздуха в механический насос после его остановки.

Давление в объеме 2 измеряется деформационным 3 и термодарным 4 манометрами. Кран 5 служит для напуска атмосферного воздуха в объем 2.

При выполнении данной лабораторной работы используется деформационный манометр, который позволяет измерять давление от атмосферного до  $10^{-1}$  мм рт. ст. (рис. 12).



**Рис. 12.** Внешний вид (а) и схема внутреннего устройства (б) деформационного вакуумметра.

Основной элемент вакуумметра – пустотелая изогнутая пластина. Если давление внутри пластины увеличивается, она выпрямляется, а если уменьшается – закручивается. Конец пластины через рычаг и шестереночную передачу связан со стрелкой, конец которой перемещается по шкале.

Шкала манометра разделена на 100 делений. Шкала линейная. Для градуировки манометра нужно измерять его показания при атмосферном давлении (давление определить по барометру) и при предельном вакууме (проверяя одновременно качество откачки термодарным вакуумметром). Из этих данных можно определить цену деления шкалы.

Устройство и принцип работы с термодарным манометром подробно рассмотрены в описаниях лабораторных работ № 1, 8.

Перед началом работы:

- краны 5 и 9 открыты;
- кран 8 закрыт.

- 1.1. Закрыть краны 9 и 5 и откачивать объем через вакуумпровод 6. Для снятия кривой откачки объекта одновременно с пуском электродвигателя насоса включается секундомер, затем производится регистрация времени достижения определенных значений давления.
- 1.2. Когда давление в системе перестанет уменьшаться, фиксируют предельное давление  $P_{пр}$  системы.
- 1.3. Результаты измерений заносят в таблицу, форма которой приводится ниже:

Показания вакуумметра	Деформационный					Термопарный
Деления шкалы	0	0,1	...	0,8	0,9	
Время, с						

Показания деформационного манометра переводятся в единицы давления с учетом атмосферного давления. При использовании термопарного вакуумметра давление находят по калибровочным графикам для лампы ПМТ-2.

- 1.4. По кривой откачки определить значение  $S_0$  и построить график зависимости  $S_n = f(P)$ . При расчетах сопротивлением вакуумпровода от объема 2 к манометрам пренебречь.
- 1.5. Затем проводят ту же процедуру при откачке объема через трубопровод 7.

## **2. Определение быстроты действия механического насоса методом постоянного давления.**

Знакомство с методом постоянного давления реализовано с помощью программы-тренажера, внешний вид которой представлен на рис. 13. В данной программе для определения потока разреженного газа используется метод ртутной капли.

В программе предусмотрено исследование шести механических насосов (рис. 14) и доступны 6 условных капилляров длиной 1 метр, отличающиеся диаметром 4, 6, 8, 14, 17, 19 мм.

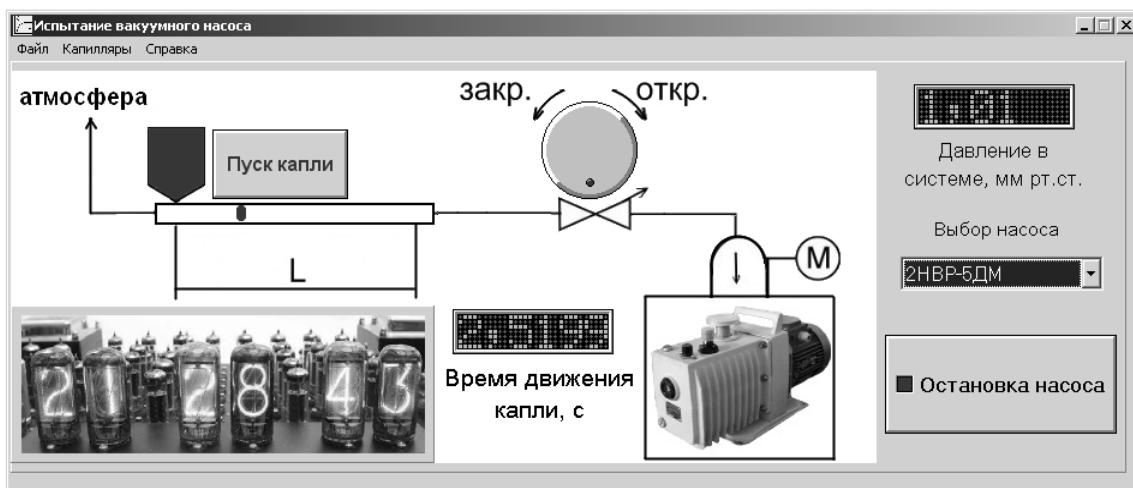


Рис. 13. Внешний вид программы-тренажера.

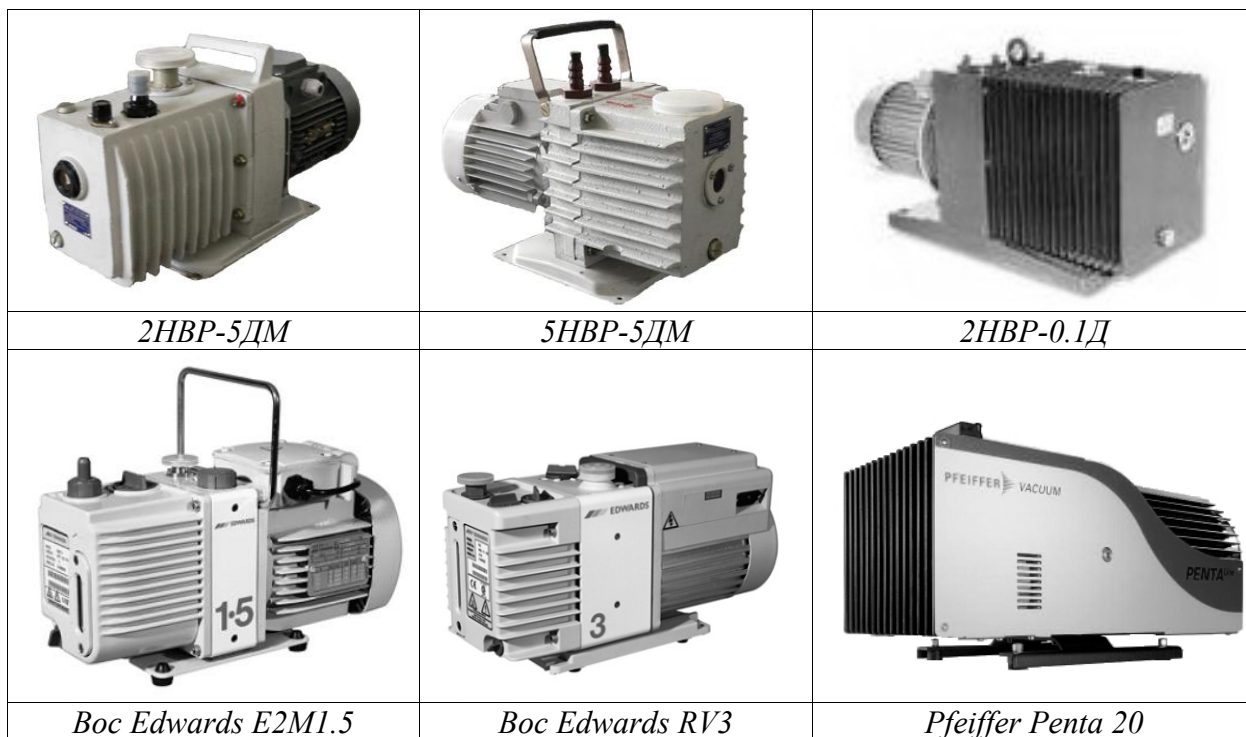


Рис. 14. Виды механических насосов, используемых в программе-тренажере.

- 2.1. По заданию преподавателя выбрать исследуемый насос и установить значение диаметра капилляра (длина капилляра составляет 1 м).
- 2.2. Запустить откачку объема нажатием кнопки «Запуск насоса». До окончания откачки объема измерение давления произвести невозможно.

После прекращения изменения давления можно приступить к эксперименту.

2.3. Установить необходимое значение давления натекателем, которое выводится на манометр. Далее нажав кнопку «Пуск капли», появится изображение движущейся в капилляре капли.

2.4. Время, в течение которого движется капля, отмечается секундомером. Когда капля пройдет капилляр, она исчезнет, но последнее значение времени останется на секундомере.

2.5. Повторить пункты 3-4 для нового значения давления.

Если капля проходит капилляр слишком быстро, либо, наоборот, слишком долго, необходимо сменить капилляр. Смена насоса, либо капилляра при включенном насосе невозможна.

2.6. Рассчитать значение быстроты действия выбранного насоса по формуле (22) и построить график зависимости  $S_n = f(P)$ .

### **Варианты выполнения работы:**

1. определение быстроты действия механического насоса методом постоянного объема
2. определение быстроты действия механического насоса методом постоянного давления.

### **Контрольные вопросы:**

1. Основное уравнение вакуумной техники.
2. Анализ основной характеристики вакуумного насоса  $S_n = f(P)$ .
3. Параметры вакуумных насосов.
4. Вращательные пластинчатые насосы: пластинчато-статорный и пластинчато-роторный.
5. Принцип работы газобалластного насоса.
6. Быстрота откачки: конструктивная (геометрическая), теоретическая и действительная.
7. Методы определения быстроты откачки: постоянного объема и постоянного давления.
8. Средства измерения вакуума.



## Лабораторная работа № 3

# ИСПЫТАНИЕ ПАРОСТРУЙНОГО ДИФфуЗИОННОГО НАСОСА

Откачивающее действие пароструйного насоса основано на увлечении удаляемого газа струей пара. В зависимости от скорости и плотности струи и давления газа изменяется как режим истечения струи из сопла, так и механизм захвата удаляемого газа.

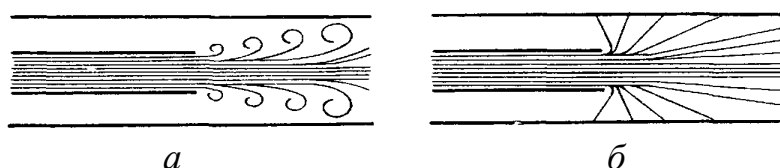


Рис. 1. Струя пара, истекающего из цилиндрического сопла.

При относительно высоких плотности струи и давлении газа струя имеет турбулентный характер с завихрениями в пограничном слое, как это показано на рис. 1, а. Некоторая часть газа «захлопывается» и уносится завихрениями паровой струи. Кроме того, движущаяся с большой скоростью струя в силу внутреннего трения увлекает и уносит прилегающие к ней слои газа. Таким образом, осуществляется удаление газа обычным *эжекторным насосом*.

По мере снижения давления газа, плотности и скорости струи пара завихрения исчезают и струя приобретает вид, показанный на рис. 1, б. В этом случае вязкостный захват газа становится ничтожно малым, но резко повышается вероятность диффузии газа в струю пара. Количество газа, проникающего в струю, зависит от плотности струи и площади соприкосновения струи и газа. На этом основан принцип действия *диффузионного насоса*.

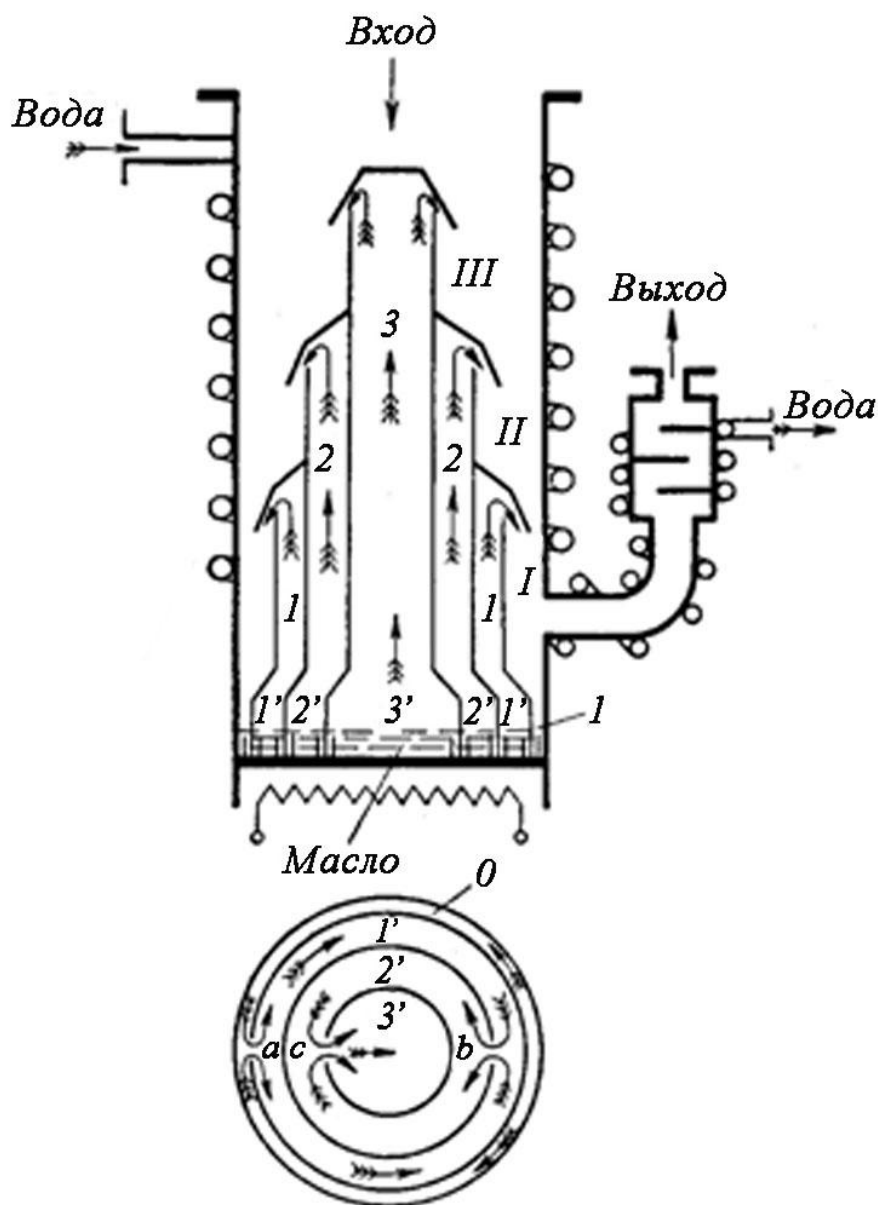
Однако степень сжатия газа в одном диффузионном сопле не может быть очень большой, так как струя пара рабочей жидкости довольно рыхлая и ее собственное давление невелико (1 – 5 мм рт. ст.). Поэтому для нормальной работы пароструйного насоса требуется создание предварительного разрежения порядка 1 – 0,01 мм рт. ст. С целью увеличения степени сжатия газа и уменьшения предельного давления в одном корпусе последовательно размещают несколько сопел, т.е. современные пароструйные насосы являются *многоступенчатыми*.

Первая, верхняя ступень при низком давлении срыва струи обеспечивает максимальную быстроту откачки благодаря относительно низкой плотности струи и максимального проходного сечения – сечения, ограниченного корпусом и соплом. Вторая ступень с более высоким давлением срыва струи должна обладать быстротой откачки, достаточной для того, чтобы обеспечить давление под верхней ступенью ниже давления срыва струи, и т. д. Наибольшее давление срыва струи у эжекторного сопла. Поэтому эжекторная ступень откачки устанавливается на выходе насоса и определяет его наибольшее выпускное давление, т. е. то давление в выходном сечении насоса, при котором насос еще может осуществлять откачку. Давление срыва струи эжекторного сопла диффузионного насоса имеет значение около  $10^{-1}$  мм рт. ст. Последовательно с диффузионным насосом устанавливается форвакуумный насос, способный воспринять поток откачиваемого газа и обеспечить на выходе диффузионного насоса вакуум, необходимый для его нормальной работы. Внешний вид и конструкция пароструйного диффузионного насоса представлена на рис. 4 описания лабораторной работы № 1.

### *Диффузионные насосы с фракционированием*

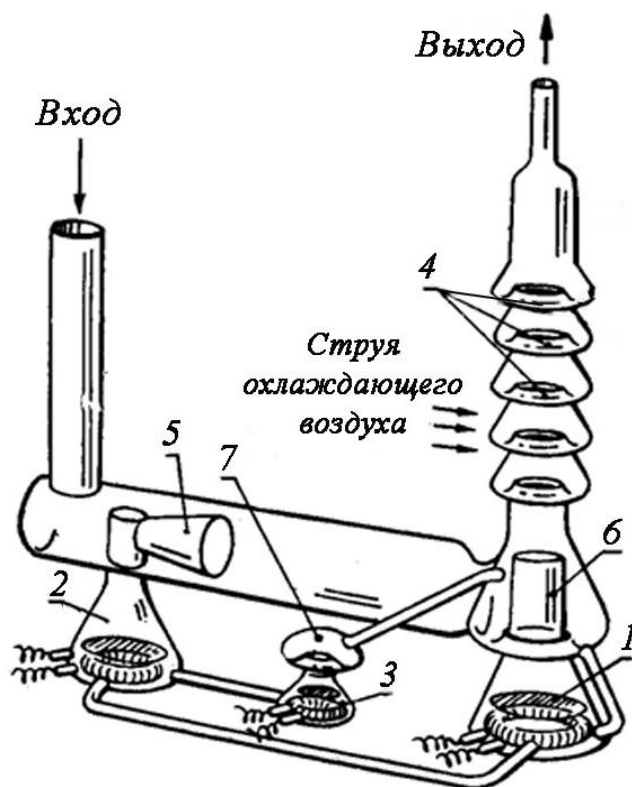
Во время работы диффузионного насоса вследствие высокой температуры и соприкосновения масла с металлами и газами происходят деструкция и частичное разложение макромолекул. Вследствие этого в насосе образуются более летучие фракции масла, имеющие более высокое давление паров, что ухудшает предельный вакуум. Во избежание слишком частой замены или дистилляции масла процесс отделения более летучих фракций можно проводить в самом насосе.

В насосах с фракционированием масла (рис. 2) каждое сопло имеет отдельный паропровод, причем сопло последней ступени, создающей предельный вакуум (масло для которой должно иметь как можно меньше летучих компонентов), питается из центральной части испарителя. Это связано с тем, что сконденсировавшееся масло проходит до этой части испарителя самый длинный путь: от конденсатора через все лабиринты паропроводов, погруженных в резервуар. Вследствие этого во внешние паропроводы, питающие сопла первых ступеней, попадают более легкие фракции масла с более высоким давлением насыщенных паров.



**Рис. 2.** Диффузионный насос с фракционированием масла. *I, II, III* – сопла; *1, 2, 3* – паропроводы; *0, 1', 2', 3'* – кольцевые области пара в резервуаре (испарителе); *a, б, с* – каналы лабиринта, по которым масло попадает в центральную часть резервуара.

Предельное давление в насосе с фракционированием масла на 1-2 порядка ниже, чем в обычном диффузионном насосе. Другим преимуществом насоса с фракционированием масла является то, что в случае окисления масла при помощи этого насоса можно в более короткое время восстановить низкое давление (в нем быстрее происходят регенерация и дегазирование масла). И, действительно, в случае применения не поддающихся легкому разложению масел (например, силиконового) насосы с фракционированием не дают почти никаких преимуществ (кроме дегазирования масла).



**Рис. 3.** Двухступенчатый стеклянный насос с фракционированием масла и воздушным охлаждением:

1, 2, 3 – резервуары; 4 – отстойники более легких фракций масла; 5, 6 – сопла; 7 – отстойник самых тяжелых фракций масла.

На рис. 3 показан небольшой двухступенчатый стеклянный насос с фракционированием масла и воздушным охлаждением. Спирали подогревателей погружены непосредственно в масло. Сопло 5 является высоковакуумным, сопло 6 – выходным. Пары масла, выходя из сопла 5, конденсируются на стенках корпуса, при этом конденсат стекает по трубке в резервуар 1. Конденсат, образующийся при конденсации паров, выходящих из сопла 6, также поступает в резервуар 1. В резервуаре 1 испаряются в первую очередь легкокипящие фракции с высокой упругостью пара. Затем масло поступает в резервуар 2, где испаряются более тяжелые фракции с меньшей упругостью пара. И, наконец, самые тяжелые фракции, не принимающие участие в работе, испаряются в резервуаре 3. Резервуар необходим для того, чтобы отобрать и исключить из работы самые тяжелые фракции масла, так как упругость паров, образующихся в резервуаре 2, уже достаточно низка, а добавка тяжелых фракций к пару, истекающему из сопла 5, приводит к уменьшению быстроты действия насоса.

## Характеристики пароструйных насосов

Основной характеристикой пароструйных насосов является зависимость быстроты действия от давления на входе в насос (рис. 4, а). В средней области рабочих давлений быстрота действия постоянна и равна  $S_{max}$ . При приближении рабочего давления к предельному  $P_{np}$  она стремится к нулю из-за наличия обратного потока газов и паров из насоса в откачиваемый объект. При увеличении рабочего давления за верхнюю границу молекулярного режима течения быстрота действия уменьшается в связи со снижением скорости диффузии молекул газа в струю пара и при максимальном входном давлении  $P_3$  стремится к нулю.

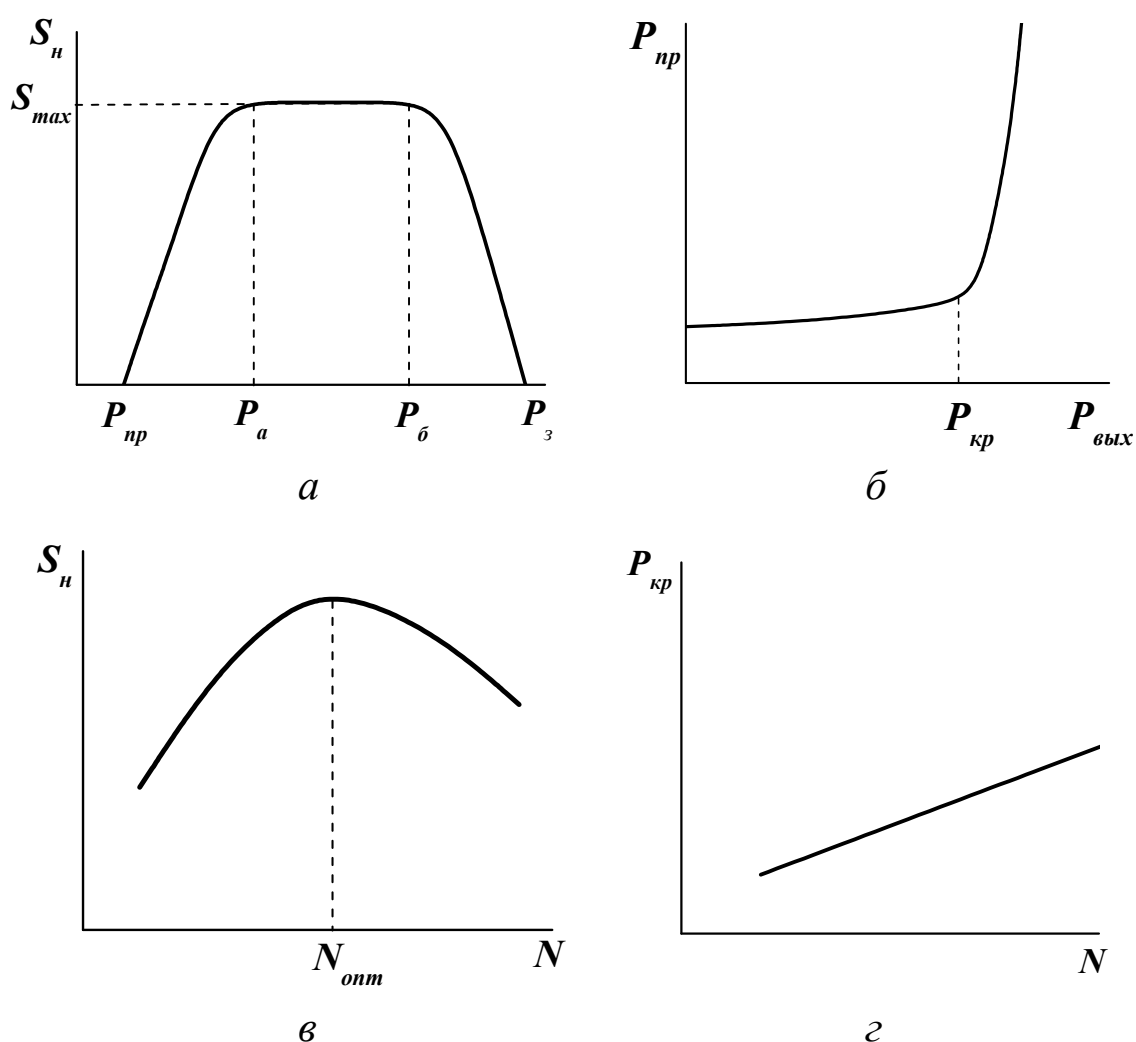


Рис. 4. Характеристики пароструйных насосов.

Предельное давление насоса  $P_{np}$  при низких давлениях на выходном патрубке  $P_{вых}$  (рис. 4, б) слабо зависит от изменения последнего. Срыв характеристики насоса наступает при равенстве

выпускного давления и давления паровой струи, соответствующего давлению  $P_{кр}$ .

При увеличении мощности  $N$  подогрева насоса за счет увеличения скорости паровой струи быстрота действия вначале возрастает (рис. 4, в), достигает максимального значения при  $N_{opt}$ , а затем уменьшается из-за увеличения плотности паровой струи. Максимальное выпускное давление насоса  $P_{кр}$  при увеличении мощности подогревателя непрерывно возрастает.

Скорость откачки диффузионного насоса определяется в основном площадью кольцевого зазора между соплом и корпусом насоса или, точнее, поверхностью струи пара, через которую происходит диффузия откачиваемого газа.

В идеальном случае скорость откачки насоса будет определяться диффузией через отверстие, ведущее в идеальный вакуум, или проводимостью этого отверстия

$$S_T = U_{отв} = \frac{1}{4} V_{ар} A_{отв},$$

где  $V_{ар}$  – средняя арифметическая скорость движения молекул откачиваемого газа,  $A_{отв}$  – площадь отверстия (кольцевого зазора).

Практическая скорость откачки ( $S_H$ ) обычно бывает меньше теоретической ( $S_T$ ) вследствие того, что часть молекул газа отражается при неблагоприятных столкновениях от молекул пара рабочей жидкости. Поэтому откачку характеризуют коэффициентом эффективности отверстия (диафрагмы)

$$\chi = \frac{S_H}{S_T}.$$

Этот коэффициент зависит от формы сопла, скорости и распределения частиц пара и обычно для воздуха составляет  $0,3 \div 0,6$ .

Скорость откачки диффузионного газа зависит от рода газа. Зная скорость откачки насоса для воздуха ( $S_{возд.}$ ), можно ориентировочно определить скорость откачки для других газов ( $S_G$ ), используя коэффициенты скорости откачки для этих газов  $S_G = S_{возд.} \cdot \alpha$ .

Значения коэффициентов скорости откачки диффузионного насоса для некоторых газов приводятся в таблице.

Таблица

Газ	H <sub>2</sub>	He	Ar, H <sub>2</sub> O	Воздух, N <sub>2</sub> , CO	O <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>	Kr
$\alpha$	1,8	1,6	1,2	1,0	0,95	0,85	0,7

Современные диффузионные паромасляные насосы могут иметь скорость откачки от долей литра в секунду до сотен тысяч литров в секунду. Рабочий диапазон давлений  $10^{-2} \div 10^{-6}$  мм рт. ст.

Расчет коэффициента  $\chi_0$  и  $S_n$  затруднителен, поэтому обычно скорость откачки пароструйного насоса находят экспериментальным путем по методу постоянного давления. При использовании метода постоянного давления практически определяют объем газа, который удаляется за единицу времени при постоянном давлении, имеющемся на входе в насос:

$$S_n = \frac{\Delta V}{\Delta \tau} \quad (P = \text{const}).$$

Удобно использовать разновидность этого метода – метод постоянного количества газа. С этой целью применяют выражение постоянства потока через систему:

$$Q = U \cdot (P_2 - P_1) = P_1 \cdot S_n,$$

где  $U$  – пропускная способность капилляра,  $P_2$  – давление газа на одной стороне капилляра (обращенной к форвакуумному насосу или к сосуду с газом),  $P_1$  – давление газа на другой стороне капилляра (обращенной к входу пароструйного насоса).

На опыте находят давление по сторонам капилляра, а пропускная способность капилляра рассчитывается для молекулярного режима течения по формуле:

$$U_m = 38,1 \cdot \frac{D^3}{L} \cdot \sqrt{\frac{T}{M}}, \text{ м}^3/\text{с}$$

где  $T$  – абсолютная температура,  $M$  – молекулярный вес газа,  $D$  и  $L$  – диаметр и длина капилляра, м.

### ***Рабочие жидкости для высоковакуумных насосов***

К рабочим жидкостям пароструйных насосов предъявляются следующие требования:

1. Низкая упругость пара при комнатной температуре. Повышенная упругость пара масла может вызвать ухудшение предельного вакуума в откачиваемом объеме.
2. Высокая упругость пара при рабочей температуре в кипятильнике, способствующая повышению наибольшего выпускного давления насоса благодаря увеличенной плотности паровой струи.

3. Узкий фракционный состав. Неоднородность состава жидкости может привести к прониканию в откачиваемый объем легколетучих примесей и тем самым к повышению остаточного давления в нем, к изменению характеристик насоса.
4. Термическая стабильность при рабочей температуре в кипятильнике насоса. При термическом разложении рабочей жидкости в кипятильнике насоса могут ухудшаться вакуумные характеристики последнего.
5. Термоокислительная стабильность. Это требование особенно важно в случаях, когда в насос поступает воздух при атмосферном или несколько пониженном давлении.
6. Подвижность при температуре стенки насоса, обеспечивающей стекание конденсата в кипятильник. При повышенной вязкости рабочей жидкости может нарушаться циркуляция последней в насосе.
7. Малая способность к газопоглощению. Способность рабочей жидкости поглощать газы приводит к ухудшению предельного вакуума в откачиваемом объеме.

Рабочими жидкостями для высоковакуумных насосов являются:

- минеральные масла;
- синтетические углеводородные жидкости;
- кремнийорганические вещества;
- эфирные рабочие жидкости.

*Минеральные масла* получают вакуумной дистилляцией нефтяных продуктов. Это не однородные по составу жидкости, состоящие из смеси углеводородов различного химического состава и молекулярного веса со средней упругостью пара  $10^{-8} - 10^{-9}$  мм рт. ст.

Масла **ВМ-1** и **ВМ-2** представляют собой дистилляты медицинского вазелинового масла, получаемые однократной высоковакуумной дистилляцией сырья.

Масло **ВМ-2** отличается от масла ВМ-1 неполной очисткой от термически нестойких примесей. Предельный вакуум, достигаемый при работе насоса на этом масле, несколько хуже, чем на масле ВМ-1.

Масло **ВМ-5** представляет собой сверхвысоковакуумную рабочую жидкость. Получают его двукратной разгонкой медицинского вазелинового масла, благодаря чему в сравнении с



маслом ВМ-1 оно обладает более однородным фракционным составом и повышенной термической стойкостью. При работе насоса с маслом ВМ-5 в системах с металлическими уплотнителями после прогрева высоковакуумной части достигается предельный вакуум  $10^{-8}$  мм рт. ст. (без вымораживающих ловушек); с маслами ВМ-1 и ВМ-2 в аналогичных условиях получают  $10^{-7}$  мм рт. ст. Время достижения предельного вакуума с маслом ВМ-5 в 1,5-2 раза меньше, чем с маслом ВМ-1.

Масло **ВМ-7** изготавливается из турбинного масла высоковакуумной дистилляцией сырья. По сравнению с маслами ВМ-1, ВМ-2 и ВМ-5 оно обладает повышенной окислительной стабильностью и изготавливается из более дешевого сырья.

*Синтетические углеводородные жидкости* являются более дорогими по сравнению с минеральными углеводородными жидкостями, а состав и характеристики их точно воспроизводимы.

Масла «**Алкарен-1**» и «**Алкарен-24**» представляют собой моно- и полиалкилнафталины. Они обеспечивают высокий вакуум порядка  $5 \cdot 10^{-9}$  мм рт. ст., малотоксичны и обладают высокой термоокислительной стойкостью.

*Кремнийорганические жидкости* – полисилоксановые соединения, молекулы которых состоят из чередующихся атомов кремния и кислорода с присоединенными углеводородными радикалами по свободным связям кремния. Даже после длительной работы в насосах при периодическом попадании атмосферного воздуха кремнийорганические жидкости не образуют смолистых налетов на внутренних деталях насосов.

Масла **ПЭС-В-1** и **ПЭС-В-2** представляют собой узкие фракции полиэтилсилоксановой жидкости, получаемые высоковакуумной дистилляцией продукта синтеза. Они обладают высокой воздухостойкостью. Так, работая в насосах, установленных на автоматах откачки в условиях периодической (через каждые 2-3 мин) прокачки атмосферы через насос в течение 30-40 с, ПЭС-В-2 не требует замены в течение 1500-2000 ч.

Масло **ПФМС-2/5Л** – узкая фракция полифенилметилсилоксановой жидкости, получаемая высоковакуумной дистилляцией продукта синтеза. Обладает еще более высокой термоокислительной стойкостью, чем ПЭС-В-2. Пропускание через слой масла атмосферного воздуха со скоростью 5 л/ч в течении 10 ч

при температуре масла 250 °С не вызывает сколько-нибудь заметного изменения свойств последнего.

Масло **ФМ-1** – сверхвысоковакуумная рабочая жидкость, является практически чистым триметилпентафенилтрисилоксаном, полученным высоковакуумной дистилляцией продукта синтеза. По воздухостойкости превосходит масла ПЭС-В и ПФМС-2/5Л.

**Эфирные рабочие жидкости** представляют собой полифениловые соединения, отличающиеся исключительно высокой термической стабильностью.

Масло **5Ф4Э** – сверхвысоковакуумная рабочая жидкость с высокой термической стабильностью, представляет собой пентафениловый эфир, полученный высоковакуумной дистилляцией продукта синтеза. По воздухостойкости превосходит нефтяные масла, уступая маслу ФМ-1, но обладает меньшей способностью к миграции в откачиваемый объем, по сравнению с последней.

Масло ФМ-1 и 5ФЭ4, наряду с получением сверхвысокого вакуума, можно применять и в обычных (непрогреваемых) системах. В этом случае существенно уменьшается замасливание откачиваемых объемов, предельное остаточное давление снижается примерно в 10 раз, время его достижения в 2-3 раза.

Характеристики рабочих жидкостей приведены в Приложении 2.

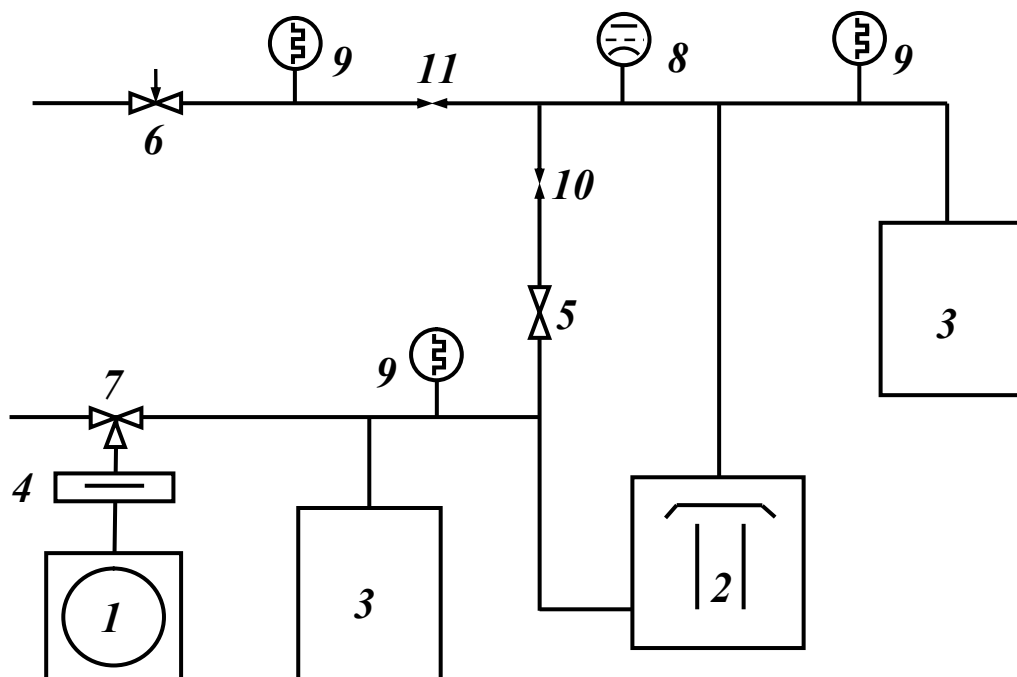
## **Порядок выполнения работы**

Вакуумная схема установки для проведения испытаний пароструйного насоса приведена на рис. 5. В установке имеются два капилляра диаметром 0,1 см и длиной 5 и 10 см.

Возможны два способа проведения работы:

1. При напуске газа через натекатель 6 и капилляр 11 при закрытом кране 5;
2. При циркуляции постоянного количества газа через насос в замкнутом цикле через капилляр 10 и открытый кран 5 (форвакуумный насос отключается от системы краном 7).

Работа начинается с откачки установки форвакуумным насосом, проверки ее на герметичность. К измерениям давлений на разных сторонах капилляров приступают тогда, когда давления не будут меняться во времени.



**Рис. 5.** Схема установки для испытания пароструйного насоса:

1 – механический насос; 2 – диффузионный насос; 3 – объем; 4 – масляная ловушка; 5 – проходной кран; 6 – натекатель для напуска газов; 7 – трехходовой кран; 8 – ПМИ-2; 9 – ПМТ-2; 10, 11 – капилляры.

При работе по первому способу можно использовать газы, отличные от воздуха ( $\text{He}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\dots$ ). Порядок выполнения работы следующий:

1. До включения пароструйного насоса систему через натекатель 6 наполнить 2–3 раза требуемым газом, откачивая систему перед каждым наполнением («промыть систему»).
2. Откачать систему до давления запуска диффузионного насоса.
3. Включить нагреватель пароструйного насоса 2. Мощность нагрева устанавливается ЛАТРОм и контролируется по вольтметру и амперметру. Измерения при разных мощностях нагрева следует проводить по достижении теплового равновесия (через 5–10 минут после подачи соответствующей мощности на нагреватель пароструйного насоса; после начального включения нагревателя, рабочая жидкость закипает через 15–25 минут в зависимости от мощности).
4. Для получения различных давлений на входе в насос при определении зависимости быстроты действия от давления используется натекатель 6.

При работе по второму способу можно использовать разные количества циркулирующих газов, с этой целью:

1. Систему откачать форвакуумным насосом  $I$  до определенного начального давления, не превышающего давления запуска диффузионного насоса.
2. Включить нагреватель пароструйного насоса 2. Мощность нагрева устанавливается ЛАТРОм и контролируется по вольтметру и амперметру. Измерения при разных мощностях нагрева следует проводить по достижении теплового равновесия (через 5–10 минут после подачи соответствующей мощности на нагреватель пароструйного насоса; после начального включения нагревателя, рабочая жидкость закипает через 15–25 минут в зависимости от мощности).
3. Для получения различных давлений на входе в насос при определении зависимости быстроты действия от давления допустима дополнительная откачка газа из цикла форвакуумным насосом во время работы пароструйного насоса.

### **Варианты выполнения работы:**

1. Исследовать влияние мощности нагрева ( $N$ ) на скорость откачки насоса ( $S_n$ ), предельное давление ( $P_{np}$ ).
2. Найти зависимость  $S_n$  от давления газа на выходе ( $P_{ex}$ ).
3. Установить связь между давлением форвакуума ( $P_{вып}$ ) и  $S_n$ ,  $P_{ex}$ .
4. Определить максимальное выпускное давление.
5. Рассчитать коэффициент  $\chi_0$ .

### **Контрольные вопросы.**

1. Устройство пароструйного насоса, основные процессы, происходящие в нем.
2. От каких факторов и как зависит скорость откачки пароструйного насоса?
3. Рабочие жидкости пароструйного насоса и требования, предъявляемые к ним.
4. Обратный поток газа и обратный поток пара, пути их уменьшения.
5. Сущность метода постоянного давления для экспериментального определения скорости откачки.
6. Правила эксплуатации пароструйных насосов.

## Лабораторная работа № 4

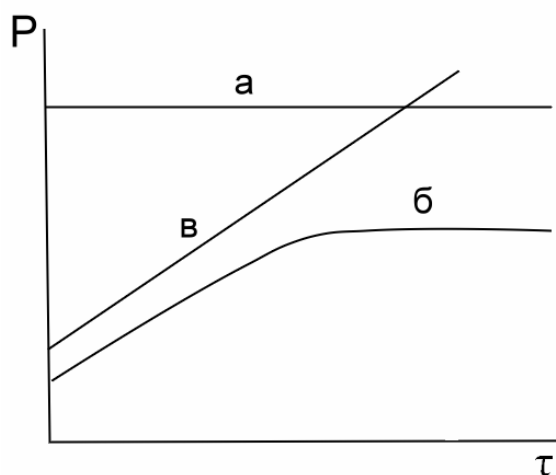
# ТЕХНИКА ТЕЧЕИСКАНИЯ

### Общие сведения по течеисканию

Во вновь собранной вакуумной установке, как правило, не удается получить необходимое разрежение. При этом возникает задача найти причину неисправной работы вакуумной системы и устранить ее. Существуют три причины, затрудняющие или делающие невозможным получение вакуума, на который рассчитана установка:

- а) неисправность насоса;
- б) газовыделение в систему;
- в) натекание в систему атмосферного воздуха.

Для того чтобы определить, какая из этих причин является основной, следует изолировать откачиваемую систему от насоса. Измерив давление  $P_1$  в системе в момент отделения системы от насоса и давления  $P_2$ ,  $P_3$ ,  $P_4$  и т.д. через различные промежутки времени, нужно построить график зависимости  $P = f(\tau)$  (рис. 1).

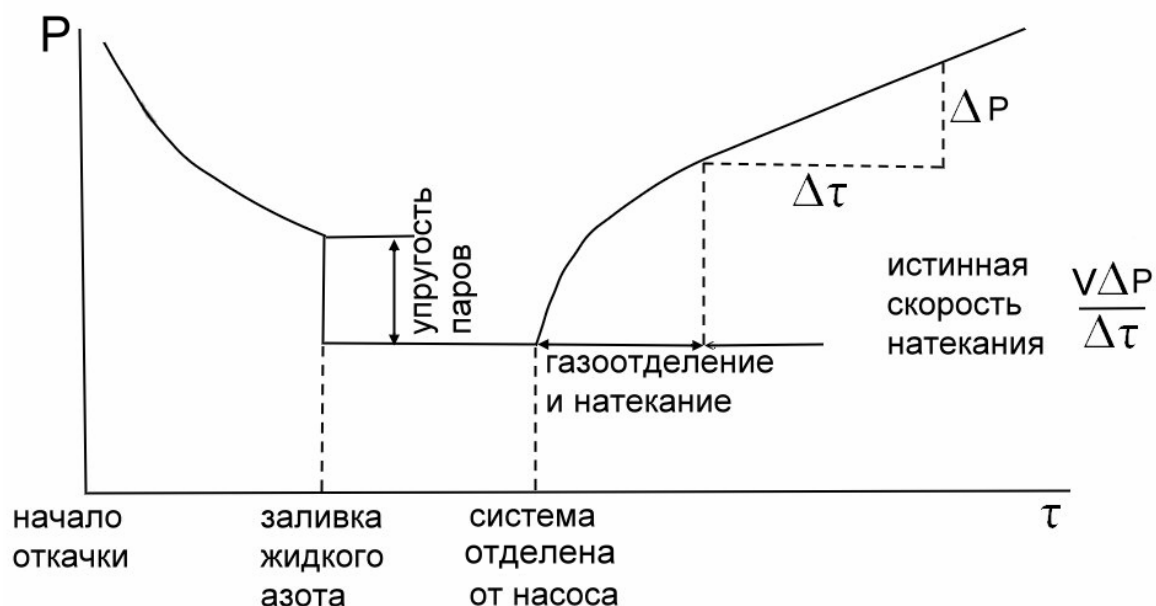


**Рис. 1.** Изменение во времени давления в изолированной от насоса системе.

Если давление в системе оказывается значительно выше предельного вакуума насоса и после перекрытия крана практически не меняется (прямая *а*), то это значит, что установка не может быть откачана из-за неисправности насоса. Изменение давления в соответствии с кривой (*б*) свидетельствует о наличии в системе источников газовыделения, так как с некоторого момента давление в

системе перестает изменяться благодаря установлению нового равновесия между выделением и поглощением стенками газов или паров. Если давление в системе, откачанной до  $P \ll P_{\text{атм}}$ , непрерывно возрастает и пропорционально времени (прямая (е)), то причина этого состоит в натекании в систему извне.

**Неисправность насосов** – случай достаточно редкий. Значительно чаще препятствует получению вакуума загрязнение системы (газовыделение) или ее негерметичность. Однако практически редко приходится иметь дело с натеканием или газовыделением в чистом виде и получать приведенные выше характеристики. Чаще всего оба явления накладываются друг на друга, и необходимо определить, какое из них основное. Общая характеристика изменения давления в вакуумной системе обычно имеет вид, показанный на рис. 2.



**Рис. 2.** Общая характеристика поведения вакуумной системы.

Снятие зависимостей, характеризующих изменение давления в вакуумной системе после отделения от нее насоса, операция громоздкая и не всегда доступная. Поэтому целесообразно остановиться на некоторых приемах выяснения причины неисправной работы вакуумной системы:

1. Определение причины повышенного давления при исправно работающем насосе может быть легко произведено при помощи манометрической лампы, подсоединенной к системе через охлажденную ловушку. Если система «газит», то залив жидкого азота в ловушку вызывает резкое изменение показаний манометра, соответствующее уменьшению давления. Это

объясняется тем, что подавляющее большинство компонентов смеси, выделяемой стенками деталей вакуумных систем, конденсируются при температуре жидкого азота. В случае наличия течей показание манометра практически не изменится, так как в систему из атмосферы натекают в основном неконденсируемые при этих условиях газы. Наибольшую чувствительность описанный прием имеет в области сравнительно высокого вакуума при использовании в качестве индикатора ионизационного или магнитного электроразрядного манометра.

2. Если в системе невозможно достичь давление ниже  $(1 - 5) \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст. и в ней есть стеклянные детали, тогда для определения причины повышенного давления по свечению разряда можно воспользоваться трансформатором Тесла. Работа с трансформатором Тесла будет описана ниже.
3. При газовыделении, как основной причине повышенного давления в процессе откачки, происходит очень медленное понижение давления вследствие обезгаживания, не наблюдаемое в случае негерметичности.
4. В системе, изолированной на длительное время, ухудшение давления до атмосферного (характерный «хлопающий» звук механического насоса при включении) свидетельствует, как правило, о ее негерметичности.

**Газовыделение.** Истинное газовыделение обуславливается свойством твердых тел удерживать в своей толще и на поверхности молекулы паров и газов и медленно выделять их в процессе откачки. Интенсивность газовыделения зависит от температуры вакуумных деталей, их размеров, качества обработки поверхностей, физических и химических свойств материалов. В связи с этим весьма серьезную роль играет правильный выбор материалов для изготовления вакуумных систем и технологии их обработки. Однако не менее важным является вопрос чистоты вакуумных деталей, их поверхностного загрязнения. Строгое соблюдение вакуумной гигиены, т.е. предельная чистота собираемых деталей, тщательная осушка их после промывки – правило работы вакуумщика.

**Герметичность** – это непроницаемость стенок, ограничивающих объем, для газов и жидкостей. Часто о степени

герметичности судят по повышению давления в объеме, изолированном от откачки. Однако только по скорости изменения давления нельзя дать количественную оценку степени герметичности, так как равные количества газа в откачанных сосудах различного объема вызовут различное нарастание давления. Поэтому герметичность должна характеризоваться количеством газа, проникающего в систему в единицу времени, т.е. произведением объема, занимаемого газом, на изменение в нем давления в единицу времени после прекращения откачки. Это можно выразить формулой:

$$B = \frac{V \cdot \Delta P}{\Delta \tau},$$

где  $V$  – изолированный от откачки объем,  $\Delta P$  – изменение в нем давления за время  $\Delta \tau$ ,  $B$  – величина натекания, измеряемая в единицах  $[\text{м}^3 \cdot \text{мм рт. ст.}/\text{с}]$  или  $[\text{м}^3 \cdot \text{Па}/\text{с}]$ .

Газ проникает внутрь системы через места нарушения герметичности, называемые течами. Натекание, характеризующее общую герметичность системы, определяется прониканием газа через все имеющиеся в объеме течи.

### ***Общая характеристика методов течеискания***

Наиболее общая характеристика различных современных течеискателей заключается в их способности избирательно реагировать на то или иное вещество, носящее название *пробного*. Процесс поиска течи заключается в увлечении течеискателем пробного вещества, проникающего через течь, и его реакции на это вещество. Чем выше избирательная способность прибора, тем резче его реакция на пробное вещество, тем больше оказывается чувствительность течеискателя. В свою очередь реакция прибора на проникание сквозь течь пробного вещества тем резче, чем сильнее это вещество отличается от воздуха по электрическим, тепловым или другим свойствам. Поэтому в каждом отдельном случае важно правильно сочетать принцип, положенный в основу аппаратуры для обнаружения течей, и пробное вещество к нему.

### ***Обнаружение течей при избыточном давлении***

Метод опрессовки применяется для испытаний изделий, в которых нельзя или нецелесообразно создавать разрежение. В этом



случае в изделии создается избыточное давление пробного газа и фиксируется проникновение его на наружную поверхность с помощью целого ряда течеискателей.

Кроме того, учитывая размеры и конфигурацию исследуемой на течь вакуумной установки, возможно погружение ее в жидкость или смачивание поверхности мыльным раствором. В обоих случаях образование пузырьков свидетельствует об истечении газа, а также позволяет оценить величину течи по скорости образования и величине пузырей. Чувствительность метода к течам может быть несколько повышена применением для опрессовки газов с меньшей, чем у воздуха вязкостью. Примерно вдвое большую чувствительность дает применение водорода. Применение гелия при опрессовке выигрыша не дает, поскольку вязкость его даже несколько превышает вязкость воздуха, а молекулярный вес здесь роли не играет.

### ***Обнаружение течей при пониженном давлении***

**Метод высокочастотного разряда.** Метод высокочастотного разряда применим для определения степени разрежения и обнаружения течей в стеклянных вакуумных приборах и установках, а также в металлических системах при наличии в них стеклянных деталей или при установке специального стеклянного разрядника.

На методе высокочастотного разряда основана работа искрового течеискателя, который конструктивно выполнен в виде небольшого блока с выносным ВЧ электродом (трансформатор Тесла).

В откачанном объеме, отделенном от окружающего пространства стеклянными стенками, может быть возбужден безэлектродный высокочастотный разряд, характер которого определяется степенью достигнутого в объеме разрежения. При давлении в объеме, близком к атмосферному, приближение к стеклу электрода высокочастотного трансформатора не сопровождается никакими внешними эффектами. В диапазоне давлений от 10 до  $5 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст. возникает разряд, сопровождающийся интенсивным свечением, исчезающим по мере улучшения вакуума. При давлении в объеме ниже  $5 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст. разряд проявляется в беспорядочном пучке искр, бьющих в стекло с электрода высокочастотного трансформатора. Место течи на гладкой поверхности стеклянной установки или в стеклянных спаях можно обнаружить передвижением вдоль них острия электрода. Приближение электрода на расстояние порядка 1 см к течи сопровождается

формированием разряда в тонкий ярко-белый искровой пучок, направленный своим концом точно на место нахождения течи.

Следует иметь в виду, что искра, бьющая с острия электрода в течение длительного времени в одно и то же место стекла, может пробить его и образовать новую течь.

**Люминесцентный метод.** Люминесцентный метод в отличие от большинства других методов связан с непосредственным обнаружением жидкого пробного вещества и широко применяется для испытания на герметичность малогабаритных открытых сосудов, откачка или опрессовка которых затруднена или просто невозможна.

Испытуемый на герметичность сосуд целиком или только подозрительной по натеканию частью помещается в раствор люминофора в органической жидкости (трихлорэтилене или четыреххлористом углероде) так, чтобы он не попал во внутреннюю полость или на противоположную поверхность стенки, которые по окончании выдержки обследуют в ультрафиолетовых лучах.

Если в погруженном сосуде имеется течь, то под действием капиллярных сил между стенками течи и раствором последний втягивается внутрь течи и рано или поздно проходит по всей длине на противоположную сторону течи, где по мере испарения растворителя накапливается подсохший люминофор.

При облучении испытуемого сосуда ультрафиолетовыми лучами светящийся люминофор укажет место нахождения течи.

Люминофор – люмоген – дает желтое или красное свечение, которое легко отличить от ложных сигналов зеленоватого свечения, возникающего от воздушных пузырьков стекле, или голубого свечения жировых поверхностных загрязнений.

Преимуществами этого метода являются отсутствие необходимости в откачке испытуемых сосудов и его относительно высокая чувствительность, которая ограничивается лишь допустимой для данного случая длительностью выдержки испытуемого сосуда в растворе до появления свечения.

**Метод обдува** в основном применяется для испытаний вакуумных систем с собственными средствами откачки и элементов вакуумных систем. В этом случае на наружную поверхность изделия подается пробный газ. Во внутренней полости изделия создается разрежение и фиксируется проникновение в нее пробного газа.

Помимо специализированных течеискателей для регистрации пробного газа можно использовать имеющиеся в системе

манометрические датчики или использовать эффект изменения цвета свечения тлеющего разряда:

**Манометрический способ.** В ходе испытаний на герметичность манометры широко применяются для определения общего натекания в объеме по изменению в них давления. Однако манометры могут использоваться и непосредственно как течеискатели, позволяющие устанавливать места нарушения герметичности и оценивать величину течей.

Практически каждая современная вакуумная система содержит, по крайней мере, один из наиболее распространенных манометров – ионизационный, тепловой или магнитный электроразрядный. Каждый из них может быть использован для поиска течей.

Отыскание течей с помощью манометра сводится к следующему. Подозреваемое в натекании место обдувают пробным газом или опрыскивают жидким пробным веществом. Изменение показаний манометра индицируют течь.

Механизм происходящих при этом явлений существенно различается для случаев работы с газообразными или жидкими пробными веществами. Остановимся на жидкостях, так как они позволяют получить значительно более высокую эффективность поиска. Используются такие легкокипящие жидкости как ацетон, спирт и т.д.

Основной эффект, определяющий аномально высокую чувствительность манометров к легкокипящим жидким пробным веществам, заключается в резком увеличении количества протекающего через течь вещества при замене воздуха пробной жидкостью.

Изменение показаний манометров при перекрытии течи пробным жидким веществом носит следующий характер. Сначала отсчет давления уменьшается (на несколько секунд – поступление воздуха через течь прекратилось, а фронт жидкости еще не успел пройти по каналу течи. Последующее резкое увеличение давления сигнализирует о попадании жидкости в откачанный объем (происходит ее испарение). На практике при использовании тепловых манометров, ввиду инерционности их работы, уменьшение давления не регистрируется.

Помимо описанного основного эффекта, при работе с жидким пробным веществом возможен побочный эффект – уменьшение давления в системе вследствие засорения течи случайными

твердыми частицами, взвешенными в жидкости или самой жидкостью.

**Способ тлеющего разряда.** В разрядной трубке, присоединенной к исследуемой на течь вакуумной установке, вызывают тлеющий разряд газа. Если в установке имеются следы воздуха, то свечение обычно имеет пурпурно-белый свет. Если к месту предполагаемой течи прикоснуться ватой, увлажненной, например, спиртом или ацетоном, или распылить спирт или ацетон (с помощью пульверизатора, шприца) вблизи этого места, то можно заметить изменение цвета свечения внутри установки вследствие проникновения паров пробного вещества через щель.

Недостаток данного способа состоит в том, что проникновение жидкости через незначительные течи происходит очень медленно и изменение цвета свечения может произойти с запозданием, когда проверяется на герметичность уже другое место установки, что может ввести в заблуждение наблюдателя.

### *Типы течеискателей*

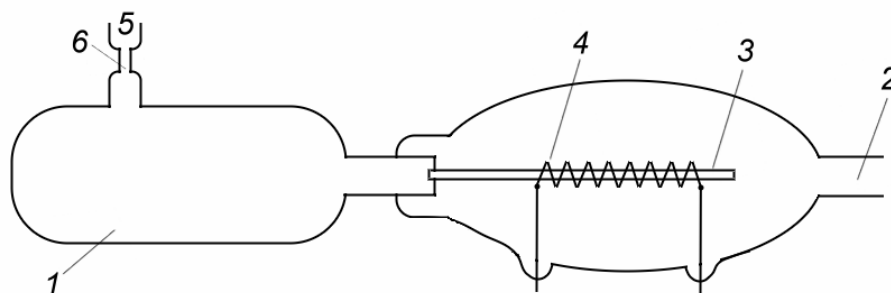
В технике высокого вакуума различают течеискатели по способу регистрации течи:

- течеискатель с палладиевым барьером;
- галоидный течеискатель;
- масс-спектрометрический течеискатель.

**Течеискатель с палладиевым барьером.** Данный метод основан на том факте, что палладий является проницаемым только для водорода, причем эта проницаемость быстро возрастает с повышением температуры палладия.

Известно, что ионизационным манометром можно пользоваться для обнаружения течей только при условии, что давление в системе меньше  $10^{-3}$  мм рт. ст. Это ограничение отпадает, если воспользоваться схемой, представленной на рис. 3. Датчик ионизационного манометра 1 откачивается через свою откачную трубку. Испытываемый на течь объем присоединяется к трубке 2. Между ионизационным манометром и испытываемым объемом непосредственно сообщения нет. Разделительная стенка частично состоит из палладиевой трубки 3, которую можно нагреть спиральным подогревателем 4 до 800 °С. Испытываемые на течь места обдуваются водородом. Последний проникает через течь в откачиваемый объем, частично диффундирует через нагретую

палладиевую стенку и повышает давление в датчике ионизационного манометра. Проникший в объем *1* водород можно снова откачать через палладиевую стенку.



**Рис. 3.** Палладиевый течеискатель: *1* – датчик ионизационного манометра; *2* – трубка для присоединения к откачиваемому объему; *3* – палладиевая трубка; *4* – спиральный подогреватель; *5* – штенгель с перетяжкой *6*.

При работе с палладиевым течеискателем могут возникнуть следующие трудности:

- вследствие разложения углеводородов, а также водяного пара на горячей палладиевой стенке образуется свободный водород, который может дать ложный сигнал о течи. С этой трудностью можно справиться, используя охлаждаемую ловушку.
- на поверхности палладия возможно образование слоя адсорбированного кислорода, препятствующего диффузии водорода, и, следовательно, снижающего чувствительность манометрической лампы.

**Галоидный течеискатель.** Платина, накаливаемая до температуры 800–900 °С, дает заметную эмиссию положительных ионов, которая резко возрастает в присутствии в атмосфере воздуха газов, содержащих галогены. Это дает возможность обнаруживать небольшие утечки галогенсодержащего газа, создающее местное повышение концентрации галогенов.

Чувствительный элемент галоидного течеискателя представляет собой платиновый диод с навитым на керамическую трубку анодом прямого накала. Эмитируемые анодом ионы воспринимаются вторым электродом-коллектором, соединенным с усилителем постоянного тока. Стрелочный прибор на выходе усилителя регистрирует увеличение ионного тока при попадании галогенов в межэлектродное пространство чувствительного элемента. Такой диод может работать как при атмосферном давлении, так и в вакууме.

В первом случае диод является датчиком атмосферного галоидного течеискателя, во втором случае – вакуумного галоидного

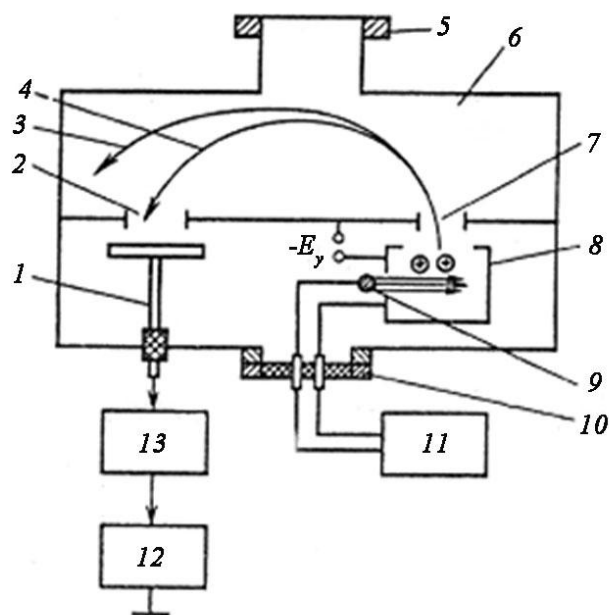
течеискателя. С атмосферным галоидным течеискателем поиски течи ведут методом опрессовки изделий газом, содержащим галогены. С помощью вакуумного галоидного течеискателя поиски ведутся таким же методом, как и гелиевым течеискателем, с применением фреона или другого галогеносодержащего пробного вещества.

**Масс-спектрометрический течеискатель.** Масс-спектрометрический течеискатель – это относительно простой газоанализатор, настроенный, как правило, на регистрацию содержания одного пробного газа в газовой смеси. В большинстве случаев пробным газом служит гелий, который, будучи химически инертным газом, совершенно безвреден и безопасен в работе. Благодаря малому содержанию гелия в атмосферном воздухе (всего 1/200 000 часть) и в газах, выделяемых внутренними стенками вакуумной системы, фон, на котором регистрируют сигнал, невелик, что обеспечивает высокую чувствительность течеискателя. Малая молекулярная масса гелия (массовое число 4) позволяет не только создать малогабаритную и простую конструкцию масс-спектрометрической камеры течеискателя, но и обеспечивает эффективное проникновение пробного вещества через течи. Кроме того, пик однократно ионизированного атома гелия (отношение массы к заряду иона  $m/e = 4$ ) в спектре масс практически невозможно спутать с пиком какого-либо другого ионизированного атома или молекулы.

Масс-спектрометрический анализ сводится к следующим процессам, происходящим в условиях высокого вакуума:

1. превращение анализируемых молекул в положительные ионы с зарядом  $e$ ;
2. создание моноэнергетического ионного пучка посредством ускорения ионов продольным электрическим полем;
3. разложение ионного пучка на компоненты по значениям  $m/e$ , где  $m$  – масса заряженной частицы;
4. регистрация и измерения интенсивности выделенного ионного луча с определенным отношением  $m/e$ .

Эти процессы осуществляются в трех основных узлах масс-спектрометра (рис. 4). В *ионном источнике* происходит ионизация газа и формирование ионного пучка, который в *анализаторе* разделяется по массам. Выделенный пучок ионов с определенным  $m/e$  воспринимается *регистрирующим устройством*, измеряющим его интенсивность.



**Рис. 4.** Масс-спектрометрическая камера течеискателя: 1 – коллектор ионов; 2 – выходная щель; 3 – траектория остаточных газов; 4 – траектория ионов гелия; 5, 10 – фланец; 6 – камера магнитного анализатора; 7 – входная щель; 8 – камера ионизации; 9 – катод; 11 – источник питания; 12 – блок измерения ионного тока; 13 – электрометрический каскад.

**Цель данной работы** – ознакомление с методами течеискания, работы с течеискателями и определение мест натекания в вакуумных системах.

### ***Варианты выполнения работы***

1. Определение мест натекания методами тлеющего и высокочастотного разряда.
2. Определение мест натекания с помощью галоидного течеискателя ГТИ-6.
3. Определение мест натекания с помощью передвижного гелиевого течеискателя ПТИ-10.

### ***Определение мест натекания методами тлеющего и высокочастотного разряда***

В ходе работы необходимо проверить исследуемую вакуумную систему на герметичность, выполнив следующие действия:

1. Определить предельное давление, создаваемое вакуумным насосом при работе с отсеченной системой.

2. Соединить исследуемую вакуумную систему с насосом и определить предельное давление, которое можно получить на данной установке, получив кривую откачки.
3. Снять кривую натекания в отсеченной вакуумной системе.

Далее необходимо с помощью метода тлеющего разряда, используя в качестве пробной жидкости ацетон, и методом высокочастотного разряда уточнить места натекания в системе.

### ***Определение мест натекания с помощью галоидного течеискателя ГТИ-6***

Течеискатель ГТИ-6 предназначен для определения течей в обследуемых на герметичность системах путем опрессовки.

Течеискатель состоит из двух основных элементов:

1. регистрирующего блока ГТИ-6 с индикацией нарушения герметичности стрелочным прибором и звуковой индикацией;
2. выносного щупа в форме пистолета со световой индикацией, соединенный с регистрирующим блоком кабелем.

Внешний вид галоидного течеискателя представлен на рис. 5.



**Рис. 5.** Течеискатель ГТИ-6.

В испытуемую систему вводится несколько капель галогенсодержащей жидкости (например,  $CCl_4$ ) и нагнетается воздух до давления порядка 2 атм. При поднесении щупа к подозреваемым местам испытуемой системы, истекающий воздух, содержащий галогены, протягивается с помощью вентилятора через датчик. При наличии течи наблюдаются отклонение стрелки прибора и увеличение частоты звука.



Включение течеискателя следует производить в помещении, имеющем хорошую вытяжную вентиляцию.

#### *Перед началом работы*

- Ручки переменных резисторов установить в крайнее левое положение.
- Тумблеры должны быть в нижнем (выключенном) положении.
- Переключатель шкал – в положении «1».

#### *Включение течеискателя*

1. Включить тумблер «*Сеть*» на передней панели, при этом должно светиться сигнальное табло и работать двигатель вентиляционного устройства выносного щупа. ***Если двигатель не работает, надо немедленно выключить течеискатель.***
2. Прогреть регистрирующий блок в течение 15 минут.
3. Проверить балансировку усилителя постоянного тока (УПТ), для чего перевести переключатель шкал в положение «4». Стрелка прибора должна находиться в нулевом положении. При отклонении стрелки от нулевого положения произвести ее установку на нуль с помощью потенциометра «*Корректор нуля УПТ*» на задней панели регистрирующего блока и вернуть переключатель шкал в положение «1».

#### *Предварительная регулировка течеискателя*

4. Для разогрева эмиттера датчика до рабочей температуры необходимо:
  - установить риску потенциометра «*Регулировка тока накала*» в положение между индексами 8 и 9, при этом стрелка на приборе должна находиться между значениями 80 и 90;
  - контролировать в течение 15 минут изменение показаний стрелочного прибора, при необходимости с помощью регулировки тока накала возвращать стрелку между значениями 80 и 90.

Свидетельством установления рабочей температуры эмиттера датчика служит отсутствие дрейфа показаний стрелочного прибора.

5. Перевести переключатель шкал в положение «2» и потенциометром «*Регулировка тока накала*» установить начальный ток датчика 20-50% .

### **Примечания:**

- Если течеискатель включается впервые или после длительного хранения, необходимо увеличить время прогрева.
  - Не рекомендуется работать при мощности накала большей, чем необходимо для обеспечения заданной чувствительности, так как за счет резкого возрастания чувствительности датчика могут наблюдаться колебания стрелки выходного прибора на шкале «2».
6. Включить тумблер *«Компенсация начального тока»* и потенциометром *«Компенсация начального тока»* снизить начальный ток до нуля.
  7. Перевести переключатель шкал в положение «3» и также скомпенсировать начальный ток.
  8. При работе со световой и акустической индикацией следует установить потенциометр *«Громкость»* – в среднее положение.
  9. Течеискатель готов к работе.

### *Оценка чувствительности течеискателя*

Для оценки чувствительности течеискателя к различным пробным веществам используются галогенсодержащие пары соляной кислоты (HCl) и четырёххлористого углерода (CCl<sub>4</sub>), а также не содержащие галогенов пары ацетона (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O).

При проведении измерений необходимо исследовать влияние на интенсивность регистрируемого сигнала расстояния до течи (источника паров) в следующих положениях:

- приближая щуп течеискателя вертикально сверху вниз,
- приближая щуп течеискателя в горизонтальной плоскости,
- приближая щуп течеискателя вертикально снизу вверх (источник паров при этом находится на возвышении).

### *Выключение течеискателя*

1. Установить риску потенциометра *«регулировка тока накала»* в крайнее левое положение.
2. Установить переключатель шкал в положение «1».
3. Выключить тумблер *«Компенсация начального тока»*.
4. Выключить тумблер *«Сеть»*.

Проанализировать полученные результаты и сделать выводы о применимости испытанных веществ в данном методе течеискания.

## Определение мест натекания с помощью передвижного гелиевого течеискателя ПТИ-10

Отличаясь от других средств обнаружения мест натекания высокой чувствительностью, гелиевые течеискатели широко используются при наладке высоко- и сверхвысоковакуумных установок. Внешний вид передвижного гелиевого течеискателя ПТИ-10 представлен на рис. 6.



Рис. 6. Течеискатель ПТИ-10.

Вакуумная система течеискателя состоит из механического и паромасляного насосов с воздушным охлаждением, охлаждаемой жидким азотом ловушки, вентилей с ручным и электромагнитным приводами и манометрических преобразователей.

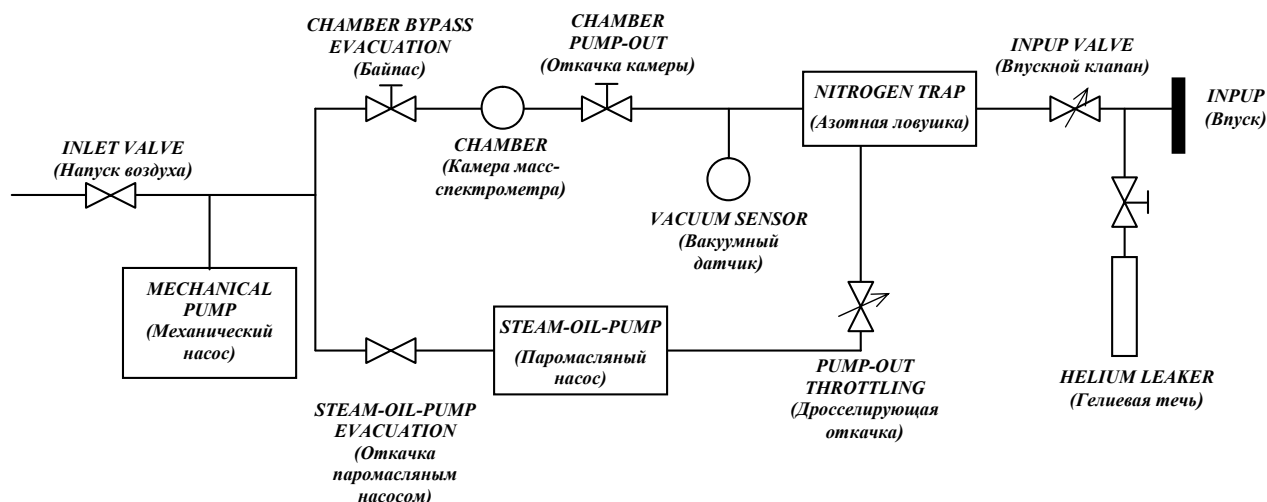


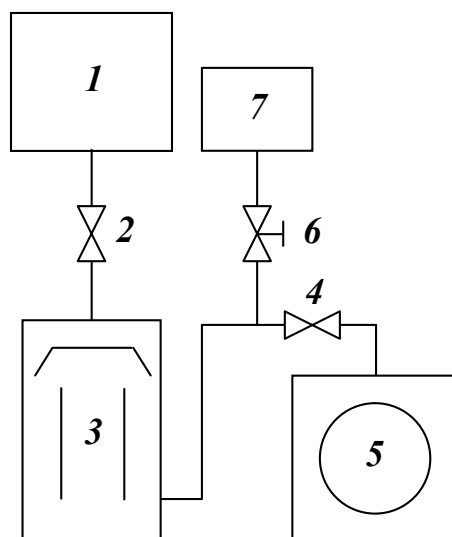
Рис. 7. Вакуумная схема течеискателя ПТИ – 10.

### *Перед началом работы*

Приступая к работе с течеискателем необходимо убедиться, что все переключатели, тумблеры и клапаны на панелях управления выключены или закрыты.

### *Включение течеискателя*

1. Подсоединить с помощью шланга испытуемую на натекание систему ко входу течеискателя (*Input*), как показано на рис. 8.
2. Повернуть тумблер «*Сеть*» («*ON*») на верхней панели течеискателя, при этом должен включиться форвакуумный насос.
3. Нажатием на кнопку «*Evacuation*», открыть электромагнитный вентиль «*Откачка паромасляного насоса*» (*Steam – oil pump – evacuation*).
4. Открыть вентиль «*Дросселирующий кран*» (*Pump – out throttling*), находящийся с правого бока течеискателя.
5. После достижения необходимого разрежения в форвакуумной линии ( $5 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст.) включить нагреватель паромасляного насоса. Тумблер «*Включение нагревателя насоса*» (*on – heater*) переключить в положение «*ON*».
6. Через 25-30 минут периодическим нажатием (раз в 2-3 мин.) на кнопку «*Разблокировка*» (*Unlocking*) проверить, установилось ли в системе течеискателя требуемый вакуум ( $< 3 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст.). При этом должна погаснуть лампочка «*Плохой вакуум*» (*Poor vacuim*), находящаяся на нижней панели течеискателя.
7. Залить жидкий азот в ловушку.
8. Включить катод ионного источника. Для этого тумблер «*Измерение*» (*Measurement*) поставить в положение «*Ток эмиссии*» (*Emission current*), а переключатель «*Ток эмиссии*» (*Emission current*) в положение «*5 мА*».
9. Тумблер «*Измерение*» переключить в положение «*Ускоряющее напряжение*» (*Accelerating voltage*) и убедиться в наличие напряжения по прибору на нижней панели. Ускоряющее напряжение должно находиться в пределах 300 – 400 В.
10. Произвести настройку течеискателя на пик атмосферного гелия.
11. Произвести поиск течей, наблюдая по стрелочному прибору за ионным током и слушая сигнал звукового индикатора (частота сирены при попадании гелия в камеру уменьшается от высоких до низких тонов).



**Рис. 8.** Схема присоединения течеискателя ПТИ-10 к испытываемой системе.  
 1 – рабочая камера установки; 2, 4 – клапаны;  
 3 – высоковакуумный насос; 5 – форвакуумный насос;  
 6 – дросселирующий клапан; 7 – течеискатель.

**Внимание!** Поиск течей всегда нужно начинать с самой верхней части испытываемого объема, так как гелий, обтекая исследуемый узел или установку снизу вверх, может попасть в течь, которая расположена на верху, и вызвать сигнал, хотя струя гелия была направлена на место, которое находится ниже течи.

#### *Выключение течеискателя*

1. Закрыть вентиль 1.
2. Выключить катод ионного источника, закрыть вентиль «Дросселирующая откачка» и выключить нагреватель паромасляного насоса.
3. Через 25-30 минут (необходимых для охлаждения нагревателя) выключить механический насос и установку тумблером «Сеть».

#### **Контрольные вопросы:**

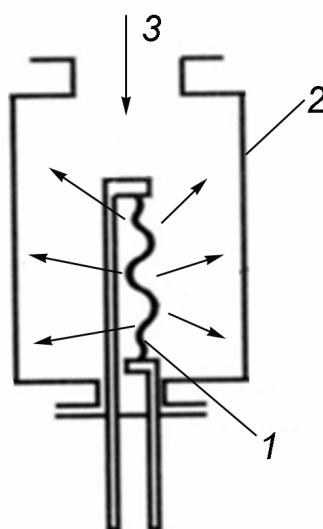
1. Приемы выяснения причины неисправной работы вакуумной установки.
2. Общая характеристика поведения вакуумной системы.
3. Понятия герметичности, натекания, величины течи.
4. Методы обнаружения течей.
5. Чем обусловлен выбор гелия в качестве пробного газа для определения мест натекания.

## Лабораторная работа № 5

# ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СРЕДСТВА ОТКАЧКИ

### *Принцип действия и классификация электрофизических средств откачки*

Принцип действия электрофизических средств откачки основан на протекании физико-химических процессов при взаимодействии частиц газа с сорбирующей поверхностью, которая представляет собой постоянно обновляемый слой активного вещества – геттера (рис. 1).



**Рис. 1.** Схема геттерного насоса. 1 – испаритель (источник геттерного материала), 2 – сорбирующая поверхность, 3 – откачиваемый газ.

По виду взаимодействия откачиваемых газов с сорбирующей поверхностью различают следующие основные процессы поглощения газов: сорбция, ионная откачка и «замуровывание».

**Сорбция** – поглощение атомов и/или молекул газа в результате образования слабой физической или сильной химической связи и твердых растворов с последующей диффузией продуктов. Физически адсорбируются только атомы инертных газов, основным механизмом при откачке активных газов является образование химических соединений (оксидов, нитридов и др.), которые имеют весьма низкие давления паров и диссоциируют при очень высоких температурах.

**Ионная откачка** – поглощение ионизованных атомов и/или молекул газа в результате внедрения ионов, ускоренных

электрическим полем в материал отрицательно заряженных электродов с последующей диффузией.

Ионы химически активных газов могут образовывать химические соединения, а ионы инертных газов удерживаются в кристаллической решетке физическими связями, при этом энергия связи ионов с поверхностью близка к энергии связи молекул при хемосорбции.

**Замуровывание** – это образование над адсорбированными частицами газа новой пленки геттера, предотвращающей их дальнейшую десорбцию. Данный механизм играет существенную роль при откачке инертных газов, хотя и не оказывает влияния на общую быстроту откачки насоса. При нормальной температуре время адсорбции невозбужденных атомов инертного газа на сорбирующих поверхностях слишком мало, чтобы этот механизм откачки мог быть заметным. Поэтому для повышения эффективности необходимо либо охлаждение поверхности, либо ионизация (возбуждение) откачиваемых атомов. Падающие на поверхность ионы и возбужденные атомы пребывают на поверхности сорбции значительно большее время – достаточное для замуровывания слоями распыляемого геттера.

По методу нанесения геттерных покрытий различают испарительные геттерные, ионно-геттерные, магнитные электроразрядные и комбинированные насосы.

### ***Испарительные геттерные насосы***

В основе принципа действия испарительных геттерных насосов лежат два процесса поглощения газов: сорбция и замуровывание.

Чтобы откачивающее действие пленок геттеров было эффективным, коэффициент прилипания газа на сорбирующей поверхности должен быть близок к единице, а время пребывания молекул газа на поверхности сорбции – по возможности продолжительным. Эти условия выполняются при использовании материалов с большой энергией химической связи, а также при снижении температуры сорбирующей поверхности.

В качестве геттеров обычно используют пленки титана, циркония, тантала, бария, молибдена и других химических активных веществ.

Основным фактором при выборе геттерного материала является сорбционная активность его паров и пленок. Один из физических

показателей этой активности – теплота сорбции  $E$ , определяющая прочность связи адсорбированных частиц. Значения теплоты сорбции газов на пленках титана приведены в таблице 1. Вследствие малой теплоты сорбции инертных газов, характерной для геттеров, эффективная откачка этих газов испарительными насосами невозможна.

Таблица 1

Газ	H <sub>2</sub>	CO	N <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>	Ar	Kr	Xe
$E$ , кДж/моль	19,3	419	356	813	461	8,38	16,8	33,5

Кроме высокой сорбционной активности, к геттерам предъявляют ряд других требований. Геттер должен легко испаряться при температуре не слишком высокой, чтобы не испарялись другие материалы вакуумной системы, но и не слишком низкой, чтобы можно было проводить обезгаживание системы. Геттер должен иметь низкое давление паров ( $10^{-2} - 10^{-3}$  мм рт. ст.) и должен быть активным в широком интервале температур. Образующиеся химические соединения должны быть устойчивы, чтобы поглощенный при температуре окружающей среды газ не выделялся во время работы насоса.

Инертные газы и углеводороды геттерными пленками практически не поглощаются, их удаляют с помощью вспомогательных средств откачки. При этом не удается полностью освободиться от углеводородов, так как они (например, CH<sub>4</sub>) синтезируются на поверхности пленки, играющей роль катализатора. Присутствие углеводородов в составе остаточных газов не позволяет получить остаточное давление ниже  $10^{-9} - 10^{-11}$  мм рт.ст.

Сорбционные характеристики геттерных пленок сильно зависят от температуры и условий образования. В испарительных геттерных насосах титан, как наиболее распространенный геттерный материал, нагревается до 1100 – 1400 °С в зависимости от требуемой скорости испарения и типа испарителя. Различают насосы с твердофазными испарителями, где распыление геттера осуществляется методом сублимации при температуре значительно ниже температуры плавления геттера, и насосы с жидкофазными испарителями, в которых геттерный материал нагревается выше температуры плавления. В обоих случаях распыление геттера может осуществляться по средством:

- омического нагрева твердого распыляемого материала;

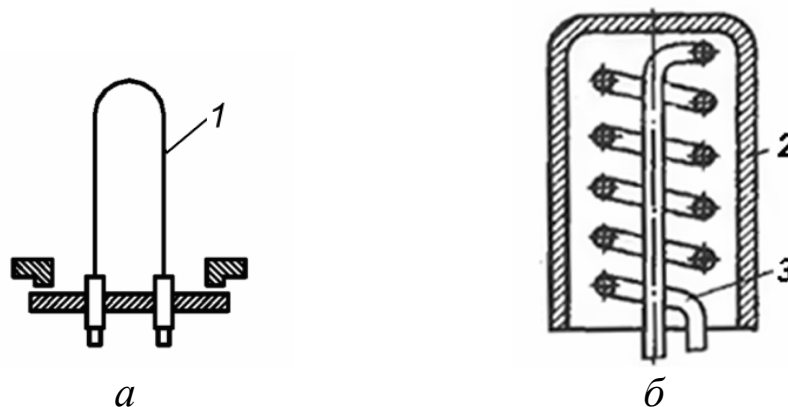


- излучения накаливаемой вольфрамовой спирали;
- электронной бомбардировки;
- дугового разряда (только для жидкофазных испарителей).

Метод сублимации является наиболее распространенным, так как контролируется проще, чем испарение из жидкой фазы.

Испаритель геттерного металла является основным элементом геттерных насосов. Для оценки испарителей используются следующие характеристики:

- энергетическая эффективность (подводимая к испарителю мощность на единицу скорости испарения геттера);
- коэффициент использования геттера (отношение массы испаренного геттера к моменту выхода испарителя из строя к его начальной массе);
- скорость испарения геттера и диапазон ее регулирования;
- предельно допустимое давление газовой среды при включении испарителя.



**Рис. 2.** Конструкции твердофазных испарителей:  
*а* – прямонакальный; *б* – косвенного нагрева.

*1* – биметаллический испаритель; *2* – испаряемый геттерный материал;  
*3* – нагреватель.

Простейший прямонакальный испаритель представлен на рис. 2,а. Испаритель такого типа представляет собой отрезок («шпильку») биметаллической проволоки с молибденовым керном (сердечником) диаметром  $d = 0,3-2$  мм, на который осажден слой титана толщиной  $\delta = 0,5d$  (рабочий ток испарителей до 200 А, температура геттера – до 1150 °С). В геттерных насосах устанавливается от одной до шести таких прямых или U-образных шпилек, содержащих от 1 до 17 г распыляемого титана. Скорость испарения регулируется подводимой мощностью; максимальный ресурс одной шпильки 600 ч.

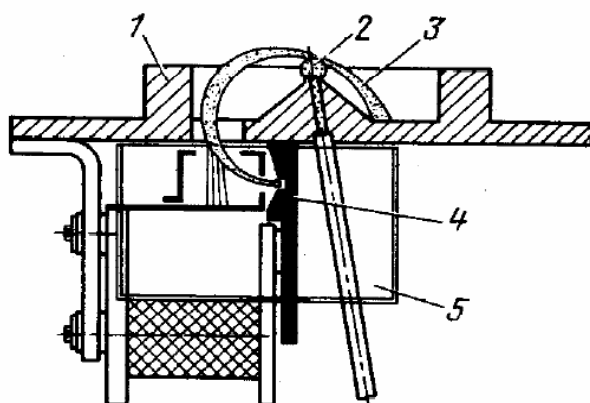
Прямонакальные испарители отличаются предельной простотой конструкции и схемы электропитания. Их недостатки - ограниченный ресурс и относительно малый коэффициент использования геттера.

Несколько больший коэффициент использования геттера имеют испарители косвенного накала (рис. 2,б). Такой испаритель выполняется в виде сферической Тi оболочки диаметром порядка 30 мм, во внутренней полости которой установлен проволочный вольфрамовый нагреватель. Скорость испарения Тi варьируется от  $3 \cdot 10^{-3}$  до 0,15 мг/с (начальная масса титана 35 г, максимальная потребляемая мощность 750 Вт). Толщина оболочки обычно не превышает 5 мм, что лимитирует общую массу геттера и ресурс испарителя. Коэффициент использования геттера ограничен местными прогарамии оболочки.

Максимальное давление газа при включении титановых испарителей рассматриваемых типов не должно превышать  $10^{-4}$  мм рт. ст. При более высоких давлениях на поверхности испарителя образуются слои химических соединений титана с откачиваемыми газами, резко снижающие скорость испарения и ухудшающие сорбционные характеристики насоса.

При создании высокопроизводительных геттерных насосов преимущественное применение получили электронно-лучевые и дуговые испарители титана.

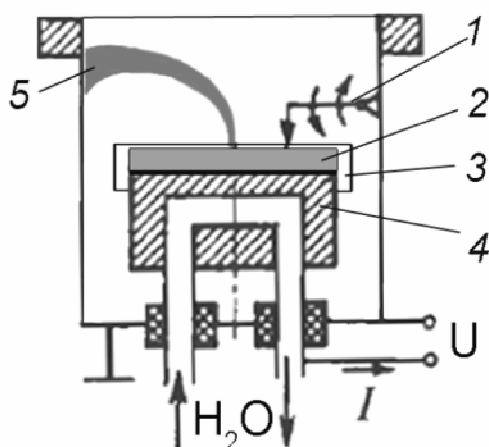
Электронно-лучевой испаритель представляет собой электронную пушку с вольфрамовым катодом и испаряемую мишень-анод, помещенные в поперечное магнитное поле (рис. 3).



**Рис. 3.** Схема электронно-лучевого испарителя проволоочного титана:  
1 - тигель испарителя, 2 - испаряемый металл, 3 - электронный луч,  
4 - электронная пушка, 5 - магнитная система.

Между пушкой и мишенью приложено ускоряющее напряжение в несколько киловольт. В зависимости от размера мишени и мощности электронного пучка максимальная скорость испарения титана может достигать  $\sim 25$  мг/с. Наличие поперечного магнитного поля, поворачивающего пучок электронов примерно на  $270^\circ$ , позволяет разместить электронную пушку вне зоны распыления титана.

В дуговых испарителях (рис. 4) источником распыляемого геттера служит катодное пятно дуги постоянного тока. Плотность тока в пятне достигает  $10^6 - 10^7$  А/см<sup>2</sup>. Дуга горит в парах испаряемого титана, что позволяет поддерживать ее горение вплоть до давлений  $10^{-8} - 10^{-9}$  мм рт. ст. Катодное пятно хаотично перемещается по поверхности испарения охлаждаемого водой катода, вследствие чего титан испаряется равномерно, и катод имеет сравнительно низкую температуру. Возбуждение дуги производится кратковременным замыканием катода с анодом (стенками насоса) подвижным молибденовым электродом или другим способом.



**Рис. 4.** Конструкция дугового испарителя.

*1* – подвижный молибденовый электрод; *2* – испаряемый геттерный материал; *3* – экран; *4* – медная подложка, *5* – дуга.

Конструктивно катод представляет собой экранированный диск из титана, лежащий на изолированной от корпуса и охлаждаемой водой медной подложке. Экран изолирован от катода и корпуса насоса (находится под нулевым потенциалом). Он служит для предотвращения попадания катодного пятна на боковые поверхности титанового диска.

Давление запуска насоса не должно превышать  $5 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст., иначе возможно образование неподвижных анодных пятен, способных проплавить стенку насоса.

Во время работы дугового испарителя в откачиваемой камере могут наблюдаться значительные (более чем на порядок) колебания давления. Это связано с тем, что откачиваемые за счет диссоциации в дуговом разряде углеводороды адсорбируются на поверхности пленки титана и в дальнейшем за счет его каталитических свойств образуют молекулы  $\text{CH}_4$ . Поскольку дуговой разряд является источником теплового и УФ излучения образованные молекулы  $\text{CH}_4$  десорбируются обратно в газовую среду, тем самым, повышая давление в камере.

Таким образом, дуговые геттерные насосы рекомендуется эксплуатировать в режиме циклического включения испарителей. В промежутках между распылением остаточное давление достигает значений  $10^{-8} - 10^{-9}$  мм рт. ст.

Из-за ограничения минимальной величины скорости испарения дуговые испарители целесообразно использовать в вакуумных системах с большими газовыми нагрузками.

В процессе эксплуатации геттерных насосов необходима периодическая чистка корпуса насоса от пленок титана. Необходимая периодичность чистки определяется режимом работы насоса, рабочим давлением, количеством напусков атмосферного воздуха и т.д. Рекомендуется чистить насос после испарения трех-четырёх блоков испарителей.

Наиболее частым видом отказа геттерного насоса является замыкание электродной системы по изоляторам в результате запыления их титаном. Частота отказов выше, если насос в основном работает при высоких впускных давлениях.

Следует отметить, что геттерные насосы представляют собой удобные вспомогательные откачивающие устройства, позволяющие эффективно устранять неожиданные выбросы газа в систему, например, вследствие интенсивного газыделения из какого-либо элемента установки.

К недостаткам этих насосов, препятствующим их применению в качестве основных насосов для получения сверхвысокого вакуума, остается трудность обеспечения максимальной активации поглотителей, а также плохая воспроизводимость скорости откачки. Кроме того, насосы этого типа не способны откачать инертные газы и углеводороды.

## ***Испарительные ионно-геттерные насосы***

Эффект ионного откачивания газов определяется, главным образом, следующими причинами.

- Ионизованные молекулы активных газов, таких, как  $O_2$ ,  $H_2$ ,  $N_2$  и  $CO_2$  обладают значительно более высокой химической активностью по сравнению с нейтральными молекулами (*сорбция*).
- Ионы, ускоряясь в электрическом поле, приобретают значительную кинетическую энергию и вследствие этого могут проникать вглубь поверхности, об которую они ударяются (*ионная откачка*).
- При бомбардировке ионами катода, выполненного из геттерного материала, происходит его распыление. Образующиеся при этом частицы геттера при столкновении с молекулами газа могут их захватывать, обеспечивая, тем самым, дополнительное откачивание газа.

Таким образом, в ионно-геттерном насосе необходимо обеспечить, в первую очередь, эффективную ионизацию молекул газа. Простейшим способом ионизации газа является столкновение атома (молекулы) газа с электроном, обладающим энергией достаточной для отрыва еще одного электрона.

При высоких давлениях, например, атмосферном, длина свободного пробега электронов мала, и, следовательно, для ионизации газа требуется высокая напряженность электрического поля. При таких давлениях основным механизмом гибели ионов является их рекомбинация в газовой фазе, и откачивающий эффект будет незначительным.

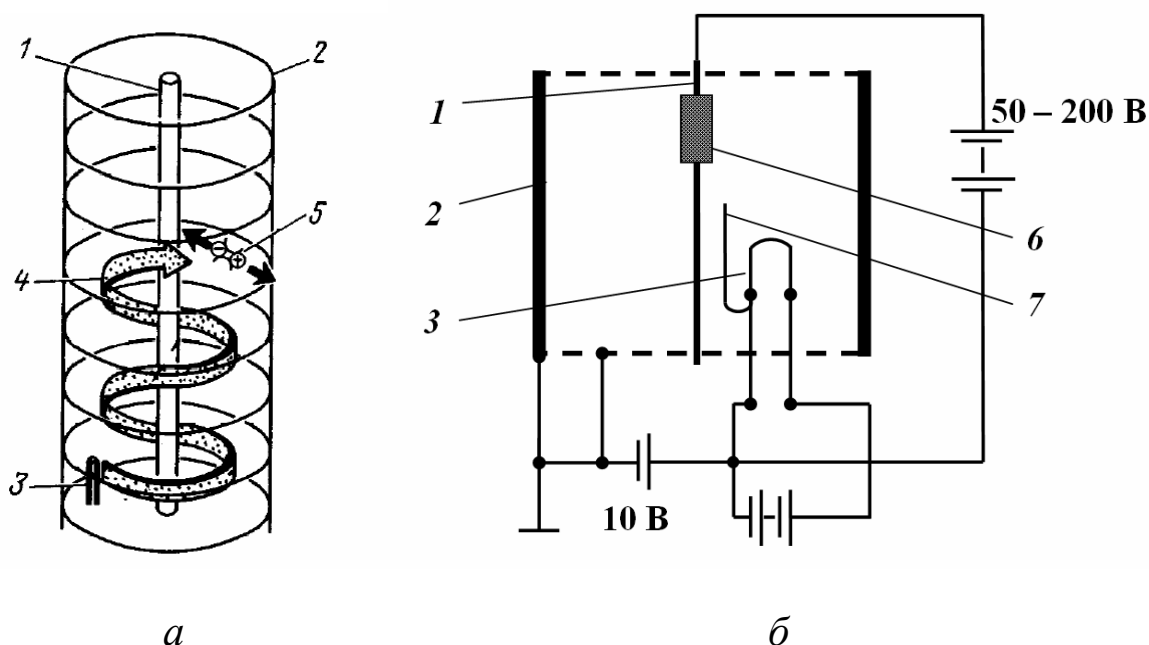
По мере уменьшения давления длина свободного пробега электронов увеличивается, соответственно уменьшается напряженность, необходимая для ионизации. При давлениях около 1 Па возникает значительный ионизационный ток, а рекомбинация ионов происходит, главным образом, на поверхности, обеспечивая эффективное связывание газа.

При более низких давлениях длина свободного пробега электронов становится больше размеров вакуумной камеры и вероятность ионизационного столкновения электрона с молекулой газа существенно уменьшается. В этом случае для ионизации нужны поля с высокой напряженностью, а токи получаются слабыми.

Таким образом, для ионной откачки необходимо обеспечить высокую степень ионизации газа при низких давлениях, не прибегая при этом к слишком высоким напряжениям.

Известны два метода эффективной ионизации газа при низких давлениях: создание большого числа свободных электронов и увеличение пути ионизации.

Рассмотрим конструкцию и принцип работы испарительного ионно-геттерного насоса орбитронного типа (рис. 5). Увеличение эффективности ионизации в этом насосе достигается увеличением длины пробега электронов в радиальном электростатическом поле. Электроны эмитируются одним (3) или несколькими прямонакальными вольфрамовыми катодами. Наличие экрана (6) позволяет электронам миновать центральный стержневой анод (1). Положение и форма катода подобраны так, что осевая и радиальная симметрия электрического поля системы нарушена. Небольшое



**Рис. 5.** Движение электронов (а) и схема (б) испарительного ионно-геттерного насоса орбитронного типа:

1 – стержневой анод, 2 – коллектор ионов (стенка корпуса насоса), 3 – катод, 4 – траектория электронов, 5 – акт ионизации, 6 – геттер, 7 – экранирующая пластина.

положительное напряжение смещения на катоде (около 10 В) предотвращает попадание электронов на стенку насоса (2) и экранирующую сетку.

Поэтому электроны двигаются по спиральным орбитам (4) со скоростью, имеющей осевую, радиальную и тангенциальную

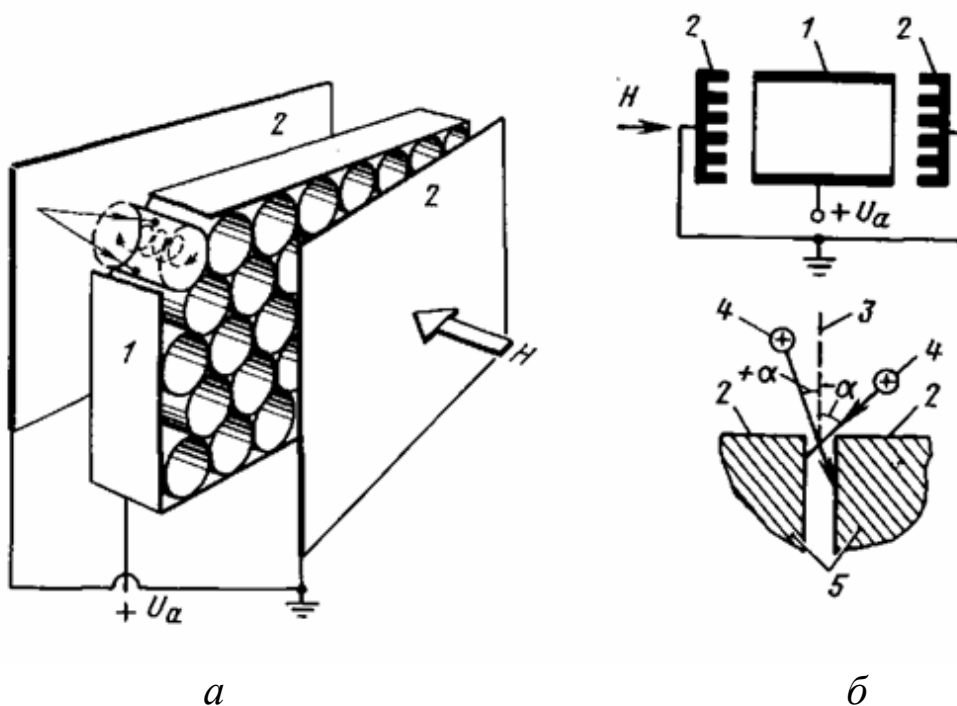
составляющие, до тех пор, пока не ударятся о центральный стержень (1), приводя к нагреву и распылению титанового геттера. Так как попадание электронов на центральный стержень, имеющий малое поперечное сечение, затруднено, электроны движутся по орбитам достаточно долго, вследствие чего эффективность ионизации газа резко возрастает. Образовавшиеся ионы, ускоренные электрическим полем, попадают на коллектор в слой с напыляемым титаном, где происходит их химическое связывание с геттером, или же внедряются вглубь этого слоя и «замуровываются» вновь напыляемыми слоями.

Недостатки насосов этого типа – наличие накаливаемых частей с ограниченным сроком службы, небольшой запас геттера и отсутствие саморегулирования скорости испарения.

### *Магнитные электроразрядные насосы*

Откачка газов магниторазрядным насосом является результатом двух основных механизмов поглощения. Один из них – сорбция газов распыленным геттером; второй – ионное внедрение в катоды и пленки распыленного катодного материала (геттера).

Распыление геттерного материала в магнитных электроразрядных насосах происходит под действием ионов откачиваемого газа, бомбардирующих катодные пластины.



**Рис. 6.** Схемы диодного магниторазрядного насоса:

*a* – с плоскими, *б* – с ребристыми катодами.

1 – анод; 2 – катод; 3 – ось ячейки; 4 – ион; 5 – стенки щели.

Ионизация газовых молекул осуществляется при взаимодействии нейтрального газа с плазмой пеннинговского разряда в полости анодных ячеек. Анодные ячейки могут иметь в сечении круглую, квадратную, прямоугольную или правильную многоугольную форму. Число ячеек в мощных насосах достигает несколько тысяч, магнитное поле в них перпендикулярно плоскости катодов.

Зажигание разряда происходит при подаче постоянного напряжения в несколько киловольт между анодом и катодами. Свободные электроны, всегда имеющиеся в разрядном промежутке, начинают совершать сложное колебательное движение между катодами, вызывая возбуждение и ионизацию газовых атомов или молекул, и появление вторичных электронов. В результате этого процесса в полости анодных ячеек формируется стабильный пространственный заряд с электронной концентрацией  $10^{10} - 10^{12} \text{ см}^{-3}$ , поддерживающий самостоятельный газовый разряд вплоть до давлений  $10^{-11} - 10^{-13} \text{ мм рт.ст.}$

Образовавшиеся в результате ионизации газа положительные ионы ускоряются аксиальным электрическим полем и бомбардируют катоды, вызывая их интенсивное распыление. В среднем один падающий ион выбивает один атом титана. Поскольку основная часть распыляемых частиц титана представляет собой электрически нейтральные атомы и молекулы, они осаждаются на все поверхности электродов, но, главным образом, на анод. Активные газы, попадая на непрерывно возобновляемую пленку титана, хемосорбируются ею. Катоды также поглощают газы, но из-за постоянного распыления большей части их поверхности вклад катодов в процесс откачки активных газов незначителен. Следует отметить, что скорость распыления геттера будет пропорциональна току разряда, который в свою очередь пропорционален давлению откачиваемого газа. Таким образом, магниторазрядные насосы обладают эффектом саморегулирования скорости распыления геттера, что делает их ресурс при малых газовых нагрузках практически не ограниченным.

Поскольку коэффициент распыления катодных материалов сильно зависит от массы падающих ионов, и откачиваемые газы имеют различную химическую активность, магниторазрядные насосы обладают значительной селективностью (таблица 2).

Большинство атмосферных газов химически активны ( $\text{N}_2$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ) и за исключением  $\text{H}_2$  откачиваются путем хемосорбции, образуя термически устойчивые оксиды, нитриды и карбиды титана.



Таблица 2

Относительные значения быстроты действия диодных магниторазрядных насосов с титановыми катодами при откачке различных газов

Газ	Быстрота действия, %	Газ	Быстрота действия, %
Водород	270-300	Азот	98-100
Метан	270	СО	85-100
Дейтерий	190-210	СО <sub>2</sub>	82-100
Аммиак	170	Кислород	55-57
Легкие углеводороды	90-160	Гелий	10-11
Пары воды	100-130	Неон	4
Этиловый эфир	135	Аргон, криптон	1-2
Сухой воздух*	100	Ксенон	1

Примечание: \*при точке росы ниже 228 К.

Поэтому поглощение этих газов в насосе имеет необратимый характер. Молекулы газа, не взаимодействующие с титаном (углеводороды, пары воды, тяжелые сложные молекулы) в разряде диссоциируют на более простые компоненты, которые в свою очередь, ионизируются и откачиваются. Образующиеся при диссоциации отрицательные ионы идут непосредственно на анод. Тяжелые многокомпонентные ионы распадаются также при ударе о поверхность катодов.

Углерод, образующийся при диссоциации сложных молекул, отлагается на внутренних поверхностях насоса. На катоде атомы углерода образуют карбид титана, имеющий низкий коэффициент распыления. Этим объясняется уменьшение быстроты действия магниторазрядных насосов при попадании паров масла или продуктов его разложения. Особенно опасно осаждение свободного углерода на поверхности изоляторов, приводящее к омическому разогреву изоляторов, пробую и, в конечном итоге, выходу насоса из строя.

Откачка водорода магниторазрядными насосами имеет существенные особенности. Его поглощение обусловлено двумя процессами: растворением нейтральных молекул Н<sub>2</sub> титановыми катодами и внедрением ионов Н<sup>+</sup> в тело катода с последующей диффузией вглубь. Распыление титана ионами водорода весьма незначительно (коэффициент распыления для ионов Н<sup>+</sup> с энергией 7 кэВ составляет всего 10<sup>-2</sup>, что на два порядка меньше, чем для ионов аргона). Это обстоятельство весьма уменьшает скорость

образования свежих пленок распыленного титана при работе насосов в атмосфере чистого водорода, в результате чего поверхностный слой катодов слабо очищается и оказывается насыщенным атомами примесей и загрязнений, внесенных при изготовлении, а также "замурованными" атомами инертных газов. Вследствие этого на поверхности катодов возникает диффузионный барьер, препятствующий сорбции нейтральных молекул  $H_2$ . Поэтому при давлении, меньшем  $10^{-8}$ – $10^{-9}$  мм рт. ст.), быстрота действия магниторазрядных насосов резко падает, будучи ограниченной действием лишь ионной откачки.

Инертные газы не сорбируются и не растворяются в геттерном материале. Они могут удерживаться на поверхности только очень слабыми силами Ван-дер-Ваальсова взаимодействия. Так как основная часть атомов инертных газов после отражения и нейтрализации на катодах падает на анод, где замуровывается пленками геттера, то для устойчивого удержания на поверхности анода эти атомы должны иметь относительно высокую энергию. Поэтому для интенсификации их откачки необходимо, чтобы бомбардирующие катод ионы отражались от них с сохранением большей доли своей начальной энергии.

Часть первичных ионов внедряется также в поверхность катодов; в дальнейшем, однако, вследствие распыления катодов возможна их реэмиссия. Поскольку интенсивное распыление катодов напротив анодной ячейки охватывает только их центральную область, а примерно 10-20% их поверхности вообще не затрагивается процессом распыления, доля необратимо поглощенных катодами атомов инертных газов определяется именно этой поверхностью.

При длительной откачке аргона в системах с магниторазрядными насосами возникают периодические колебания давления (так называемая «аргонная нестабильность»), в такт которым изменяется и разрядный ток. Эти колебания возникают вследствие реэмиссии внедренных атомов аргона и захватывают диапазон  $2 \cdot 10^{-4}$  –  $1 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст. Аргонная нестабильность часто возникает и при длительной (несколько сотен часов) откачке воздуха при давлении  $10^{-5}$  мм рт. ст.

Длительность старта (запуска) магниторазрядных насосов зависит от степени чистоты внутренних поверхностей откачиваемого сосуда и насоса, а также от степени предварительного разрежения.

Неохлаждаемый магнитоэлектрический насос может запускаться с давлений не более 0,1 мм рт. ст., но в таком случае длительность старта может превышать 3 часа.

В момент старта насоса при высоком давлении запуска, возникающий тлеющий разряд может выходить за пределы разрядных ячеек, захватывая даже область присоединительного патрубка насоса. В этом случае при выключении средств предварительной откачки с откачиваемым сосудом и магнитоэлектрическим насосом и включении насоса вместо понижения давления будет наблюдаться его повышение в результате повышенного газовыделения внутренних поверхностей насоса и присоединительного патрубка. Если нет возможности создать лучшее предварительное разрежение, запуск насоса производят, не прекращая предварительной откачки. Средства предварительной откачки отсоединяют от откачиваемого сосуда и насоса после того, как стабильно начнет понижаться давление.

Достижимое с помощью магнитоэлектрических насосов предельное остаточное давление зависит от предыстории насоса, суммарной наработки, режимов работы и рода откачиваемого газа. На предельное остаточное давление, так же как и на длительность старта, сильное влияние оказывает загрязнение насоса углеводородами. Например, создание предварительного разрежения с помощью механических насосов с масляным уплотнением повышает предельное остаточное давление в 5-10 раз.

С течением времени (если принудительно не обезгазить насос) происходит самовосстановление насоса в результате разложения тяжелых углеводородов в разряде с последующей откачкой образующихся легких углеводородов. Но это достаточно длительный процесс.

Главным преимуществом электроразрядных насосов является получение с их помощью вакуума, свободного от загрязняющих примесей органических веществ. Следовательно, не возникает необходимость использовать с этими насосами охлаждаемые ловушки или отражатели, что, в свою очередь, позволяет полностью реализовать собственную скорость откачки насоса, а также открывает возможность размещения насоса непосредственно в вакуумной камере.

Для большинства электроразрядных насосов требуется только источник электропитания, который не нуждается в специальном

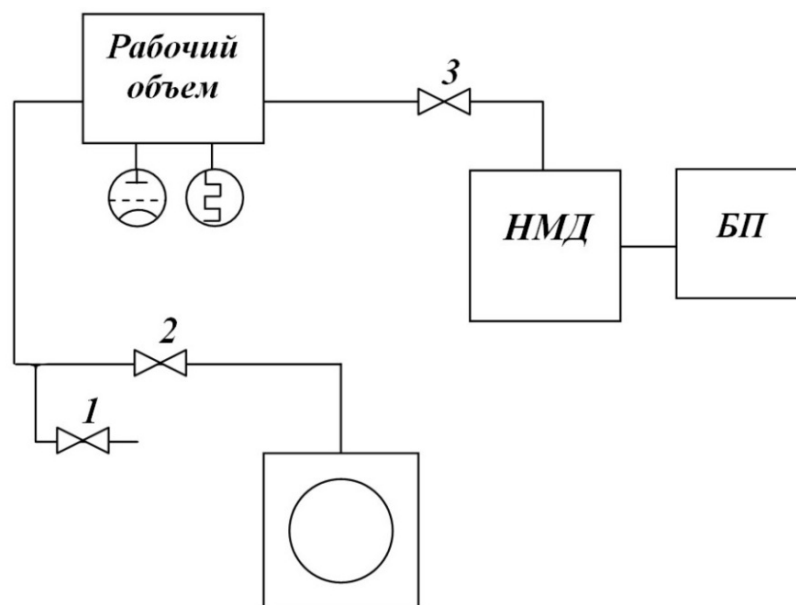
обслуживании и средствах защиты. По току разряда в насосе можно оценивать давление в системе, и при незначительном изменении схемы блока питания насос можно использовать в качестве течеискателя.

К недостаткам электроразрядных насосов следует отнести их ограниченную газовую емкость, низкую скорость откачки инертных газов, а также наличие сильных магнитных полей, присутствие которых в некоторых случаях недопустимо.

### ***Комбинированные насосы***

Комбинированные насосы представляют собой совокупность нескольких откачных средств, размещенных в одном корпусе: адсорбционного и испарительного геттерного насосов, испарительного геттерного и электроразрядного насосов и др. Целесообразность подобных комбинаций определяется тем, что геттерные насосы эффективно откачивают химически активные газы, но непригодны для откачки инертных газов (даже в смеси с активными) и углеводородов. Магниторазрядные насосы, напротив, неприменимы для откачки больших количеств активных газов, но эффективны при откачке инертных газов и углеводородов.

**Цель данной работы** – приобретение навыков откачки рабочего объема с помощью магниторазрядного диодного насоса НМД-0,063 и установление зависимости между давлением в объеме и током разряда насоса. Схема установки представлена на рис. 7.



**Рис. 7.** Схема установки. 1 – вентиль напуска атмосферного воздуха в рабочий объем; 2 – вентиль «форвакуум»; 3 – вентиль «высокий вакуум».

## ***Порядок выполнения работы***

### *Перед началом работы*

- Вакуумметр ВИТ-2 выключен.
- Блок питания БП-0,063 (в дальнейшем просто БП) выключен; Положение переключателя «Измерение» – 2А.
- Вентили 1, 2 и 3 закрыты, т.е. находятся в завернутом по часовой стрелке состоянии до упора.

### *Включение установки*

1. Включить блок питания нажатием кнопки ВКЛ. В зависимости от того, какое давление было в насосе НМД перед запуском, после включения БП может произойти следующее:

#### *а) низкий вакуум в насосе*

В этом случае загорается лампа «низкий вакуум» и стрелка прибора влево не двигается. Если ток не уменьшается в течение 20–30 секунд, следует выключить БП. Такой режим работы свидетельствует о том, что давление газа в насосе выше давления запуска. В этом случае необходимо создать предварительное разрежение в корпусе НМД с помощью форвакуумного насоса.

#### *б) средний вакуум в насосе*

После включения БП загорается лампа «низкий вакуум». Стрелка прибора двигается в сторону уменьшения тока разряда. Если показания прибора менее 10 делений, предел измерения можно переключить на 200 мА. При токе разряда 50 мА загорается лампа «рабочий вакуум», а лампа «низкий вакуум» гаснет.

#### *в) высокий вакуум в насосе*

В этом случае после включения БП сразу загорается лампа «рабочий вакуум», а стрелка прибора двигается в сторону уменьшения тока разряда.

2. Дальнейший ход работы в случае низкого вакуума в насосе:

2.1. Включить термopарную часть вакуумметра ВИТ-2.

Проверить и в случае необходимости установить ток лампы ПМТ-2. Измерить давление в рабочем объеме.

2.2. Включить форвакуумный насос. Через 5 мин открыть вентиль 2 и через 10-15 мин плавно открыть вентиль 3. Откачать рабочий объем в насосе НМД до давления 60-70 делений по термopарному вакуумметру.

- 2.3. Включить БП, предварительно поставив переключатель «измерение» в положение 2 А. В присутствии преподавателя убедиться, что насос НМД «запускается». О «запуске» насоса свидетельствует уменьшение показаний прибора на БП. После этого закрыть вентиль 2.
  - 2.4. Производить откачку рабочего объема насосом НМД до достижения 90-95 делений по терморпарному вакуумметру.
  - 2.5. При достижении вакуума в рабочем объеме соответствующего 90-95 делениям терморпарной части вакуумметра закрыть вентиль 3, включить ионизационную часть вакуумметра и измерить давление лампой ПМИ-2.
3. Дальнейший ход работы средним и высоким вакууме в насосе:
- 3.1. Включить терморпарную часть вакуумметра ВИТ-2. Проверить и в случае необходимости установить ток лампы ПМТ-2. Измерить давление в рабочем объеме.
  - 3.2. Если показания терморпарной части вакуумметра меньше 60-70 делений, то следует откачать систему с помощью форвакуумного насоса. Для этого включить форвакуумный насос и через 5 мин плавно открыть вентиль 2.
  - 3.3. При достижении вакуума в рабочем объеме соответствующего 60-70 делениям прибора терморпарной части вакуумметра закрыть вентиль 2 до упора.
  - 3.4. Поставить предел измерения на БП в положение 2 А и плавно открыть вентиль 3 вращением против часовой стрелки. В первый момент после этого показания прибора на БП могут возрасти, и даже может включиться на некоторое время лампа «низкий вакуум». Далее при нормальном ходе откачки показания прибора на БП будут уменьшаться.
  - 3.5. При достижении вакуума в рабочем объеме соответствующего 90-95 делениям терморпарной части вакуумметра закрыть вентиль 3, включить ионизационную часть вакуумметра и измерить давление лампой ПМИ-2.
4. Проведение градуировки прибора БП, т.е. установление зависимости тока разряда насоса НМД от давления в рабочем объеме  $I_p = f(P)$ .
- 4.1. Поставить предел измерения на БП 2 А, а пределы ионизационной части ВИТ – на самый грубый диапазон.
  - 4.2. Плавно приоткрыть вентиль 3 так, чтобы откачка рабочего объема производилась с очень малой скоростью. В

противном случае в начале эксперимента из-за слишком быстрой откачки зарегистрировать показания приборов окажется затруднительным. Начать измерение зависимости  $I_p = f(P)$ .

- 4.3. При снижении скорости откачки ее можно увеличить открыванием вентиля 3 вплоть до полного открытия.
- 4.4. По окончании процесса откачки определить величину предельного давления в рабочем объеме.

#### *Выключение установки*

1. Выключить ионизационную, затем термодарную части вакуумметра.
2. Закрыть вентиль 3 до упора с усилием и выключить блок БП.
3. Выключить форвакуумный насос.

#### **Контрольные вопросы:**

1. В чем заключается принцип ионной откачки?
2. Классификация электрофизических средств откачки.
3. Особенности откачки инертных газов и углеводородов.
4. В чем заключается принцип геттерной откачки?
5. Каково назначение магнитного поля в магниторазрядном насосе?
6. В чем заключается явление аргонной нестабильности?
7. Поясните понятие саморегулирования скорости распыления геттера в магниторазрядных насосах.
8. Чем определяется предельное давление геттерных насосов?
9. Перечислите основные достоинства электрофизических средств откачки.

## **Лабораторная работа № 6**

# **ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ГАЗОВЫДЕЛЕНИЯ ИЗ МАТЕРИАЛОВ**

Одним из условий сохранения высокого вакуума в изолированных от насосов системах и электровакуумных приборах является отсутствие газовой выделений с поверхностей и из масс, граничащих с вакуумом. В обычных условиях все материалы содержат связанные газы: удерживаются на поверхности за счет сил физической адсорбции (адсорбированы); растворены в объеме материала (абсорбированы); содержатся в виде химических соединений (хемосорбированы); имеются в виде объемных включений в порах, трещинах (окклюдируются). Связанные газы при определенных условиях могут переходить в свободное состояние (десорбироваться) и повышать давление в замкнутом объеме.

Обычно в ходе откачки высоковакуумные системы и электровакуумные приборы подвергаются обезгаживанию. В каждом конкретном случае следует рассматривать пару «материал – газ» и намечать соответствующие пути освобождения материала от газа.

В зависимости от способа получения, хранения и обработки материалы могут содержать и выделять самые разнообразные газы: CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub> и др.

Растворимость кислорода происходит с образованием химического соединения, и аналогичные обстоятельства имеют место для окиси углерода (образование карбониллов). Кислород поглощают все металлы (за исключением благородных).

Водород растворяется во многих металлах; в Ni, Fe, Co, Cu, Ag, Mo, W и Pt растворимость водорода с повышением температуры возрастает, а в Ti, Zr, Ta, Pt – уменьшается. В Au, Zn, Cd и In растворимость водорода вообще невелика. Он лучше всех газов растворяется в металлах вследствие малого радиуса его атомов и ионов.

Азот поглощают металлы, образующие нитраты, а именно, Cr, Mo, W, Fe, Mn и Ta, Zr, Al.

Такие газы, как CO, CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> (и H<sub>2</sub>O), обычно образуются на поверхности металла из составляющих их элементов, если последние содержатся в металле.

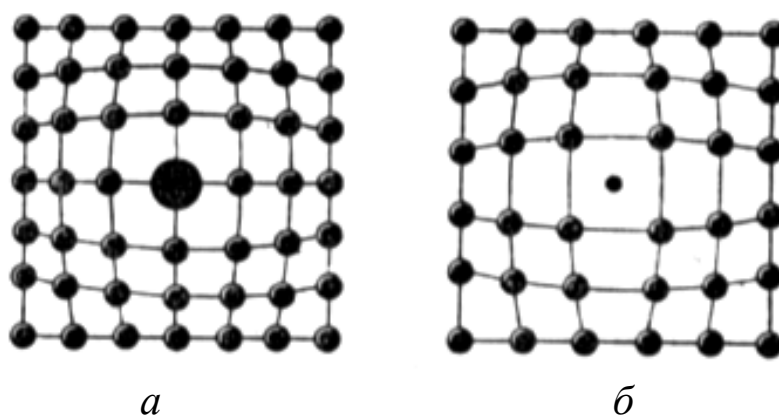
Идентификацию газов, выделяющихся из материалов, осуществляют обычно с помощью масс-спектрометров.



Технологов интересует, кроме того, и количество газов, которое может выделиться из материалов в ходе их вакуумной обработки. В связи с тем, что газовыделение зависит от очень многих факторов и не всегда строго известна «история» материала, то нельзя полностью доверяться справочным сведениям по газовыделению, поэтому часто приходится оценивать газовыделение экспериментально.

Наиболее эффективным способом очистки материалов от газов считают высокотемпературный отжиг в вакууме или водороде. При этом решается также проблема снятия внутренних напряжений, появившихся в ходе предварительных механических и других обработок материалов.

Газы и металлы образуют растворы различных типов. Сравнительно небольшие по размерам атомы газов (водорода, азота) могут занимать устойчивое положение между большими атомами металла, образуя так называемые растворы внедрения. При этом кристаллическая решетка металла несколько растягивается вследствие колебаний атомов относительно центров равновесия. Если размеры атомов растворяющихся газов соизмеримы с размерами атомов металла, то образуются так называемые растворы замещения: в узлах кристаллической решетки атомы газа замещают атомы металла, при этом решетка деформируется (рис. 1).



**Рис. 1.** Деформация кристаллической решетки в случае образования раствора замещения (*а*) и раствора внедрения (*б*).

Перемещение растворенных атомов газов в объеме металла или к его поверхности происходит за счет диффузии; диффузия возможна тогда, когда колеблющиеся атомы газов приобретают энергию, достаточную для «расталкивания» соседних атомов решетки металла. Диффузия газов в растворах внедрения идет легче, чем в растворах замещения.

Коэффициент диффузии газа в металле  $D$ , а, следовательно, и скорость диффузии зависит от многих факторов. Выражение для коэффициента диффузии газа через металлическую пластину толщиной  $\delta$ , по одну сторону которой имеется вакуум, а по другую – газ с давлением  $P$ , экспоненциально зависит от температуры  $T$ :

$$D = \frac{k}{\delta} \sqrt{P} \cdot e^{-\frac{E_0}{2RT}}, \quad (1)$$

где  $k$  – постоянная, зависящая от природы системы «газ – металл»;  $E_0$  – энергия активации процесса диффузии.

При повышении температуры возрастает интенсивность колебаний частиц твердого тела, и осевшие на поверхности молекулы газа могут выделиться в свободное пространство. Освободившиеся участки поверхности твердого тела могут быть снова заняты газом, диффундирующим из объема твердого тела. Ясно, что обезгаживание следует вести при повышенных температурах, чтобы ускорить процессы десорбции и диффузии. Однако в некоторых случаях при повышенных температурах процессы могут осложняться за счет химического взаимодействия газов с твердым телом.

На практике бывает довольно трудно различить, за счет какого процесса поглощается или выделяется газ. Более легко различима физическая адсорбция (десорбция), при которой газ поглощается или выделяется практически мгновенно. В общем случае для распознавания природы поглощения газа основываются на форме кривых зависимости количества выделившегося газа от времени при изотермическом обезгаживании. Если газовыделение обусловлено в основном диффузией газа из объема твердого материала, то скорость выделения газа приблизительно пропорциональна  $\tau^{-1/2}$ , (где  $\tau$  – время обезгаживания). Скорость выделения хемосорбированного газа пропорциональна  $\tau^{-1}$ , а образующегося при поверхностной термической диссоциации –  $\tau^{-2}$ .

Количество физически адсорбированного газа считают эквивалентным мономолекулярному слою: 0,3 - 0,5 л·мм рт. ст./см<sup>2</sup>. Этот газ удаляется за 2-3 минуты при нагреве до 200 - 300 °С. Величина истинной поверхности, участвующей в физической адсорбции, может в сотни раз превышать геометрическую поверхность твердого тела.

Повышение температуры отжига всегда ускоряет обезгаживание металлов и улучшает очистку поверхности. Однако при выборе температуры обезгаживания следует учитывать и возможность нежелательных структурных изменений металлов, приводящих к рекристаллизации и к снижению прочности, нарушению формоустойчивости деталей. Температура обезгаживания должна быть, по возможности, более высокой, по крайней мере, выше рабочей температуры деталей в приборах. Эта температура ограничивается иногда испарением материала (испарение считается заметным, если давление паров над металлом превышает  $10^{-2}$  мм рт. ст.). Максимальные температуры обезгаживания для наиболее распространенных металлов следующие: для вольфрама – 1800 °С, для молибдена – 950 °С, для меди – 500 °С, для никеля – 750-950 °С, для железа – 1000 °С.

Известны следующие способы нагрева материалов при обезгаживании:

- в электрических и газовых печах;
- за счет непосредственного пропускания электрического тока через деталь;
- токами высокой частоты;
- путем бомбардировки деталей положительными ионами или электронами в вакууме (в последнем случае возможно разрушение химических соединений, находящихся на поверхности).

Методом прогрева в печи возможно обезгаживание всего прибора целиком. При этом происходит обезгаживание вспомогательных металлических деталей, которые в готовом приборе при его работе не нагреваются до высокой температуры.

Прогрев или прокаливание непосредственным пропусканием электрического тока удобно применять к деталям, которые используются как нагревательные элементы в готовом изделии (например, катоды, нити накаливания и т.п.). В частности, режим прокаливания катода для его обезгаживания всегда должен удовлетворять также и требованиям его температурной обработки для получения надлежащих эмиссионных свойств. Во всяком случае в процессе откачки катод должен хотя бы некоторое время выдерживаться при температуре более высокой по сравнению с его рабочей температурой.

Прокаливанию токами высокой частоты в процессе откачки подвергаются наиболее ответственные металлические детали электровакуумного прибора. При этом катушка (индуктор), по которой течет ток высокой частоты, располагается снаружи (в воздушной атмосфере), а нагреваемая металлическая деталь – внутри вакуумной системы (обычно стеклянной). В детали, расположенной внутри катушки, наводятся токи Фуко, за счет их протекания происходит разогревание.

При прокаливании электронной бомбардировкой используется кинетическая энергия электронов, эмитируемых накаливаемым катодом и устремляющихся под действием электрического поля к положительно заряженному (по отношению к катоду) электроду. При достижении электронами поверхности положительного электрода их кинетическая энергия превращается в теплоту, которая и повышает температуру электрода. Очевидно, температура прокаливании, достигаемая методом электронной бомбардировки, тем выше, чем выше положительный потенциал прокаливаемого электрода и чем больше электронный ток катода. Электронная бомбардировка является единственным эффективным методом обезгаживания внутренних электродов (например, сеток).

При пользовании методом электронной бомбардировки необходимо соблюдать такой режим, чтобы насос успевал откачивать выделяющиеся газы, иначе давление в приборе может возрасти до величины, достаточной для образования дугового разряда через газы (между катодом и прокаливаемым электродом); даже, если нет опасности возникновения дуги, то все же нельзя допускать такого повышения давления, при котором может происходить заметная ионная бомбардировка катода, приводящая к его распылению или к снижению эмиссии.

При использовании данных методов обезгаживания необходимо придерживаться следующих общих правил:

- температуру прокаливаемой детали повышать постепенно;
- максимальную температуру прокаливании устанавливать, по возможности, более высокой, учитывая свойства данного металла в отношении скорости испарения и точки плавления, а также близость к стеклу;
- при прокаливании делать кратковременные перерывы для удаления выделяющихся газов, которые не только опасны с точки

зрения возникновения дугового разряда в откачиваемом приборе, но и сильно снижают скорость обезгаживания.

При обезгаживании методом ионной бомбардировки в откачанный до высокого вакуума прибор впускается некоторое количество газа, не действующего химически на нагретый катод и являющегося для ионной бомбардировки достаточно удовлетворительным; например, можно пользоваться смесью водорода с аргоном при давлении 10–20 мм рт. ст. В атмосфере впущенного в откачанный прибор газа возбуждается разряд, и образующимися при этом ионами газа, ударяющимися под действием электрического поля об электроды прибора, последние доводятся до высокой температуры. Получающийся при соприкосновении с нагретым катодом активный (одноатомный) водород является весьма эффективным восстановителем и, воздействуя на нагретые ионной бомбардировкой электроды, очищает их поверхность от окислов. Ударами ионов выбиваются также молекулы других газов, адсорбированные на поверхности бомбардируемых электродов и со стенок стекла.

Использованные для ионной бомбардировки газы удаляются насосом: при этом необходимо иметь в виду, что если для ионной бомбардировки были использованы только инертные газы, то они почти не адсорбируются электродами при ионной бомбардировке; водород же может оказаться сам поглощенным в некотором количестве; поэтому при откачке прибора после ионной бомбардировки необходимо подвергать электроды некоторому дополнительному прокаливанию, но уже в вакууме.

Способ обезгаживания ионной бомбардировкой применяется при откачке больших электровакуумных приборов (мощных генераторных ламп, рентгеновских трубок и т.п.), в которых для электронной бомбардировки необходимо прикладывать к электродам весьма высокие напряжения; ионная же бомбардировка требует сравнительно низких напряжений.

### ***Определение количества газа, выделяемого материалом***

Существуют несколько способов определения количества газов выделяемого материалом. Одними из наиболее простых являются: метод известной проводимости трубопроводов и метод изотермического расширения.

**Метод известной проводимости трубопроводов.** В этом методе используются непрерывная откачка объема, в которой происходит газовыделение. Для откачки используется трубопровод известной проводимости. При наличии заметного газовыделения из образца в системе будет повышаться давление даже при непрерывной откачке, т.к. количество выделившихся в единицу времени газов будет превышать, количество газов, удаляемых насосом через трубопровод, на концах которого устанавливается разность давлений  $P_1 - P_2$  (где  $P_1$  – давление на конце трубопровода обращенном к сосуду, а  $P_2$  – на конце трубопровода, обращенном к насосу).

Поток газа через трубопровод определяется выражением:

$$Q = U(P_1 - P_2), \quad (2)$$

а количество газа, прошедшее за время  $\Delta t$ , будет:

$$\Delta G = Q\Delta t. \quad (3)$$

**Метод изотермического расширения.** О количестве выделившихся газов ( $G$ ) можно судить по увеличению давления в известном по величине объеме, изолированном от насосов (в данной работе это объем  $V_2$ ):

$$G = V_2(P_{\text{кон}} - P_{\text{нач}}), \quad (4)$$

где  $P_{\text{кон}}$  – давление, которое установилось в системе при подключении объема,  $P_{\text{нач}}$  – начальное давление, которое было в объеме до соединения его с системой, в которой происходит газовыделение.

Следует отметить, что газ попадает в систему не только в результате газовыделения из образца, но и десорбируется с поверхности самой установки, а также проникает за счет натекания. Поэтому реально количество газа при данном способе измерений будет несколько ниже.

Поток газа ( $Q$ ), десорбирующегося с поверхности образца определяется выражением:

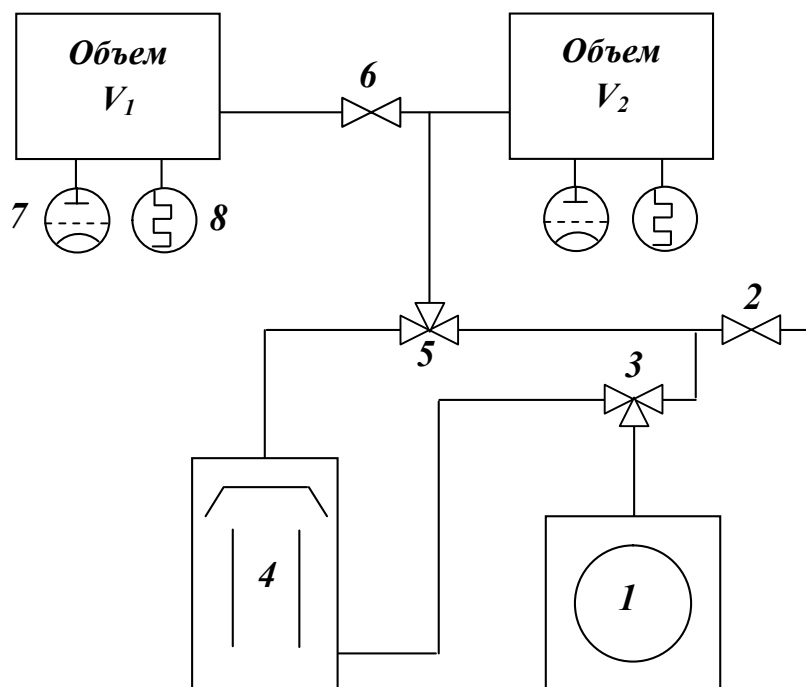
$$Q = V_2 \frac{\Delta G}{\Delta t}, \quad (5)$$

где  $\Delta G$  – количество газа десорбированного с поверхности образца за время  $\Delta t$ .

**Цель данной работы** – исследование процессов обезгаживания титанового образца методом изометрического расширения.

### ***Порядок выполнения работы***

Установка состоит из двух объемов ( $V_1$ ,  $V_2$ ), откачиваемых с помощью диффузионного 4 и форвакуумного 1 насосов (рис. 2).



**Рис. 2.** Вакуумная часть установки по определению газыделения из материалов. ( $V_1 = 712$  мл,  $V_2 = 743$  мл).

Исследуемый образец, представляющий собой титановый цилиндр, находится в объеме  $V_1$ . Нагрев образца осуществляется с помощью вольфрамового нагревателя, помещенного внутри цилиндра, температура поверхности которого контролируется с помощью медь-константановой термопары, ЭДС ( $\varepsilon$ ) которой переводится в значения температуры согласно уравнению:

$$\Delta T (^{\circ}\text{C}) = 5,77 \cdot 10^{-3} + 24,83 \cdot \varepsilon \text{ (мВ)} \quad (6).$$

#### *Перед началом работы*

- Краны 2, 6 открыты;
- Краны 3, 5 открыты в положение «байпас».

### *Включение установки*

1. Открыть кран охлаждения диффузионного насоса (попросить преподавателя или заведующего лабораторией).
2. Закрывать кран 2.
3. Включить механический насос и откачать объемы  $V_1$  и  $V_2$  до предельного давления, создаваемого форвакуумным насосом.
4. Открыть кран 3 в положение «форвакуум».
5. Открыть кран 5 в положение «высокий вакуум».
6. Включить нагреватель диффузионного насоса. Откачать объемы до давления соответствующего 100 делениям по шкале термодарного вакуумметра.
7. С помощью ионизационного датчика, подключенного к объему  $V_1$  измерить предельное давление  $P_{np}$  в системе.  
Установка готова к проведению измерений.

### *Процесс измерений*

8. Выключить ионизационную часть вакуумметра.
9. Закрывать кран 6.
10. Снять кривую натекания в объеме  $V_1$  (измерения проводить не более 5-10 минут).  
***Внимание:*** *запрещается увеличение давления в объем  $V_1$  до значений, превышающих давление запуска пароструйного насоса (менее 12 делений).*
11. Открыть кран 6.
12. Откачать объемы до давления соответствующего 100 делениям по шкале термодарного вакуумметра.
13. Включить нагреватель образца.
14. Включить секундомер (*секундомер не выключать, отсчет времени ведется постоянно в течение эксперимента, через каждую минуту записывать значение температуры образца в лабораторный журнал*).
15. Закрывать кран 6.
16. Далее через каждую минуту записывать значение давления в объеме  $V_1$ .
17. По истечении 3-5 минут (или раньше, если показания термодарного вакуумметра, подключенного к объему  $V_1$ , уменьшились до значений менее 40 делений термодарного вакуумметра) закрыть кран 5.



**Внимание:** запрещается увеличение давления в объеме  $V_1$  до значений, превышающих давление запуска пароструйного насоса (менее 12 делений).

18. Открыть кран 6.
19. Через несколько секунд после выравнивания давлений в объемах  $V_1$  и  $V_2$  повторить п. 15–16 и отметить показания секундомера в момент закрытия крана 6 (После пятого измерения выключить нагреватель образца).
20. Снять показания вакуумметра, подключенного к объему  $V_2$ . Рассчитать количество выделившегося газа по формуле (4).
21. Открыть кран 5 в положение «высокий вакуум». Дальнейшее выполнение работы продолжить, следуя пунктам с 17 по 21. Таким образом, необходимо получить не менее 5 значений давления при включенном нагревателе и 1–2 значения после его выключения.
22. Открыть кран 6. Выключить секундомер. Рассчитать величину потока десорбированного газа по формуле (5).
23. Откачать объемы до давления соответствующего 100 делениям по шкале термодинамического вакуумметра.
24. Повторить пункты 8–12.

#### *Выключение установки*

1. Открыть кран 5 в положение «байпас».
2. Выключить нагрев диффузионного насоса.
3. Через 30 минут открыть кран 3 в положение «байпас».
4. Выключить механический насос.
5. Открыть кран 2.
6. Закрыть кран охлаждения диффузионного насоса.

По итогам измерений построить семейство кривых натекания в объеме  $V_1$ , графики зависимости количества выделившегося газа ( $G$ ), величины потока ( $Q$ ) и температуры образца ( $t$ ) от времени.

#### **Контрольные вопросы:**

1. За счет каких явлений удерживаются газы и пары в твердых материалах?
2. Способы вакуумного обезгаживания материалов.
3. От чего зависят скорость газовой выделенности и общее газовыделение?
4. Сущность метода известной проводимости трубопроводов.
5. Особенности метода изотермического расширения.

## Лабораторная работа № 7

# ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕПЛОПЕРЕДАЧИ В ГАЗАХ

Передача тепла в газах происходит в основном благодаря двум процессам: конвекции и теплопроводности.

**Конвекция** – образование макроскопических потоков в газовой (или жидкой) среде – возникает под действием силы тяжести в условиях, когда давление газа и расстояние между телами достаточно велики. Если нагретое тело находится внизу, а холодное, к которому передается тепло, наверху, газ, приобретая тепло от нагретого тела уменьшает свою плотность и поднимается вверх, где отдавая тепло холодному телу, охлаждается. Как следствие, плотность газа увеличивается и он опускается вниз. В результате возникает интенсивная циркуляция газа, которая практически не поддается количественному теоретическому описанию. По абсолютной величине количество тепла, переносимое из-за конвекции, может быть значительно больше, чем энергия, передаваемая за счет теплопроводности. Однако с понижением давления газа роль конвекции в передаче тепла уменьшается.

**Теплопроводность** – непосредственная передача энергии теплового движения между имеющими разную температуру объемами вещества за счет взаимодействия их молекул. В газах это взаимодействие осуществляется молекулами, беспорядочно перелетающими в ту или в другую сторону через границу раздела между объемами и передающими избыточную кинетическую энергию при столкновениях (в конденсированных (твердых и жидких) средах более интенсивные колебания молекул одного объема раскачивают соседние с ними молекулы другого объема).

Собственно теплопроводностью называют молекулярный теплообмен в условиях, когда градиенты температуры не слишком велики (или плотность среды не слишком мала), так что среду можно разбить на «макроскопически бесконечно малые» объемы  $dV$  – настолько малые, что разности температур  $dT$  между соседними объемами очень малы по сравнению с общими разностями температур между участвующими в теплообмене телами, но настолько большие, что каждый из них содержит очень большое число молекул. В этом случае тепло передается «от точки к точке», то есть от одного макроскопически малого объема  $dV$  к соседнему,

подобно тому, как течет сплошная среда (жидкость или газ). Известно, что при описании движения жидкости используется понятие вектора плотности потока массы  $\rho \vec{V}$  ( $\rho$  – плотность,  $\vec{V}$  – скорость потока). Аналогично при описании распространения тепла можно ввести вектор плотности потока тепла  $\vec{q}$  (*плотность потока*). Вектор  $\vec{q}$  часто называют просто «вектором теплового потока» (указание на векторный характер величин позволяет опустить слово «плотность»).

Поток тепла  $dQ$  через площадку  $dS$  за время  $dt$  в этом случае будет определяться выражением:

$$dQ = q_n dS dt, \quad (1)$$

где  $q_n$  – проекция вектора  $\vec{q}$  на нормаль к  $dS$  (поток через конечную площадь  $S$  равен  $\int_S q_n dS$  и имеет смысл полного количества тепла, переносимого через  $S$  в единицу времени).

Процесс теплопроводности в изотропных телах описывается законом Фурье: вектор теплового потока направлен вдоль градиента температуры (по нормали к изотермическим поверхностям) и пропорционален ему:

$$q = -k \text{ grad} T, \quad (2)$$

(знак минус указывает, что тепло переносится в сторону понижения температуры). Коэффициент пропорциональности  $k$  в формуле (2) называют коэффициентом теплопроводности или просто теплопроводностью.

Коэффициенты теплопроводности различных тел имеют порядок величины от  $0,1 - 1$  кал/(см·с·К) (металлы) до  $10^{-5} - 10^{-4}$  кал/(см·с·К) (газы и некоторые теплоизоляционные материалы).

Наиболее просто процесс теплопроводности описывается, когда поле температур одномерно (изотермические поверхности – параллельные плоскости; обозначая перпендикулярное им направление через  $z$ , можно сказать, что температура и другие переменные зависят только от одной координаты  $z$ ) и стационарно (температура не зависит от времени). В этом случае, очевидно, градиент температуры  $\frac{\partial T}{\partial z}$  в одномерной среде не может зависеть от

$z$ . Действительно, пусть, например,  $\text{grad} T$  – положителен и в плоскости  $z_1$  больше, чем в плоскости  $z_2$ , ( $z_1 > z_2$ ). Тогда, в силу (2), в

заклученный между этими плоскостями слой вещества втекает больше тепла, чем вытекает из него, и слой должен нагреваться, что противоречит условию стационарности. Таким образом, в стационарном одномерном случае температура является линейной функцией координаты  $z$ , и вместо (2) и (1) можно написать

$$Q = k(T_n - T_x) \frac{S}{x} t \quad (3)$$

где  $T_n$  и  $T_x$  – температуры «нагревателя» и «холодильника», между которыми заключен слой вещества толщины  $x$  и площади  $S$ , а  $Q$  – количество тепла, перенесенное за время  $t$  от нагревателя холодильнику.

Согласно молекулярно-кинетической теории коэффициент теплопроводности идеального газа равен:

$$k = \frac{1}{3} \rho \cdot v_{ap} \cdot \lambda \cdot C_v, \quad (4)$$

где  $\rho$  – плотность газа,  $C_v$  – его удельная теплоемкость,  $v_{ap}$  – средняя арифметическая скорость и  $\lambda$  – средняя длина свободного пробега молекул газа.

Из формулы (4) следует, что коэффициент теплопроводности не зависит от давления газа. Действительно, плотность газа прямо пропорциональна, а длина свободного пробега – обратно пропорциональна давлению газа, скорость же молекул и удельная теплоемкость газа от давления не зависят.

Так как в выражение для  $k$  входит значение средней длины свободного пробега молекулы, связанное с эффективным диаметром молекулы  $d$  соотношением

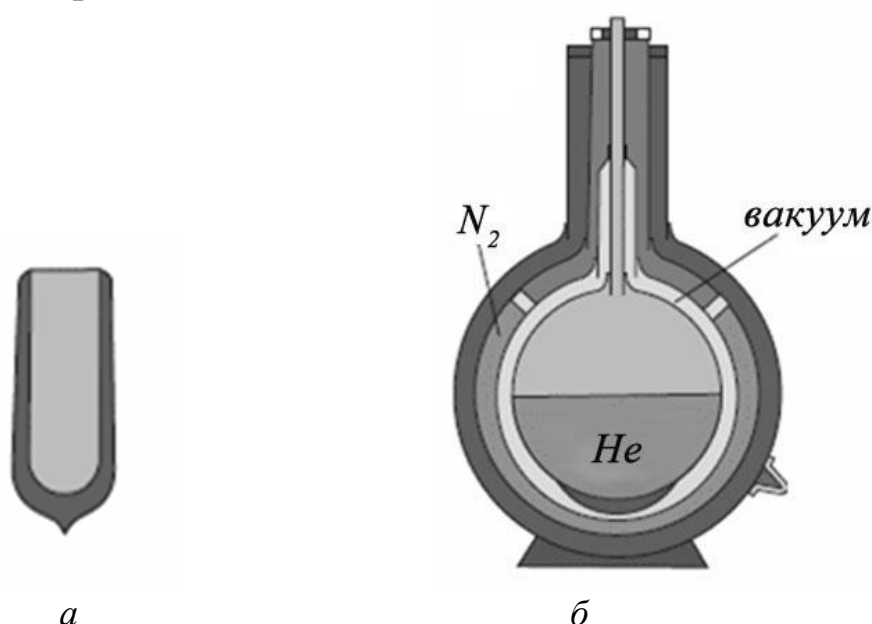
$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{2} \cdot n \cdot \pi d^2}, \quad (5)$$

где  $n$  – число молекул в единице объема, то, зная коэффициент теплопроводности газа можно оценить эффективный диаметр его молекул.

При очень низких давлениях газа, когда средняя длина свободного пробега молекул больше размеров сосуда, в котором газ заключен, обычное понятие теплопроводности – явления, обусловленного столкновениями молекул между собой – теряет смысл. Перенос тепла (теплопередача) существует и в разреженном газе, но механизм его иной. Так как молекулы здесь сталкиваются

только со стенками сосуда, то процесс теплопередачи от более нагретой поверхности к менее нагретой можно приблизительно описать так. Молекулы газа при ударах о более нагретую поверхность приобретают энергию, соответствующую температуре этой поверхности. Отразившись от нее, молекулы, не сталкиваясь между собой, достигают более холодной поверхности, передают ей избыток энергии и отражаются от нее с энергией, соответствующей температуре холодной стенки. При таком способе передачи тепла от одной поверхности к другой внутри газа нет градиента температуры, поэтому и теряет смысл понятие теплопроводности. Очевидно, что в этих условиях количество тепла, переносимое газом, пропорционально числу ударов молекул о стенки (которое определяется концентрацией молекул), то есть давлению газа.

Это свойство разреженных газов используется в некоторых устройствах: тепловых манометров, калориметрах, сосудах Дьюара, в приборах для поддержания и регулировки низких температур – криостатах и т.д. Для уменьшения теплопередачи между двойными стенками таких устройств создается по возможности высокая степень разрежения. Варианты исполнения сосуда Дьюара представлены на рис. 1.

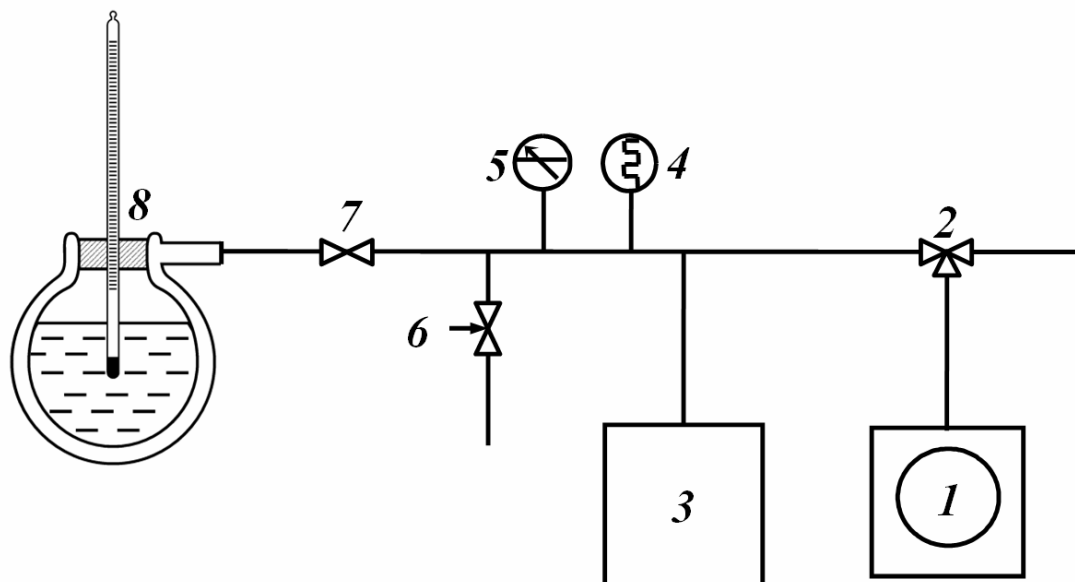


**Рис. 1.** Сосуды Дьюара: *а* – стеклянный лабораторный; *б* – металлический для жидких газов.

Лабораторный сосуд Дьюара представляет собой стеклянную колбу с двойными стенками. Внутренняя поверхность колбы покрывается тонким слоем серебра или алюминия для уменьшения переноса теплоты за счет излучения.

**Цель работы** – определить коэффициент теплопроводности газа; оценить эффективный диаметр молекул газа; исследовать явление теплопередачи при низких давлениях.

Схема экспериментальной установки приведена на рис. 2.



**Рис. 2.** Схема установки для исследования теплопередачи в газах.

Откачка производится механическим форвакуумным насосом 1, позволяющим создавать разрежение до  $10^{-3}$  мм рт.ст. Вакуумная система состоит из крана 2, отсоединяющего систему от насоса, балластного баллона 3, манометрической лампы ПМТ-2 4, механического вакуумметра 5 и сосуда Дьюара 8, соединенного с системой краном 7. НатекаТЕЛЬ 6 служит для впуска воздуха в установку. Промежуток между стенками сосуда Дьюара соединен с вакуумной установкой, позволяющей откачивать воздух из этого промежутка.

Кран 2 может быть установлен в одном из трех положений:

- а) форвакуумный насос соединен с вакуумной системой;
- б) насос соединен с атмосферой, вакуумная система перекрыта;
- в) насос отсоединен от вакуумной системы и от атмосферы.

Каждый раз, когда насос выключен, его нужно соединить с атмосферой (кран 2 в положение б)), иначе масло из насоса может быть засосано в систему. Открывать и закрывать краны нужно очень медленно и плавно, без рывков.

В качестве исследуемого газа используется воздух – смесь азота и кислорода. Оба эти газа – двухатомные, молекулярный вес этих газов примерно одинаков, и диаметры молекул близки между собой,

поэтому воздух можно приблизительно рассматривать как газ, состоящий из однородных молекул.

Передача тепла осуществляется в сосуде Дьюара  $\delta$  – это сферический стеклянный сосуд с двойными стенками, между которыми находится исследуемый газ. Сосуд помещен в термостат, в котором налита вода. Вода поддерживается при постоянной температуре  $T_n$ . Во внутреннюю полость сосуда Дьюара наливается вода и вставляется термометр. (Вода во внутренней полости нужна для улучшения теплового контакта между стенками сосуда и термометром, она потребуется также при определении теплоемкости сосуда).

Внутренняя полость сосуда служит «холодильником», принимающим тепло, переданное через слой газа от «нагревателя», которым служит вода, налитая в термостат.

Так как расстояние между стенками сосуда мало по сравнению с радиусом его поверхности, для описания теплопроводности можно воспользоваться уравнением (3), справедливым для плоского случая.

Пусть за время  $dt$  «холодильник» получил тепло  $dQ$ , При этом его температура возрастает на

$$dT_x = \frac{dQ}{C_x}, \quad (6)$$

где  $C_x$  – полная теплоемкость «холодильника».

Подставляя в (6) значение  $dQ$  из (3), получим

$$\frac{dT_x}{dt} = \frac{kS}{C_x l} (T_n - T_x),$$

где  $S$  – площадь поверхности стенки сосуда Дьюара,  $l$  – расстояние между стенками.

Решая это дифференциальное уравнение, находим закон изменения температуры «холодильника» со временем

$$T_n - T_x = (T_n - T_{x0})e^{-\alpha t}, \quad (7)$$

где  $T_{x0}$  – температура «холодильника» в начальный момент времени,

$$\alpha = \frac{kS}{C_x l}. \quad (8)$$

Если передача тепла происходит достаточно медленно, для определения  $k$  можно воспользоваться только начальной частью экспоненты (7). Раскладывая функцию  $e^{-\alpha t}$  в ряд и пренебрегая малыми членами, получим

$$T_x - T_{x0} = \alpha (T_n - T_{x0})t. \quad (9)$$

Таким образом, график зависимости  $(T_x - T_{x0})$  от времени изображается прямой линией, угловой коэффициент которой пропорционален коэффициенту теплопроводности и зависит от величин  $S$ ,  $l$  и  $C_x$ , характеризующих сосуд Дьюара.

Площадь  $S$  поверхности стенки сосуда и расстояние  $l$  между стенками известны, а теплоемкость «холодильника» нужно определить в процессе измерений.

Роль «холодильника» в опыте выполняет внутренняя полость сосуда Дьюара, в которую налита вода и вставлен термометр. Соответственно, теплоемкость его

$$C_x = C_{H_2O}m_{H_2O} - C_0, \quad (10)$$

где  $C_{H_2O}$  и  $m_{H_2O}$  – удельная теплоемкость (таблица) и масса воды, соответственно;  $C_0$  – теплоемкость стенок полости и термометра.

Из уравнений (8) и (10) получим

$$\frac{1}{\alpha} = -\frac{C_0 l}{k S} + \frac{C_{H_2O} l}{k S} m_{H_2O}. \quad (11)$$

Таблица

Температура, °С	0	15	20	40	60	80
Теплоемкость, Дж/(кг·К)	4151,5	4118,5	4112,7	4109,0	4121,8	4137,0
Теплоемкость, кал/(г·С)	1,0080	1,0000	0,9986	0,9977	1,0008	1,0045

**Примечание.** Данные приведены для воды в жидком агрегатном состоянии при стандартном атмосферном давлении.



## ***Порядок выполнения работы***

### *Перед началом работы*

#### **1. Включение термостата:**

- Проверить наличие воды в баке. В случае необходимости долить дистиллированную воду до уровня метки.
- Проверить шланги, с помощью которых термостатируемая жидкость прокачивается через Ваш прибор. (Если термостатируемый объект находится внутри бака термостата, патрубки ввода и вывода жидкости соединены между собой). Включите двигатель насоса и мешалки. Убедитесь в том, что вода течет через прибор и возвращается в термостат.
- Установить контактный термометр на желаемую температуру  $T_n$  (приблизительно). (Погрешность градуировки контактного термометра может достигать  $1 - 2^\circ$ , так что окончательно температуру отсчитывают и, если нужно, подправляют с помощью более точного термометра, помещаемого в термостатируемый прибор).
- Включите основной нагревательный элемент термостата. Второй элемент (700 Вт) включается только при необходимости ускорить нагрев; его следует включать до достижения заданной температуры, чтобы не перегружать контакты реле.

#### **I. Определение теплоемкости стенок полости и термометра $C_0$**

1. Эксперименты проводятся при атмосферном давлении.
2. Залить в сосуд Дьюара известный объем дистиллированной воды с известной температурой  $T_{x0}$ . Количество воды, наливаемое в сосуд, отмерить мензуркой.
3. Установить термометр в сосуд Дьюара, включить секундомер и начать измерение изменения температуры «холодильника» во времени  $T_x = f(t)$ .
4. Повторить пп.2-3 для другого количества воды, заливаемой в сосуд Дьюара.

**Примечание.** Вынимать сосуд Дьюара из термостата нельзя. Чтобы удалить воду из внутренней полости сосуда, воспользуйтесь резиновой грушей.

5. Построить графики зависимости  $(T_x - T_{x0}) = f(t)$  для разных значений массы воды. Согласно выражению (9) определить коэффициент пропорциональности  $\alpha$ .

6. Согласно выражению (11) построить график зависимости  $1/\alpha = f(m_{H_2O})$ , из которой определить коэффициент теплопроводности  $k$  и теплоемкость  $C_0$ .

## II. Исследование влияния давления на коэффициент теплопроводности газа.

1. Кран 2 установлен в положение (а): форвакуумный насос соединен с вакуумной системой.
2. Включить форвакуумный насос 1.
3. Соединить сосуд Дьюара с откачной системой с помощью крана 7, определить предельное давление в системе с помощью деформационного манометра и ПМТ-2.
4. Залить в сосуд Дьюара известный объем дистиллированной воды с известной температурой  $T_{x0}$ . Количество воды, наливаемое в сосуд, отмерить мензуркой.
5. Установить термометр в сосуд Дьюара, включить секундомер и начать измерение изменения температуры «холодильника» во времени  $T_x = f(t)$ .
6. Повторить пп.4-5 для других значений давления. Для этого напустить в систему атмосферный воздух, предварительно отсоединив от системы насос краном 2. Далее с помощью крана-накателя 6 установить новое значение давления (кран 2 в положение (а)).
7. Построить графики зависимости  $(T_x - T_{x0}) = f(t)$  для разных значений давления в системе. Согласно выражению (9) определить коэффициент пропорциональности  $\alpha$ . Начертить зависимость  $\alpha(P)$ , объяснить вид полученной кривой. Выделите область давлений, где передача тепла происходит благодаря собственной теплопроводности.
8. Используя данные первой части лабораторной работы  $C_0$ , рассчитать  $C_x$ , а затем по уравнению (8) вычислить коэффициент теплопроводности газа  $k$ .
9. Сделать вывод о влиянии давления на коэффициент теплопроводности газа.
10. Определите эффективный диаметр молекул  $d$ .

### **Устройство термостата и работа с ним.**

Термостат ТС-16А представляет собой бак с двойными стенками, наполняемый жидкостью - водой (для температур от  $80^\circ$

до  $100^{\circ}\text{C}$ ) или маслом (для более высоких температур - до  $200^{\circ}\text{C}$ ). Температура жидкости регулируется двумя электронагревателями - основным, мощностью 1300 Вт, и дополнительным (мощностью 700 Вт), и охлаждающим змеевиком, через который пропускается водопроводная вода. Мешалка, которую вращает трехфазный электромотор, обеспечивает равномерность температуры жидкости. Термостатируемый объект может погружаться в жидкость внутри бака через отверстие в крышке; кроме того термостат имеет центробежный насос (на одной оси с мешалкой), который позволяет прокачивать термостатирующую жидкость через системы, расположенные вне бака.

Термостат управляется контактным ртутным термометром типа ТПК. Капилляр этого термометра в верхней части соединяется с более широкой, эллиптического сечения, в которой помещается винт и эллиптическая гайка, поступательно перемещающаяся при вращении винта. Винт имеет на верхнем конце железное ярмо, которое можно вращать подковообразным магнитом, надеваемым сверху на головку термометра. На гайке закреплена одним концом тонкая вольфрамовая проволочка, другой конец которой входит в капилляр. Вращением винта этот конец можно устанавливать на любой высоте в пределах шкалы термометра (для более удобной установки термометр в верхней части имеет вторую шкалу, по которой отсчитывается положение гайки). Через гайку и винт проволочка электрически соединена с электродом, впаянным в верхний конец трубки; второй электрод, впаянный в баллон термометра, погружен в ртуть. При повышении температуры, когда конец столбика ртути в капилляре касается острия проволочки, замыкается цепь обмотки реле, которое выключает нагреватель.

### **Контрольные вопросы**

1. В чем заключается механизм теплопроводности газа с точки зрения молекулярно-кинетической теории?
2. Какова связь между коэффициентами вязкости, диффузии, теплопроводности для газов? Как ее объяснить?
3. В каких приборах вакуумной техники используется зависимость теплопроводности газа от давления?
4. При каком давлении и каких условиях коэффициент теплопроводности перестает зависеть от давления?

## Лабораторная работа № 8

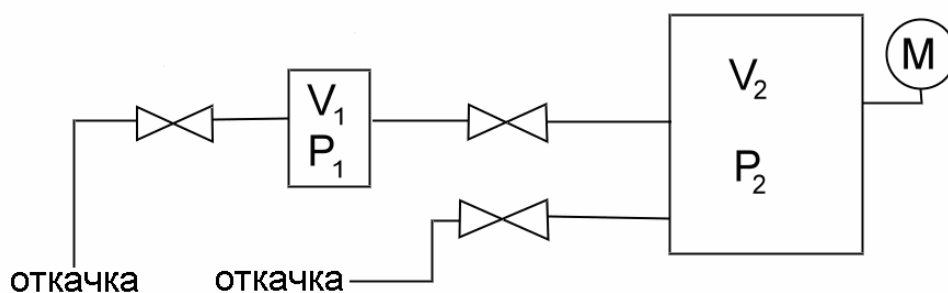
### ГРАДУИРОВКА ВАКУУММЕТРОВ

Градуировка вакуумметров проводится путем сравнения их показаний с показаниями абсолютных манометров (вязкостных, мембранных, компрессионных) и образцовых приборов других типов с точно известным давлением. Градуировка приборов, которые используются в качестве эталонных, точно определяется расчетным путем, независимо от каких-либо сравнительных измерений давления. Погрешность их градуировки не должна превышать 1,5%. Такие приборы называют *образцовыми манометрами первого разряда*. Другие манометры, используемые в качестве образцовых, предварительно проградуированные по приборам первого разряда, называются *образцовыми второго разряда* и т.д. Погрешность этих приборов 10–15%.

При градуировке вакуумметров в диапазоне давлений  $760-10^{-5}$  мм рт. ст. датчик, как правило, непосредственно присоединяют к объему, откачанному до калибровочного давления. При более низких давлениях ( $< 10^{-5}$  мм рт. ст.) применяют косвенные методы градуировки, например, метод изотермического расширения, метод постоянного объема и метод переменной проводимости.

#### *Метод изотермического расширения*

Метод изотермического расширения основан на изменении давления  $P_1$  в малом объеме  $V_1$  (рис. 1), соединенном с большим объемом  $V_2$ , к которому присоединен калибруемый датчик и который откачан до такого низкого вакуума, когда давление в нем может быть принято равным нулю.



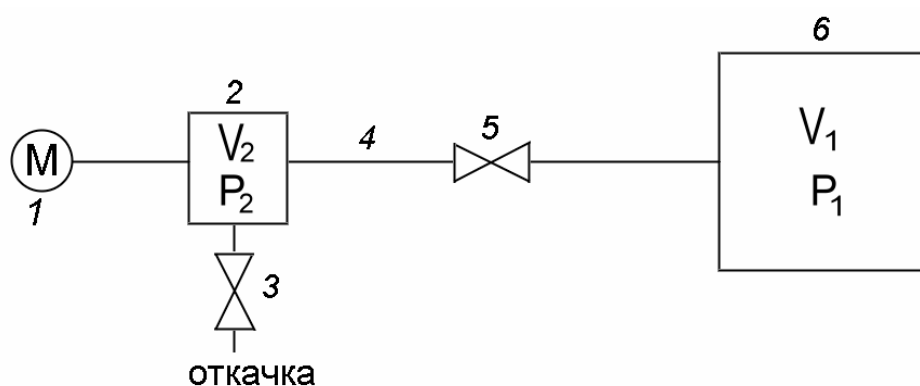
**Рис. 1.** Схема градуировки вакуумметра по методу изотермического расширения.

Тогда при изотермическом расширении газа до объема  $V_1 + V_2$  можно подсчитать конечное давление  $P_2$ , применив закон Бойля-Мариотта.

Увеличивая число ступеней расширения (или используя многократное деление объема), можно добиться дальнейшего понижения давлений до значений, необходимых для градуировки того или иного вакуумметра.

### ***Метод постоянного объема***

Градуировка по методу постоянного объема (или плавного увеличения давления) заключается в том, что градуируемый датчик  $1$  (рис. 2) присоединяется к камере  $2$ , объем  $V_2$  которой заранее известен. Камера  $2$  соединяется с камерой  $6$  большего объема  $V_1$  калиброванным капилляром  $4$ . В камере  $6$  создается разрежение  $10^{-3} - 10^{-4}$  мм рт. ст. и определяется давление  $P_1$ . После этого кран  $5$  закрывают и откачивают камеру  $2$  до области давлений, в которой нужно проводить градуировку манометра  $1$ . Затем закрывают кран  $3$ , открывают кран  $5$  и определяют зависимость показаний манометра  $1$  от времени.



**Рис. 2.** Схема градуировки вакуумметра по методу постоянного объема.

Поток газа  $Q$  из объема  $6$  в объем  $2$  равен

$$Q = U(P_1 - P_2), \quad (1)$$

где  $U$  – пропускная способность соединительного вакуумпровода  $4$ . При выполнении условия  $P_2 \ll P_1$

$$Q \approx U \cdot P_1. \quad (2)$$

С другой стороны, для потока  $Q$  имеет место равенство

$$Q = V_2 \frac{dP_2}{d\tau}. \quad (3)$$

Подставляя уравнение (2) в (3), получаем

$$\frac{dP_2}{d\tau} = \frac{U}{V_2} \cdot P_1 = C. \quad (4)$$

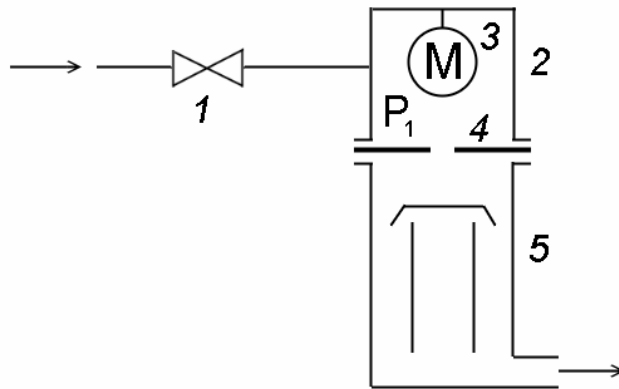
В условиях эксперимента, величина  $C$  – постоянна и заранее известна. Тогда для начального участка кривой  $P_2 = f(\tau)$  справедлива зависимость

$$P_2 \approx C \cdot \tau. \quad (5)$$

Таким образом, ось ординат экспериментального графика можно прокалибровать на истинные значения давлений, полученных из выражения (5).

### ***Метод переменной проводимости***

Метод переменной проводимости заключается в том, что насос 5 (рис. 3), обладающий быстротой действия  $S_n$ , соединяется с откачиваемым объемом 2 через диафрагму 4, имеющую пропускную способность  $U$ .



**Рис. 3.** Установка для градуировки вакуумметра методом переменной проводимости.

При напуске в объем 2 натекателем 1 калиброванного потока газа  $Q$  можно определить давление  $P_1$ , воспользовавшись уравнением

$$S_o = \frac{U \cdot S_n}{U + S_n}.$$

Записав быстроту откачки объема  $S_o$  как отношение  $Q$  к  $P_1$ , получим:

$$P_1 = \frac{Q \cdot (U + S_n)}{U \cdot S_n}. \quad (6)$$

Давление у входа в насос при этом будет равно  $P_2$ . Затем диафрагма 4 удаляется. Это приводит к понижению давления в объеме 2 до уровня  $P_2$ , который можно оценить через поток и быстроту действия насоса

$$P_2 = \frac{Q}{S_n}. \quad (7)$$

При выполнении условия  $U \ll S_n$  и постоянной быстроте насоса в диапазоне изменения давления  $P_1 - P_2$  получаем:

$$P_1 - P_2 = \frac{Q}{U} = \frac{P_1 \cdot S_n}{U + S_n}. \quad (8)$$

Таким образом, метод переменной проводимости позволяет расширить пределы градуировки вакуумметра до более низкого давления  $P_2$ , определяемого по формуле

$$P_2 = P_1 \left( 1 - \frac{S_n}{U + S_n} \right) \quad (9)$$

при известной быстроте действия насоса и заранее рассчитанной пропускной способности диафрагмы.

Важным требованием, предъявляемым к системам для градуировки вакуумметров, является требование низкой скорости газовой выделенности с поверхности стенок камеры. Поэтому весьма важно, чтобы и сама система и градуируемые вакуумметры допускали прогрев, по крайней мере, до  $250^\circ\text{C}$ . Кроме того, желательно работать с ионизационными вакуумметрами в режиме низкого тока для уменьшения эффекта откачки.

В идеальном случае вакуумметр должен градуироваться для каждого газа по отдельности, однако в действительности достаточно провести градуировку по какому-то одному газу, а затем воспользоваться известными коэффициентами относительных чувствительностей для остальных газов.

Градуировка вакуумметров по азоту или по какому-либо инертному газу не вызывает осложнений, при этом может быть достигнута удовлетворительная точность. Активные газы, такие, как кислород или водород могут реагировать с материалами вакуумметра либо хемосорбироваться на стенках вакуумной системы, вызывая существенные отклонения в измерениях. К сожалению, эти газы довольно часто играют важную роль в сверхвысоковакуумных системах, так что даже если пользоваться

относительными чувствительностями, то в процессе измерений давления будут возникать рассмотренные выше проблемы. Поэтому достоверность определения давления активных остаточных газов всегда намного ниже, чем, например, азота.

**Цель данной работы** – градуировка термодинамического манометра методом изометрического расширения.

Действие манометров этого типа основано на том, что теплопроводность газа в состоянии высокого вакуума пропорциональна давлению.

При переносе тепла между двумя параллельными плоскостями условием перехода газа в состояние высокого вакуума является соотношение  $\lambda > d$ , в котором  $\lambda$  – средняя длина свободного пробега молекул газа,  $d$  – расстояние между плоскостями. Если же перенос происходит от цилиндра очень малого радиуса к коаксиальному цилиндру большого радиуса, таким условием будет  $\lambda > r$ , где  $r$  – радиус малого цилиндра.

Состояние низкого вакуума характеризуется, соответственно, условиями  $\lambda < d$  и  $\lambda < r$ . При этом теплопроводность газа уже не зависит от давления, как это следует из кинетической теории.

Таким образом, сферой применения тепловых манометров является высокий вакуум и средний вакуум.

Если в газ, имеющий достаточно низкое давление, поместить накаливаемую нить, к которой подводится постоянная мощность накала, то температура этой нити будет изменяться с изменением давления газа. Тепловой баланс нити может быть записан следующим образом:

$$Q_{\text{п}} = Q_{\text{газ}} + Q_{\text{изл}} + Q_{\text{мет}},$$

где  $Q_{\text{п}}$  – мощность, подводимая к нити;  $Q_{\text{газ}}$  – потери тепла в единицу времени теплопроводностью через газ;  $Q_{\text{изл}}$  – потери тепла излучением;  $Q_{\text{мет}}$  – потери тепла теплопроводностью через металлические вводы.

Последние две компоненты потерь не зависят от давления, и только потери тепла через газ являются функцией давления. При снижении давления газа потери тепла через газ уменьшаются, и, если  $Q_{\text{п}} = \text{const}$ , то температура нити растет; наоборот, с повышением давления растет теплопроводность газа, растут потери тепла нитью через газ, и температура нити падает. Измеряя тем или иным



способом температуру нити, можно судить о давлении газа или пара в приборе.

Манометры, в которых для измерения температуры нити используется термопара, называются *термопарными* манометрами.

Рабочий диапазон давлений практически применяемых тепловых манометров составляет  $10^{-1} - 10^{-3}$  мм рт. ст.

При увеличении давления газа до значений, при которых  $\lambda < d$  или  $\lambda < r$  теплопроводность газа не зависит от давления, и манометр перестает быть индикатором давления. Для манометра цилиндрической конструкции, например, при диаметре нити порядка 0,2 мм это наступает в случае воздуха при давлении порядка 2 мм рт. ст., в случае гелия – порядка 6 мм рт. ст.

При понижении давления газа потери теплопроводностью через газ уменьшаются и при давлениях порядка  $10^{-3}$  мм рт. ст. они обычно становятся значительно меньше потерь на излучение и теплопроводность через вводы. Поэтому дальнейшее снижение давления практически не влияет на полную величину теплотерь нити, ее температура остается неизменной, и манометр перестает реагировать на давление.

Градуировочная кривая и рабочий диапазон манометра зависят от рода газа, тока накала нити манометра, температуры внешней среды, состояния поверхности нити и ряда других менее существенных факторов.

Как известно, теплопроводности двух различных газов при одинаковых давлениях относятся друг к другу следующим образом:

$$\frac{Q_{\text{газ},1}}{Q_{\text{газ},2}} = \frac{k_1 \cdot \alpha_1 \cdot \sqrt{M_1}}{k_2 \cdot \alpha_2 \cdot \sqrt{M_2}}$$

где  $k$  – коэффициент, зависящий от строения молекулы газа;  $M$  – молекулярный вес газа;  $\alpha$  – коэффициент аккомодации, учитывающий неполноту обмена энергиями при соударении молекулы с поверхностью нити.

Следовательно, при одном и том же давлении и одинаковой подводимой мощности для газов с равным числом атомов в молекуле температура нити –  $T_2$  будет тем выше, чем больше молекулярный вес газа. Градуировочная кривая газа  $\log P = f(T_2)$  для аргона, например, будет лежать выше, чем для гелия. Следует заметить, что отношение абсцисс этих кривых будет меньше, чем

соотношение  $\frac{\sqrt{M_2}}{\sqrt{M_1}}$ , так как коэффициент аккомодации также зависит от молекулярного веса газа, и он тем больше, чем больше  $M$ . Поэтому для рабочего диапазона в вышеприведенном примере  $\frac{T_{2_{газ,1}}}{T_{2_{газ,2}}} = 1,4$ , а не 3,16, как следует из соотношения  $\frac{\sqrt{M_2}}{\sqrt{M_1}}$ .

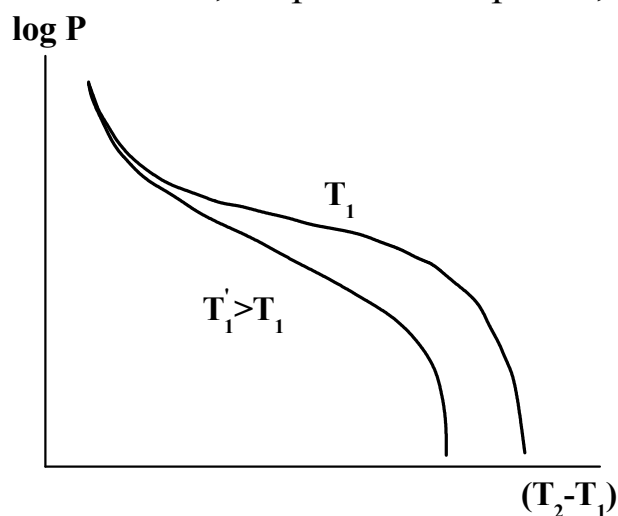
Род газа влияет на рабочий диапазон манометра. Верхний предел тем выше, чем больше в сравнимых условиях длина свободного пробега молекул газа, а нижний предел тем ниже, чем меньше молекулярный вес газа.

Как указывалось, показания теплового манометра зависят от тока накала нити. Рабочее или номинальное значение тока накала выбирается, исходя из следующих соображений. При большом значении тока нагрева и, следовательно, высокой температуре нити потери на излучение превзойдут потери теплопроводностью через газ при более высоком давлении (так как  $Q_{изл}$  растет пропорционально  $T^4$ ), и верхний предел уменьшится. При малом значении тока накала и, следовательно, низкой температуре нити чувствительность манометра будет слишком малой, ухудшится стабильность работы. Таким образом, малый ток накала расширяет шкалу прибора в область низких давлений, а большой ток накала – в область высоких давлений.

Изменение тока накала влияет и на градуировочную кривую. При уменьшении тока накала градуировочная кривая смещается вниз по ординате, и наклон ее (чувствительность манометра) уменьшается.

У термопарных манометров, показания которых пропорциональны  $T_2 - T_1$  и градуировочная кривая которых может быть представлена как  $\log P = f(T_2 - T_1)$ , изменение  $T_1$  не вызывает заметного изменения градуировочной кривой в указанном выше диапазоне давлений. При более низких давлениях  $10^{-3} - 10^{-4}$  мм рт. ст.  $T_2$  в меньшей степени зависит от  $T_1$ , так как теплопроводность газа становится очень малой. В этом случае  $T_2$  определяется в основном потерями на излучение, которые слабо зависят от  $T_1$ , если  $T_1 < T_2$ , что и имеет место в действительности. Поэтому градуировочная кривая в этом интервале давлений термопарного манометра сдвигается влево (рис. 4).

Градуировочная кривая теплоэлектрического манометра заметно изменяется со временем. Это объясняется тем, что со временем изменяется структура и состояние поверхности нити накала, вследствие прохождения тока, старения материала, адсорбции газов,



**Рис. 4.** Влияние внешней температуры на градуировочную кривую термопарного манометра.

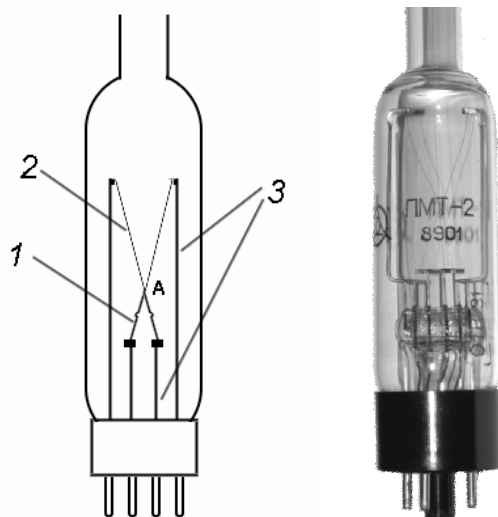
паров и т.п. Эти изменения приводят к иным значениям коэффициента излучения нити и коэффициента аккомодации, к иному тепловому балансу, к иной температуре нити при том же давлении. Самопроизвольный сдвиг градуировочной кривой манометр является одной из причин, обуславливающих необходимость периодического градуирования манометров.

Недостатками тепловых манометров являются: невысокая стабильность, малая чувствительность в области низких давлений, инерционность. Термопарные манометры, кроме того, имеют нелинейную градуировочную шкалу, что несколько затрудняет и замедляет процесс измерения давления. Вследствие инерционности эти манометры непригодны для измерения быстрых изменений давления. Время установления манометров специальной конструкции с нитью и термопарой очень малых размеров составляет несколько секунд, для промышленных образцов датчиков — несколько десятков секунд.

Выпускаемый промышленностью термопарный манометр для установок, смонтированных из стекла, имеет в качестве датчика лампу ПМТ-2, устройство которой представлено на рис. 5.

В колбу из боросиликатного стекла впаяны молибденовые вводы 3, к двум из которых приварена платиновая или вольфрамовая нить 2, накаливаемая током. Для измерения температуры к средней точке

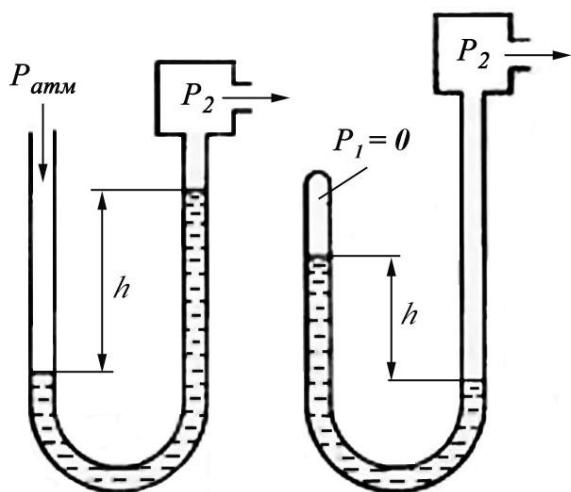
нити (точка А) приварен термоэлемент, состоящий из пары хромель-копель (термо-ЭДС этой пары при разности температуры спаев  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  равна  $7\text{ мВ}$ ). Холодный спай термопары находится в нижней части баллона в месте соединения проволок термопары с молибденовыми вводами.



**Рис. 5.** Термопарный датчик ПМТ-2:  
1 – термопара; 2 – подогреватель; 3 – держатели нити.

Лампы рассчитаны на рабочее значение тока накала нити, при котором температура нити составляет  $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ , если давление в датчике не выше  $10^{-4}$  мм рт. ст., термо-ЭДС термопары при этом равна  $10\text{ мВ}$ . К каждому датчику заводом-изготовителем прилагается типовая градуировочная кривая для сухого воздуха, снятая при этом

рабочем токе накала (см. Лабораторная работа № 1 и Приложение 1).



**Рис. 6.** Жидкостные манометры: *а* – с открытым коленом, *б* – с закрытым коленом.

В данной лабораторной работе в качестве образцового манометра для градуировки термопарного вакуумметра используется U-образный манометр с силиконовым маслом в качестве рабочей жидкости.

Принцип работы жидкостных вакуумметров (рис. 6) основан на уравнивании измеряемого давления (или разности давлений  $P_1$  и  $P_2$ ) давлением столба жидкости:

$$(P_1 - P_2) = \rho gh, \quad (10)$$

где  $\rho$  – плотность жидкости,  $g$  – ускорение свободного давления ( $g = 9,8 \text{ м/с}^2$ ).

Манометры с открытым коленом (рис. 6а) удобны для измерения давлений, близких к атмосферному ( $P_1 = P_{атм}$ ). В этом случае уравнение (10) будет иметь следующий вид

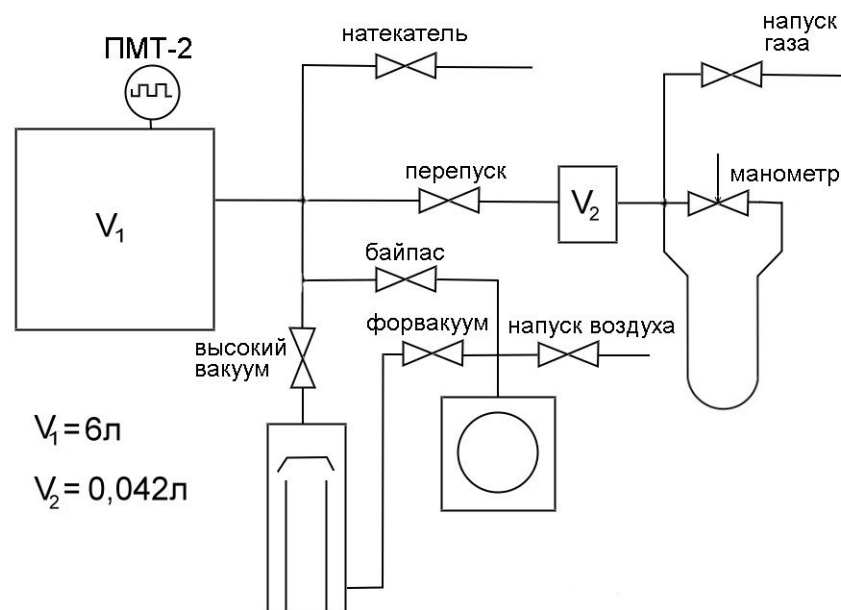
$$P = P_{атм} - \rho gh,$$

а высота столба будет минимальна. Показания такого манометра зависят от атмосферного давления.

В манометре с закрытым коленом (рис. 6б) перед заполнением рабочей жидкостью получают давление  $P_1 \approx 0$ , что позволяет непосредственно измерять абсолютное давление газа в вакуумной системе. В этом случае показания прибора не зависят от атмосферного давления.

В качестве рабочей жидкости для заполнения рассмотренных манометров применяют ртуть и масло. Масляные манометры имеют большую чувствительность, так как плотность масла примерно в 15 раз меньше плотности ртути. Однако масло хорошо растворяет газы, и перед работой требуется его тщательное обезгаживание.

Схема установки для градуировки термопарного преобразователя представлена на рис. 7.



**Рис. 7.** Вакуумная схема установки для градуировки термопарного вакуумметра методом изотермического расширения.

Откачка объемов осуществляется с помощью пароструйного и механического насосов. Краны «высокий вакуум», «байпас», «форвакуум», «перепуск», «натекатель», «напуск воздуха в насос» – механические с ручным управлением. Краны «манометр» и «напуск газа» – электромагнитные с управлением тумблером и кнопкой. Краны с ручным управлением закрываются вращением по часовой стрелке до упора (с усилием), открываются вращением против часовой стрелки до упора (без усилия).

## ***Порядок выполнения работы***

### *Перед началом работы*

- Автомат «сеть» – выключен
- Кран «натекатель» – закрыт
- Кран «перепуск» – закрыт
- Кран «форвакуум» – закрыт
- Кран «высокий вакуум» – закрыт
- Кран «байпас» – закрыт
- Кран «напуск воздуха в насос» – открыт
- Кран «манометр» – открыт

### *Включение установки*

1. Нажать кнопку автомата (белую) «сеть».
2. Открыть кран охлаждения диффузионного насоса (попросить преподавателя или заведующего лабораторией).
3. Закрыть кран «напуск воздуха в насос».
4. Включить механический насос.
5. Открыть кран «перепуск».
6. Открыть кран «байпас» и откачать объемы  $V_1$  и  $V_2$  до давления 20 делений по шкале терморного вакуумметра.
7. Закрыть кран «байпас».

Выполнив эти операции, вы создали предварительное разрежение в откачиваемых объемах  $V_1$  и  $V_2$ , необходимое для начала работы.

8. Открыть кран «форвакуум».
9. Включить нагреватель диффузионного насоса.

Через 30–40 минут после включения диффузионный насос будет готов к откачке объемов до высокого вакуума.

Если за время разогрева диффузионного насоса давления не возросло до 12 делений, можно:

10. Открыть кран «высокий вакуум» и откачать объемы до давления соответствующего 95–100 делений по шкале термодарного вакуумметра.

Если за время разогрева насоса давление возросло до значений 12 делений надо:

11. Закрыть кран «форвакуум».
12. Открыть кран «байпас» и откачать объемы до 20 делений.
13. Закрыть кран «байпас».
14. Открыть краны «форвакуум» и «высокий вакуум». Откачать объемы до давления 95–100 делений.

Установка готова к градуировке термодарного манометра.

### *Процесс градуировки*

15. Закрыть кран «перепуск».
16. Закрыть кран «манометр».
17. Нажатием на кнопку «напуск газа» напустить в объем  $V_2$  газ до давления  $P_m$ . Длительность нажатия на кнопку не влияет на количество напускаемого газа.
18. Закрыть кран «высокий вакуум».
19. Открыть кран «перепуск».
20. Сделать отсчет показаний термодарного вакуумметра.
21. Рассчитать давление в объемах после перепуска газа

$$P_x = \frac{P_m \cdot V_1}{V_1 + V_2}$$

Выполнив эти операции, вы получили одну точку градуировочной кривой. Для получения следующей точки градуировочной кривой нужно наполнить объем  $V_2$  до иного давления  $P_m$ . Для этого нужно:

22. Открыть кран «манометр».

Если давление в объемах  $V_1$  и  $V_2$  после перепуска газа возросло не выше давления запуска диффузионного насоса (12 дел.), вновь откачать систему до давления 95–100 делений.

Для этого нужно:

23. Открыть кран «высокий вакуум». Далее выполнить пункты с 15 по 21. Иное давление  $P_m$  в объеме  $V_2$  достигается многократным нажатием кнопки «напуск газа».

**Внимание:** запрещается напуск газа в объем  $V_2$  до давлений, превышающих 1800 Па (отметки синего цвета на колоннах манометра). Если давление в объемах  $V_1$  и  $V_2$  после перепуска газа возросло выше давления запуска пароструйного насоса (менее 12 дел.), дальнейшее выполнение работы продолжить, начиная с пункта 11 по 21. Таким образом, необходимо получить не менее 8–10 точек градуировочной кривой.

### *Выключение установки*

После получения последней точки градуировочной кривой:

1. Закрыть кран «перепуск».
2. Открыть кран «манометр».
3. Выключить нагрев диффузионного насоса.
4. Через 30 минут закрыть кран «форвакуум».
5. Выключить механический насос. Открыть кран «напуск воздуха в насос».
6. Закрыть кран охлаждения пароструйного насоса.

Таким образом, Вы провели градуировку преобразователя ПМТ-2 по сухому воздуху. По указанию преподавателя можно провести градуировку по другому газу ( $Ar$ ,  $N_2$ ,  $O_2$ ). Для этого к штуцеру напуск газа подсоединить объем (полиэтиленовый шар), наполненный нужным газом.

### **Контрольные вопросы:**

1. Принцип действия и устройство терморного вакуумметра.
2. Различие между абсолютными вакуумметрами и вакуумметрами для косвенных измерений.
3. Методы градуировки манометров.
4. Принцип действия и устройство жидкостных манометров.
5. Критерии выбора и виды рабочей жидкости для U-образных манометров.



## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Шешин, Е.П. Вакуумные технологии: учебное пособие. / Е.П. Шешин. – Долгопрудный: Изд. дом «Интеллект», 2009. – 504 с.
2. Розанов, Л. Н. Вакуумная техника: учебник для вузов. / Л.Н. Розанов. – М.: Высшая школа, 1990. – 320с.
3. Грошковский, Я. Техника высокого вакуума. Пер. с польск. / Я. Грошковский. – М.: Мир, 1975. – 624с.
4. Вакуумная техника: Справочник / Е.С. Фролов, В.Е. Минайчев, А.Т. Александрова и др.; под общ. ред. Е.С. Фролова, В.Е. Минайчева. – М.: Машиностроение, 1985. – 360с.
5. Пипко, А. П. Основы вакуумной техники: Учебник для техникумов/ А.П. Пипко, В.Я. Плисковский, Б. И. Королев, В.И. Кузнецов. – Изд. 2-е, перераб. и доп. – М.: Энергоиздат, 1981. – 432с.
6. Петров, В. А. Вакуумная техника. / В.А. Петров. – М.: Наука, 1983. – 500с.
7. Барыбин, А. А. Физико-технологические основы электроники. / А.А. Барыбин, В.Г. Сидоров. – СПб.: Лань, 2001. – 272с.
8. Востров, Г. А. Вакуумметры. / Г.А. Востров, Л.Н. Розанов. – Л.: Машиностроение, 1967. – 235с.
9. Эшбах, Г. Л. Практические сведения по вакуумной технике. / Г.Л. Эшбах. – М.-Л.: Энергия, 1966. – 296с.
10. <http://www.invac.ru>.

# СПРАВОЧНЫЙ РАЗДЕЛ

## Физические постоянные

Наименование величины	Округленное значение в системе СИ
Постоянная Больцмана, $k$	$1,38 \cdot 10^{-23}$ Дж/К
Универсальная газовая постоянная, $R$	8,314 Дж/моль·К
Заряд электрона, $e$	$1,6 \cdot 10^{-19}$ Кл
Масса покоя электрона, $m_e$	$9,1 \cdot 10^{-31}$ кг
Масса протона, $m_p$	$1,67 \cdot 10^{-27}$ кг
Постоянная Планка, $h$	$6,62 \cdot 10^{-34}$ Дж·с
Скорость света в вакууме, $c$	$3,0 \cdot 10^8$ м/с
Число Авогадро (число молекул в 1 моле вещества)	$6,02 \cdot 10^{23}$ моль <sup>-1</sup>

## Перевод единиц давления

	Па (Н/м <sup>2</sup> )	бар	мбар	мм рт. ст. (тор)	атм
Па (Н/м <sup>2</sup> )	1	$1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$7,5 \cdot 10^{-3}$	$9,87 \cdot 10^{-6}$
бар	$1 \cdot 10^5$	1	1000	750	0,987
мбар	100	$1 \cdot 10^{-3}$	1	0,75	$9,87 \cdot 10^{-4}$
мм рт. ст. (тор)	133	$1,33 \cdot 10^{-3}$	1,33	1	$1,32 \cdot 10^{-3}$
атм	$1,01 \cdot 10^5$	1,013	1013	760	1

## Перевод единиц потока

	Па·м <sup>3</sup> /с	мбар·л/с	тор·л/с	sccm	моль/с
Па·м <sup>3</sup> /с	1	10	7,5	592	$4,41 \cdot 10^{-4}$
мбар·л/с	0,1	1	0,75	59,2	$4,41 \cdot 10^{-5}$
тор·л/с	0,133	1,33	1	78,9	$5,85 \cdot 10^{-5}$
sccm	$1,69 \cdot 10^{-3}$	$1,69 \cdot 10^{-2}$	$1,27 \cdot 10^{-2}$	1	$7,45 \cdot 10^{-7}$
моль/с	$2,27 \cdot 10^3$	$2,27 \cdot 10^4$	$1,7 \cdot 10^4$	$1,34 \cdot 10^6$	1

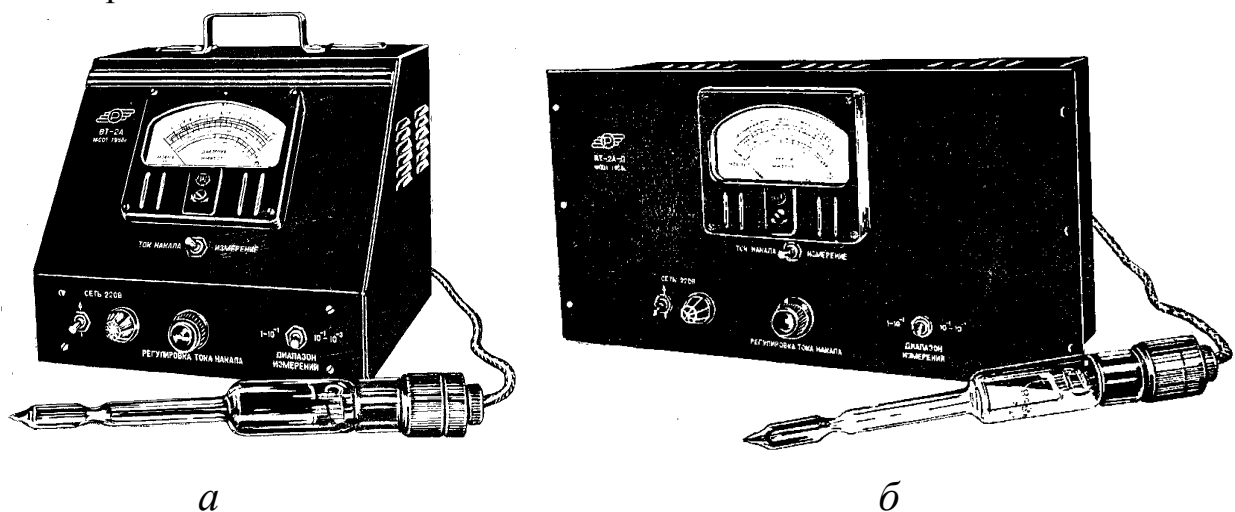
# ПРИЛОЖЕНИЕ 1

## 2.1. Вакуумметр термопарный ВТ-2А

Вакуумметр термопарный типа ВТ-2А и ВТ-2А-П предназначен для измерения давления воздуха и представляет собой прибор, состоящий из термопарного датчика ПМТ-2, измерительного блока, включающего схему для питания нагревателя термопары и стрелочный прибор, измеряющий термо-э.д.с. термопары.

Вакуумметр термопарный используется для работы в лабораторных и производственных условиях.

ПРИМЕЧАНИЕ: Вакуумметр проградуирован по сухому воздуху. При использовании вакуумметра для измерения давления других газов или их смесей необходимо производить специальную градуировку термопарных манометров.



**Рис. 1.** Вакуумметр термопарный ВТ-2А:

*a* – переносной прибор настольного типа, *б* – панельный вариант, предназначенный для установки в различные стоечные устройства.

### *Технические характеристики*

Пределы измерения давления вакуумметра термопарного от 1 мм рт. ст. до  $10^{-3}$  мм рт. ст.

Весь диапазон измеряемых давлений перекрывается двумя поддиапазонами, определяющимися положением переключателя шкал:

- первый поддиапазон 1 мм рт. ст. –  $2 \cdot 10^{-1}$  мм рт. ст.;
- второй поддиапазон  $2 \cdot 10^{-1}$  мм рт. ст. –  $10^{-3}$  мм рт. ст.

## *Инструкция по эксплуатации*

### *Работа с термопарным датчиком типа ПМТ-2*

❖ В связи с тем, что датчик ПМТ-2 выпускается изготовителем в запаянном и откаченном до  $10^{-4} - 10^{-5}$  мм рт. ст. виде, можно предварительно проверить с ней вакуумметр на полную работоспособность. Это производится следующим образом:

- 1) подключить датчик к вакуумметру;
- 2) поставить переключатель ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ в положение « $10^{-1} - 10^{-3}$ », а реостат РЕГУЛИРОВКА ТОКА НАКАЛА в левое крайнее положение;
- 3) включить тумблер СЕТЬ 220 В, при этом должна загореться сигнальная лампа;
- 4) поставить переключатель ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ТОК НАКАЛА и реостатом РЕГУЛИРОВКА ТОКА НАКАЛА установить по нижней шкале прибора ток порядка 110 мА.
- 5) поставить переключатель ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ИЗМЕРЕНИЕ

Если ток накала регулируется и при установке переключателя ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ИЗМЕРЕНИЕ стрелка прибора отклоняется, то вакуумметр и термопара работоспособны.

❖ После проверки вакуумметра и датчика ПМТ-2 на работоспособность необходимо подобрать рабочий ток нагревателя термопары для диапазона давлений  $10^{-1} - 10^{-3}$  мм рт. ст., а затем для диапазона  $1 - 10^{-1}$  мм рт. ст.

а) Подбор рабочего тока нагревателя для диапазона давлений от  $10^{-1}$  мм рт. ст. до  $10^{-3}$  мм рт. ст. производится с запаянным или откачанным до давления менее  $10^{-4}$  мм рт. ст. датчиком следующим образом:

- 1) поставить переключатели ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ в положение « $10^{-1} - 10^{-3}$ », а ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ИЗМЕРЕНИЕ и реостатом РЕГУЛИРОВКА ТОКА НАКАЛА установить стрелку измерительного прибора на конец шкалы;
- 2) поставить переключатель ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ТОК НАКАЛА и по нижней шкале измерительного прибора отсчитать ток накала в миллиамперах, – это будет рабочий ток нагревателя данного датчика ПМТ-2 (в диапазоне

давлений  $10^{-1}$  мм рт. ст. –  $10^{-3}$  мм рт. ст. для датчика ПМТ-2 величина этого тока должна быть в пределах от 100 до 140 мА).

б) Подбор рабочего тока нагревателя для диапазона 1 мм рт. ст. –  $10^{-1}$  мм рт. ст. производится следующим образом:

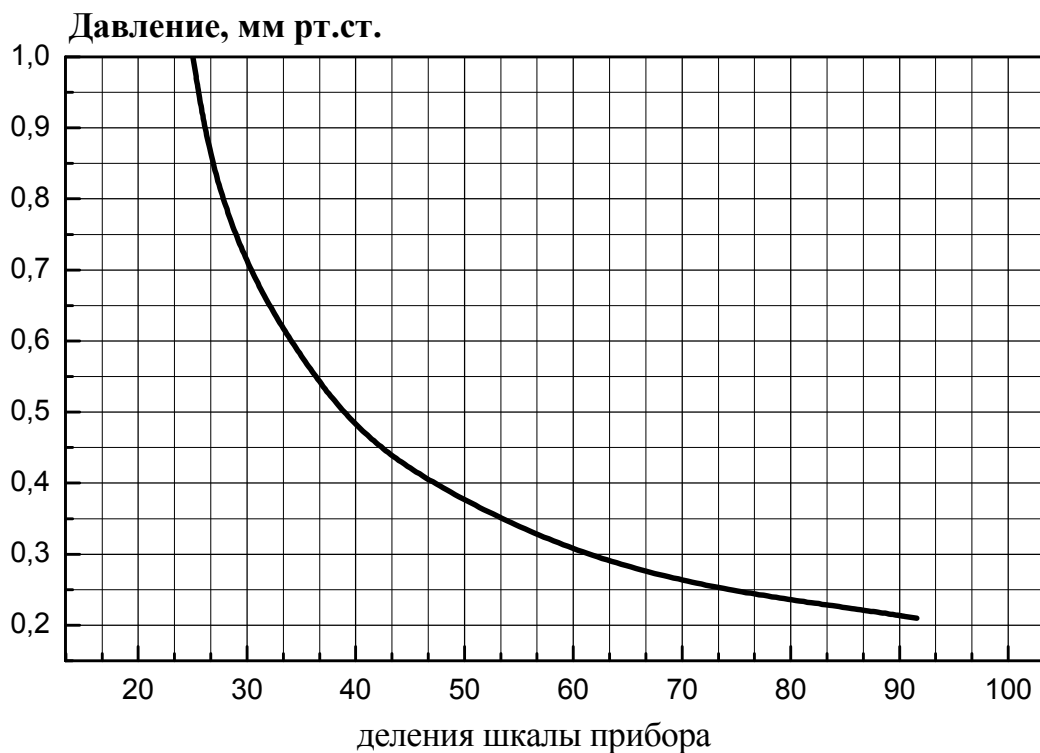
- 1) отрезать запаянный конец датчика ПМТ-2 и установить его вертикально, обязательно цоколем вверх (для датчиков, смонтированных на вакуумных установках – обеспечить атмосферное давление);
- 2) поставить переключатель ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ в положение «1 –  $10^{-1}$ », а ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ИЗМЕРЕНИЕ и реостатом РЕГУЛИРОВКА ТОКА НАКАЛА установить стрелку измерительного прибора на красную риску, соответствующую термо-ЭДС 1,2 мВ;
- 3) поставить переключатель ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ТОК НАКАЛА. Отсчет, сделанный по нижней шкале прибора, умножить на 2, так как в этом случае последнее деление шкалы прибора соответствует 300 мА – это будет рабочий ток нагревателя датчика ПМТ-2 (в мА) для диапазона давлений 1 мм рт. ст. –  $10^{-1}$  мм рт. ст.

❖ Измерение давления с датчиком ПМТ-2 производится следующим образом:

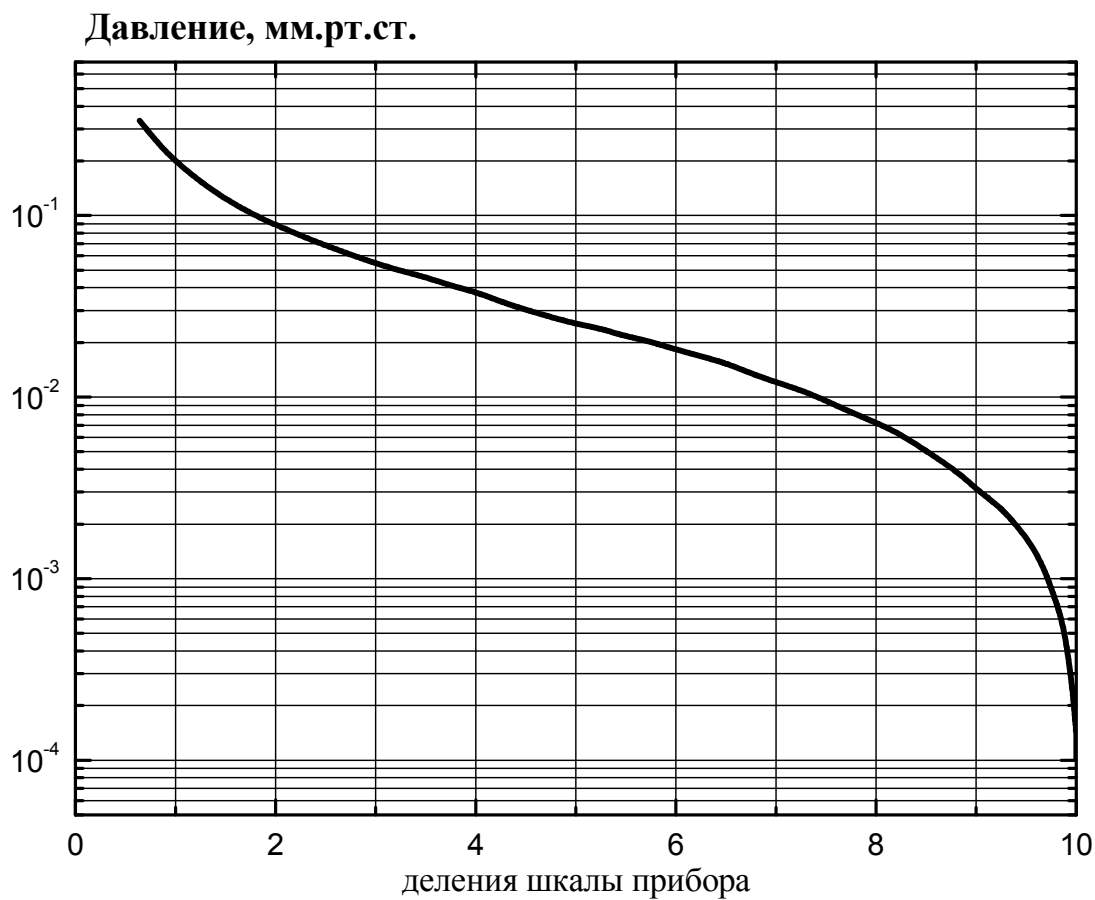
- 1) соединить датчик вакуумно-плотно с обследуемым объемом;
- 2) поставить переключатель ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ТОК НАКАЛА, а переключатель ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ в положение, соответствующее измеряемому диапазону давлений;
- 3) установить реостатом РЕГУЛИРОВКА ТОКА НАКАЛА рабочий ток данной термопары для измеряемого диапазона давлений.

ПРИМЕЧАНИЕ. При измерении давлений в диапазоне 1 мм рт. ст. –  $10^{-1}$  мм рт. ст. нижняя шкала прибора имеет верхний предел изменения 300 мА, при измерении давлений в диапазоне  $10^{-1}$  мм рт. ст. –  $10^{-3}$  мм рт. ст. – 150 мА.

- 4) поставить переключатель ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение прибора ИЗМЕРЕНИЕ и сделать отсчет термо-ЭДС в делениях по средней шкале для приборов с тремя шкалами (100 делений соответствуют 10 мВ) или по верхней шкале для приборов с двумя шкалами (отсчет непосредственно в мВ). Полученные значения термо-ЭДС перевести по соответствующей для данного диапазона градуировочной кривой ПМТ-2 (рис. 2,3) в единицы давления (мм рт. ст.).



**Рис. 2.** Градуировочная кривая ПМТ-2 в диапазоне 1 – 0,2 мм рт.ст.



**Рис. 3.** Градуировочная кривая ПМТ-2 в диапазоне  $10^{-1}$  –  $10^{-3}$  мм рт.ст.

## 2.2. Вакуумметр ВИТ-1А или ВИТ-1А-П

Вакуумметр ионизационно-термопарный типа ВИТ-1А или ВИТ-1А-П предназначен для измерения давления и представляет собой комбинированную измерительную установку, состоящую из ионизационного манометрического датчика (манометрической лампы), термопарного манометрического датчика (манометрической лампы) и измерительного блока.



**Рис. 4.** Вакуумметр термопарный ВИТ-1А.

### *Технические характеристики*

Общий диапазон давлений, измеряемых вакуумметром – от  $2 \cdot 10^{-1}$  до  $1 \cdot 10^{-7}$  мм рт. ст. Давление в пределах от  $2 \cdot 10^{-1}$  до  $1 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст. измеряется термопарой манометрической лампой ПМТ-2, от  $1 \cdot 10^{-3}$  до  $1 \cdot 10^{-7}$  мм рт. ст. – ионизационной манометрической лампой ПМИ-2.

Последний диапазон разбит на 4 поддиапазона, определяющиеся положением переключателя МНОЖИТЕЛЬ ШКАЛЫ:

Таблица

Поддиапазон	Множитель шкалы	Давление, мм. рт. ст.
I	$10^{-4}$	$10^{-3} - 10^{-4}$
II	$10^{-5}$	$10^{-4} - 10^{-5}$
III	$10^{-6}$	$10^{-5} - 10^{-6}$
IV	$10^{-7}$	$10^{-6} - 10^{-7}$

## *Инструкция по эксплуатации*

### *Подготовка к работе*

Перед включением вакуумметра необходимо убедиться, что накал ионизационной манометрической лампы ПМИ-2 выключен, т.е. ручка выключателя с гравировкой НАКАЛ ПМИ-2 поставлена вниз – против указания стрелки.

### *Работа с термопарной частью вакуумметра*

❖ В связи с тем, что термопарная лампа ПМТ-2 выпускается заводом-изготовителем в запаянном и откачанном (до  $10^{-4}$  до  $10^{-5}$  мм рт. ст.) виде, можно предварительно проверить работоспособность термопарной части вакуумметра путем непосредственного измерения вакуума в термопарной лампе ПМТ-2 до ее вскрытия. Это производится следующим образом:

- 1) подключить манометрическую лампу к вакуумметру;
- 2) поставить реостат РЕГУЛИРОВКА ТОКА НАКАЛА в крайнее левое положение, а переключатель ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ТОК НАКАЛА;
- 3) включить тумблер СЕТЬ 220 В, при этом должна загореться сигнальная лампа (слева на панели);
- 4) реостатом РЕГУЛИРОВКА ТОКА НАКАЛА установить по нижней шкале прибора ток порядка 110 мА.
- 5) поставить переключатель ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ИЗМЕРЕНИЕ.

Если ток накала регулируется и при установке переключателя ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ИЗМЕРЕНИЕ стрелка прибора отклоняется, то термопарная часть вакуумметра и термопарная лампа работоспособны.

❖ После проверки на работоспособность необходимо подобрать рабочий ток нагревателя термопарной лампы (с запаянной термопарной лампой или откачанной до давления менее менее  $10^{-4}$  мм рт. ст).

- 1) Поставить переключатель ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ИЗМЕРЕНИЕ и реостатом РЕГУЛИРОВКА ТОКА НАКАЛА установить стрелку измерительного прибора на конец шкалы.



- 2) Перевести переключатель ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ТОК НАКАЛА и по нижней шкале измерительного прибора отсчитать ток накала в миллиамперах – это и будет рабочий ток нагревателя данной термопарной лампы ПМТ-2.
- ❖ Измерение давления с термопарой ПМТ-2 производится следующим образом:
- 1) Отрезать запаянный конец трубки термопарной лампы ПМТ-2 и соединить термопарную лампу вакуумно-плотно с обследуемым объемом.
  - 2) Поставить переключатель ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ТОКА НАКАЛА и реостатом РЕГУЛИРОВКА ТОКА НАКАЛА установить рабочий ток нагревателя данной термопарной лампы.
  - 3) Поставить переключатель ТОК НАКАЛА – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ИЗМЕРЕНИЕ и сделать отсчет в милливольтгах. Отсчет в милливольтгах перевести в единицы давления (мм рт. ст.) по градуировочной кривой термопарной лампы ПМТ-2 (рис. 3). Градуировка вакуумметра дана по сухому воздуху с непосредственным отсчетом давления по шкале прибора в миллиметрах ртутного столба. Пересчетные коэффициенты для различных газов приведены в таблице 2 описания лабораторной работы 1.

#### *Работа с ионизационной частью вакуумметра*

- ❖ Так как завод-изготовитель выпускает ионизационные манометрические лампы ПМИ-2 в запаянном виде, откачанными до давления порядка  $10^{-5}$  мм рт. ст., то можно проверить работоспособность ионизационной части вакуумметра путем непосредственного измерения вакуума в самой лампе ПМИ-2 до ее вскрытия.

ПРИМЕЧАНИЕ: Вакуумметр проградуирован по сухому воздуху. При использовании вакуумметра для измерения давления других газов или их смесей необходимо производить специальную градуировку ионизационных манометрических ламп.

- ❖ Перед включением ионизационной части вакуумметра необходимо убедиться (при помощи термопарного, магнитного или какого-либо другого вакуумметра), что давление в обследуемом объеме не выше  $10^{-3}$  мм рт. ст.

### **ВНИМАНИЕ!**

Включение ионизационной манометрической лампы ПМИ-2 при давлении выше, чем  $10^{-3}$  мм рт. ст. может привести к преждевременному выходу ее из строя. Длительная работа лампы ПМИ-2 при давлениях  $10^{-3}$ - $10^{-4}$  мм рт. ст. сокращает срок ее службы.

❖ Для проведения измерений ионизационной частью вакуумметра необходимо выполнить следующее:

- 1) Присоединить кабель к ионизационной манометрической лампе ПМИ-2 вакуумно-плотно соединенной с обследуемым объемом, другой конец кабеля соединить с вакуумметром.
- 2) Поставить правый верхний переключатель в положение ПРОГРЕВ, средний переключатель под измерительными приборами – в положение УСТАНОВКА НУЛЯ, переключатель под правым измерительным прибором М24 – в положение ЭМИССИЯ. **Внимание!** Переключатель НАКАЛ ПМИ-2 должен находиться в положении противоположном стрелке (выключено).
- 3) Включить сеть (переключателем СЕТЬ 220 В), при этом должна загореться сигнальная лампа, расположенная рядом с переключателем. Дать вакуумметру в течение 2-3-х минут прогреться.
- 4) Отрегулировать усилитель ионного тока. Для этого необходимо поставить переключатель под правым прибором (ионизационная часть вакуумметра) в положение ИЗМЕРЕНИЕ, переключатель множителя шкалы – в положение « $10^{-4}$ » и потенциометром РЕГУЛИРОВКА НУЛЯ установить стрелку измерительного прибора на нуль шкалы.
- 5) Термопарной частью вакуумметра проверить давление в откачиваемой системе. Если давление ниже  $10^{-3}$  мм рт. ст. то можно подготовить ионизационную часть вакуумметра к измерению давления. Для этого необходимо поставить переключатель МНОЖИТЕЛЬ ШКАЛЫ в положение « $10^{-4}$ », переключатель под правым прибором – в положение ЭМИССИЯ.
- 6) Переключателем НАКАЛ ПМИ-2 включить накал ионизационной манометрической лампы ПМИ-2. В это время должна загореться сигнальная лампа, находящаяся рядом с переключателем, а стрелка прибора установится на середине шкалы – возле риски с индексом «А».

7) После прогрева сетки ионизационной манометрической лампы ПМИ-2 в течение 10-15 минут надо правильно установить ток эмиссии ионизационной манометрической лампы ПМИ-2; для этого необходимо верхний правый переключатель перевести из положения ПРОГРЕВ в положение ИЗМЕРЕНИЕ и потенциометром РЕГУЛИРОВКА ЭМИССИИ перевести стрелку прибора на риску с индексом «А», что соответствует току эмиссии 5 мА.

ПРИМЕЧАНИЕ: Не следует регулировать эмиссию при прогреве сетки ПМИ-2.

8) Произвести калибровку чувствительности усилителя. Для этого необходимо поставить переключатель шкалы в положение КАЛИБРОВКА и потенциометром КАЛИБРОВКА установить стрелку измерительного прибора на конец шкалы, предварительно установив переключатель под прибором ЭМИССИЯ – ИЗМЕРЕНИЕ в положение ИЗМЕРЕНИЕ.

ПРИМЕЧАНИЕ: Ток эмиссии должен быть установлен точно 5 мА (риска «А»).

9) После того как стрелка прибора установлена на нуль шкалы, правильно установлена калибровка прибора, прогрета сетка ионизационной манометрической лампы и правильно установлена величина тока эмиссии ионизационной манометрической лампы ПМИ-2, равная 5 мА, можно производить измерение давления в исследуемом объеме.

Для этого необходимо:

- установить переключатель под измерительным прибором в положение ИЗМЕРЕНИЕ;
- переключатель множителя шкалы установить в такое положение, при котором отсчет по измерительному прибору будет лежать в пределах от 10 до 100% шкалы. Давление в измеряемом объеме равно отсчету по измерительному прибору, умноженному на соответствующий множитель переключателя шкалы.

**ПРИМЕР.** Если стрелка измерительного прибора показывает 6, при этом переключатель шкалы находится в положении  $10^{-5}$ , то давление в измеряемом объеме будет  $6 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст. Если стрелка прибора показывает 2, а переключатель шкалы поставлен в положение  $10^{-4}$ , то давление в измеряемом объеме будет  $2 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст. и т.д.

### 2.3. Вакуумметр ионизационно-термопарный типа ВИТ-2

Вакуумметр ионизационно-термопарный ВИТ-2 предназначен для измерения давления сухого воздуха в диапазоне  $2 \cdot 10^{-1} - 10^{-7}$  мм рт. ст. Вакуумметр состоит из измерительной установки, работающей в комплекте с ионизационным манометрическим преобразователем ПМИ-2 и термопарным манометрическим преобразователем ПМТ-2.

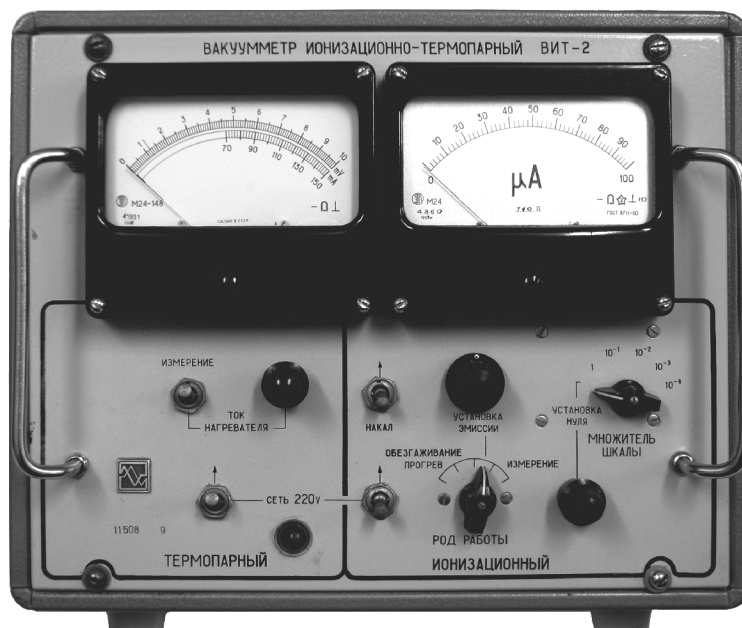


Рис. 4. Общий вид вакуумметра ВИТ-2.

#### *Технические характеристики*

Диапазон давлений, измеренных вакуумметром, от  $2 \cdot 10^{-1}$  до  $1 \cdot 10^{-7}$  мм рт. ст.

Давление в пределах от  $2 \cdot 10^{-1}$  до  $1 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст. измеряется термопарой манометрической лампой, а от  $1 \cdot 10^{-3}$  до  $1 \cdot 10^{-7}$  мм рт. ст. – ионизационной манометрической лампой.

Диапазон измеряемых токов от  $10^{-4}$  А до  $10^{-9}$  А, а следовательно, и диапазон измеряемых давлений разбит на 5 поддиапазонов (таблица).

Таблица

Поддиапазон	Множитель шкалы	Диапазон измеряемых токов, А	Давление, мм. рт. ст.
I	1	$10^{-4} - 10^{-5}$	$10^{-2} - 10^{-3}$
II	$10^{-1}$	$10^{-5} - 10^{-6}$	$10^{-3} - 10^{-4}$
III	$10^{-2}$	$10^{-6} - 10^{-7}$	$10^{-4} - 10^{-5}$
IV	$10^{-3}$	$10^{-7} - 10^{-8}$	$10^{-5} - 10^{-6}$

V	$10^{-4}$	$10^{-8} - 10^{-9}$	$10^{-6} - 10^{-7}$
---	-----------	---------------------	---------------------

Шкала выходного прибора ионизационной области вакуумметра градуирована в единицах тока. Шкала выходного прибора термопарной части вакуумметра градуирована в милливольтгах и давление определяется по градуировочной кривой (рис. 3).

### ***Инструкция по эксплуатации***

#### *Подготовка к работе*

- 1) Установить тумблеры СЕТЬ 220 В и НАКАЛ в положение, противоположное стрелкам (выключено).
  - 2) Установить переключатель ИЗМЕРЕНИЕ – ТОК НАГРЕВАТЕЛЯ в положение ТОК НАГРЕВАТЕЛЯ, а ручку реостата ТОК НАГРЕВАТЕЛЯ – в крайнее левое положение.
  - 3) Установить переключатель МНОЖИТЕЛЬ ШКАЛЫ в положение УСТАНОВКА НУЛЯ.
  - 4) Установить переключатель РОД РАБОТЫ в положение ИЗМЕРЕНИЕ, а ручку реостата УСТАНОВКА ЭМИССИИ – в крайнее левое положение.
- ❖ Преобразователи ПМТ-2 и ПМИ-2 выпускаются заводом-изготовителем в запаянном и откачанном (до  $10^{-4} - 10^{-5}$  мм рт. ст.) виде. Благодаря этому может быть проверена работоспособность вакуумметра с этими преобразователями путем непосредственного измерения вакуума в самих преобразователях по методике, описанной в разделах 2.1-2.2.
  - ❖ После проверки на работоспособность необходимо подобрать рабочий ток нагревателя термопарной лампы (с запаянной или откачанной термопарной лампой) по методике, описанной в разделе 2.2.

Измерение давления с термопарным преобразователем ПМТ-2 производится аналогично, как и в случае работы с вакуумметром ВИТ-1А (раздел 2.2). Отсчет проводится по верхней шкале прибора (100 делений соответствуют 10 мВ). Полученное значение перевести в единицы давления (мм рт. ст.) по градуировочной кривой термопарной лампы ПМТ-2 (рис. 3).

#### *Работа с ионизационной частью вакуумметра*

- ❖ Перед включением ионизационной части вакуумметра необходимо убедиться (при помощи термопарного, магнитного или какого-либо другого вакуумметра), что давление в обследуемом объеме не выше  $10^{-3}$  мм рт. ст.

### **ВНИМАНИЕ!**

Включение ионизационной манометрической лампы ПМИ-2 при давлении выше, чем  $10^{-3}$  мм рт. ст. может привести к преждевременному выходу ее из строя. Длительная работа лампы ПМИ-2 при давлениях  $10^{-3}$ – $10^{-4}$  мм рт. ст. сокращает срок ее службы.

❖ Для проведения измерений ионизационной частью вакуумметра необходимо выполнить следующее:

- 1) Соединить кабелем ионизационный преобразователь с измерительной установкой.
- 2) Установить тумблер СЕТЬ 220 В в положение, указанное стрелкой (включено). При этом должна загореться сигнальная лампа.
- 3) Провести измерение давления при помощи термопарной части вакуумметра как описано выше.
- 4) Если давление не превышает  $10^{-3}$  мм рт. ст. установить тумблер НАКАЛ в положение, указанное стрелкой (включено). При этом должна загореться сигнальная лампа.
- 5) Через 3-5 минут, когда появится отсчет на приборе, ручкой УСТАНОВКА НУЛЯ установить стрелку прибора на нуль.
- 6) Установить переключатель РОД РАБОТЫ в положение УСТАНОВКА ЭМИССИИ и реостатом УСТАНОВКА ЭМИССИИ по стрелочному прибору установить ток эмиссии катода 0,5 мА.
- 7) Дать прибору прогреться в течение 15-30 минут. Произвести проверку установки нуля усилителя и тока эмиссии катода.

Для измерения давления:

Установить переключатель МНОЖИТЕЛЬ ШКАЛЫ в положение, при котором отсчет по прибору, измеряющему ионный ток преобразователя, будет достаточно хорошим (более 10 делений).

Величина ионного тока в микроамперах определяется как произведение отсчета по прибору и соответствующего множителя переключателя МНОЖИТЕЛЬ ШКАЛЫ.

Например, отсчет по прибору 25 делений, а переключатель МНОЖИТЕЛЬ ШКАЛЫ находится в положении « $10^{-3}$ ». Давление в системе, соответствующее данному ионному току (Ионный ток при этом  $2,5 \cdot 10^{-2}$  мкА) ионизационного преобразователя, определяется

из формулы

$$P = \frac{I}{k},$$

где  $P$  – давление, мм рт. ст.;  $I$  – ионный ток преобразователя, мкА;  $k$  – чувствительность преобразователя мкА/мм рт. ст. приводится в паспорт преобразователя при токе эмиссии катода 0,5 мА.

Чувствительность преобразователя ПМИ-2 при токе эмиссии катода 5 мА равна  $1 \cdot 10^5 \frac{\text{мкА}}{\text{мм рт. ст.}}$ , а при токе эмиссии катода 0,5 мА

равна  $1 \cdot 10^4 \frac{\text{мкА}}{\text{мм рт. ст.}}$ .

Чувствительность ионизационного преобразователя ПМИ-2 дана по сухому воздуху. Однако при помощи ионизационных преобразователей можно измерять давление любых газов и их смесей при условии, что эти газы не вступают в химическую реакцию с конструкционными материалами преобразователя.

- ❖ Если в процессе измерений низких давлений (менее  $10^{-5}$  мм рт. ст.) наблюдается дрейф показаний прибора необходимо провести обезгаживание внутренних элементов ионизационного датчика ПМИ-2 в течение 5-10 минут.

Для этого:

- 1) Установить переключатель РОД РАБОТЫ в положение ПРОГРЕВ. Прогреть анод ионизационного преобразователя необходимо в течение 3-6 минут.
- 2) Установить переключатель РОД РАБОТЫ в положение ОБЕЗГАЖИВАНИЕ. Обезгаживание производить в течение 1-2 минут. В случае необходимости измерения ионного тока (тока коллектора) преобразователя при обезгаживании или прогреве анода необходимо подобрать соответствующую шкалу измерительного прибора (стрелка прибора не должна заходить за пределы шкалы).

Индикацией прогрева служит ухудшение вакуума – стрелка измерительного прибора отклоняется вправо. Прогрев при давлении выше  $10^{-4}$  мм рт. ст. недопустим, так как это приводит к окислению коллектора ионов и снижению чувствительности датчика ПМИ-2.

## 2.4. Вакуумметр ионизационно-термопарный типа ВИТ-3

Вакуумметр ионизационно-термопарный ВИТ-3 предназначен для измерения давления сухого воздуха в диапазоне  $1 \cdot 10^{-1} - 10^{-7}$  мм рт. ст. Вакуумметр состоит из измерительной установки, работающей в комплекте с ионизационным манометрическим преобразователем ПМИ-2 и термопарным манометрическим преобразователем ПМТ-2.

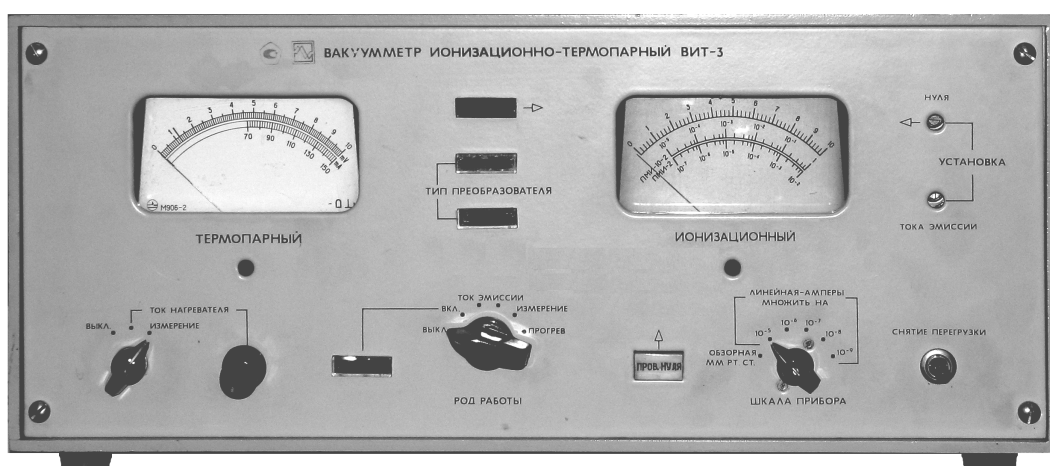


Рис. 5. Общий вид вакуумметра ВИТ-3.

### Технические характеристики

Диапазон давлений, измеренных вакуумметром, от  $1 \cdot 10^{-1}$  до  $1 \cdot 10^{-7}$  мм рт. ст.

При работе с ионизационной манометрической лампой ПМИ-2 обеспечивается измерение давления от  $1 \cdot 10^{-3}$  до  $1 \cdot 10^{-7}$  мм рт. ст.

При работе с термопарной манометрической лампой ПМТ-2 обеспечивается измерение давления от  $1 \cdot 10^{-1}$  до  $1 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст.

Диапазон измеряемых токов от  $10^{-4}$  А до  $10^{-9}$  А, а следовательно, и диапазон измеряемых давлений разбит на 5 поддиапазонов (таблица).

Таблица

Поддиапазон	Диапазон измеряемых токов, А	Множитель шкалы
I	$10^{-4} - 10^{-5}$	$10^{-5}$
II	$10^{-5} - 10^{-6}$	$10^{-6}$
III	$10^{-6} - 10^{-7}$	$10^{-7}$
IV	$10^{-7} - 10^{-8}$	$10^{-8}$
V	$10^{-8} - 10^{-9}$	$10^{-9}$



Для обеспечения измерения ионного тока преобразователей выходной прибор ионизационной части вакуумметра имеет линейную шкалу (50 делений с оцифровкой от нуля до 10).

Для индикации давления в широких пределах выходной прибор ионизационной части вакуумметра имеет обзорную шкалу, градуированную в единицах давления:  $10^{-3} - 10^{-7}$  мм рт. ст. – для преобразователя ПМИ-2.

Вакуумметр обеспечивает защиту стрелочного прибора ионизационной части и катода ионизационных преобразователей от перегрузок на всех поддиапазонах линейной шкалы и на обзорной шкале. Индикацией срабатывания защиты является зажигание светового сигнала «ПЕРЕГРУЗКА». При этом измерительный прибор закорачивается, а ток накала катода ионизационного преобразователя ограничивается на безопасном для него уровне.

### *Инструкция по эксплуатации*

#### *Подготовка к работе*

Исходное положение органов управления следующее:

- переключатель «ВЫКЛ. – ТОК НАГРЕВАТЕЛЯ – ИЗМЕРЕНИЕ» находится в положении «ВЫКЛ.»;
- ручка резистора «ТОК НАГРЕВАТЕЛЯ» – в крайнем левом положении (при включении прибора с новой термопарной лампой);
- переключатель «РОД РАБОТЫ» – в положении «ВЫКЛ.»;
- переключатель «ШКАЛА ПРИБОРА» – в положении «ОБЗОРНАЯ мм рт. ст.»;
- резистор «УСТАНОВКА НУЛЯ» – в крайнем левом положении;
- резистор «УСТАНОВКА ТОКА ЭМИССИИ» – в крайнем левом положении.

#### *Порядок включения вакуумметра*

- Установить переключатель «РОД РАБОТЫ» в положение «ВКЛ.» При этом должна загореться сигнальная лампа «СЕТЬ».
- Включить термопарную часть вакуумметра (см. раздел 2.3). Если давление в обследуемом объеме не выше  $10^{-3}$  мм рт. ст., можно перейти к работе с ионизационной частью прибора.
- Перевести переключатель «РОД РАБОТЫ» в положение «ТОК ЭМИССИИ». При этом должна загореться сигнальная лампа «ПМИ-2». В случае если загорелся индикатор «ПЕРЕГРУЗКА»,

необходимо нажать вниз и отпустить тумблер «СНЯТИЕ ПЕРЕГРУЗКИ»;

- Установить стрелку измерительного прибора на оцифрованную риску «5» с помощью резистора «УСТАНОВКА ТОКА ЭМИССИИ»;
- Перевести переключатель «РОД РАБОТЫ» в положение «ИЗМЕРЕНИЕ». Убедиться, что значение давления, отсчитанного по обзорной шкале, не выше  $10^{-3}$  мм рт. ст. Прогреть прибор в течение 15-30 минут.
- При необходимости провести обезгаживание внутренних элементов ионизационного датчика ПМИ-2 в течение 5-10 минут.

Для обезгаживания ионизационных преобразователей ПМИ-2 в вакуумметре предусмотрен режим прогрева анода прямым током.

Для осуществления прогрева необходимо переключатель «РОД РАБОТЫ» поставить в положение «ПРОГРЕВ», а переключатель «ШКАЛА ПРИБОРА» в одно из положений  $10^{-7}$ ,  $10^{-8}$ ,  $10^{-9}$  (стрелка прибора ионизационной части измерительного блока вакуумметра не должна выходить за пределы шкалы с множителем  $10^{-7}$ ). Прогрев при давлении выше  $10^{-2}$  Па ( $10^{-4}$  мм рт. ст. при положениях переключателя  $10^{-6}$  и  $10^{-5}$ ) недопустим. Индикацией прогрева служит ухудшение вакуума – стрелка измерительного прибора отклоняется вправо.

Для точного измерения давления необходимо воспользоваться линейной шкалой. Для этого:

- Переключатель «ШКАЛА ПРИБОРА» установить в положение « $10^{-5}$ ».
- Произвести установку нуля усилителя постоянного тока, нажав кнопку «ПРОВЕРКА НУЛЯ». Установка стрелки прибора в нулевое положение производится резистором «УСТАНОВКА НУЛЯ».
- Переключатель «ШКАЛА ПРИБОРА» установить в положение, при котором показания стрелочного прибора будут больше оцифрованной точки «1».

Величина ионного тока в амперах соответствует отсчету по шкале измерительного прибора, умноженному на соответствующий множитель (определенный положением переключателя «ШКАЛА ПРИБОРА»).

Величина давления определяется по формуле

$$P = C \cdot I,$$

где  $P$  – давление, мм рт. ст.;  $I$  – ионный ток, А;  $C$  – постоянная преобразователя,  $\frac{\text{мм рт. ст.}}{\text{А}}$ .

Постоянная  $C$  для всех ионизационных преобразователей берется из паспорта на данный тип датчика. Для преобразователя ПМИ-2  $C = (87 \pm 17) \frac{\text{мм рт. ст.}}{\text{А}}$ . Необходимо иметь в виду, что для преобразователя ПМИ-2 величина  $C$  должна соответствовать току эмиссии 0,5 мА.

**Пример.** При работе с преобразователем ПМИ-2 переключатель «ШКАЛА ПРИБОРА» находится в положении « $10^{-6}$ », показание стрелочного прибора соответствует оцифрованной точке «8».

При постоянной  $C = 87 \frac{\text{мм рт. ст.}}{\text{А}}$  давление в объеме будет

$$P = 8 \cdot 10^{-6} \cdot 87 = 6.96 \cdot 10^{-4} \text{ мм рт. ст.}$$

Если в процессе измерения давления происходит зашкаливание стрелки измерительного прибора или зажигание сигнальной лампы «ПЕРЕГРУЗКА» на любой из линейных шкал с множителем  $10^{-9}$ ,  $10^{-8}$ ,  $10^{-7}$ ,  $10^{-6}$ , переключатель «ШКАЛА ПРИБОРА» необходимо перевести в положение, соответствующее более грубой шкале.

Если и при переключении на самую грубую шкалу сигнал «ПЕРЕГРУЗКА» не гаснет, необходимо нажать вниз (и отпустить) переключатель «СНЯТИЕ ПЕРЕГРУЗКИ».

Если сигнал «ПЕРЕГРУЗКА» не гаснет при переключении на самую грубую шкалу, в случае работы с преобразователем ПМИ-2, необходимо катод преобразователя выключить – переключатель «РОД РАБОТЫ» поставить в положение «ВЫКЛ.».

Постоянная преобразователя  $C$  ионизационного преобразователя ПМИ-2 дана по сухому воздуху. Однако при помощи ионизационных преобразователей можно измерять давление любых газов и их смесей при условии, что они не вступают в химическую реакцию с конструкционными материалами преобразователей. Относительная чувствительность преобразователя ПМИ-2 по некоторым газам приведена в таблице 3 описания лабораторной работы 1.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2

### *Характеристики рабочих жидкостей вакуумных насосов*

Вакуумные масла и жидкости	Область применения. Особые свойства.	Степень вакуума, мм рт. ст.	Упругость пара при 20 °С, мм.рт.ст.	Вязкость кинематическая, мм <sup>2</sup> /с	Цена за 1кг, руб.
<i>Минеральные рабочие жидкости</i>					
<b>ВМ-3</b>	Бустерные вакуумные насосы	$5,1 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-4}$	8 - 14 при 50 °С	166
<b>ВМ-4</b>	Роторные механические вакуумные насосы	$8 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-5}$	48 - 57 при 50 °С	105
<b>ВМ-6</b>	Роторные механические вакуумные насосы	$6 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-6}$	40 при 50 °С	157
<b>ВМ-1С</b>	Механические, диффузионные вакуумные насосы	$5 \cdot 10^{-3}$ $5,1 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-8} - 2 \cdot 10^{-9}$	35 при 50 °С	381
<b>ВМ-5С</b>	Механические, диффузионные вакуумные насосы	$4 \cdot 10^{-3}$ $5 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-9}$	45 при 50 °С	386
<i>Синтетические рабочие жидкости</i>					
<b>Алкарен-Д35М</b>	Роторные механические вакуумные насосы, агрессивные среды	$3 \cdot 10^{-3}$	-	60 - 70 при 50 °С	750
<b>ПАОМВАК</b>	Диффузионные вакуумные насосы	$7,5 \cdot 10^{-8}$	$4,9 \cdot 10^{-10}$	24,5 при 50 °С	4500
<b>Алкарен-Д24С</b>	Диффузионные, бустерные вакуумные насосы. Нет потребности в азотной ловушке	$(4 - 6) \cdot 10^{-7}$		18,5 при 50 °С	9000
<i>Кремнийорганические рабочие жидкости</i>					
<b>ОИ 808</b> (аналог ПФМС2/5л)	Диффузионные вакуумные насосы	$4 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-9} - 7 \cdot 10^{-7}$		8600
<b>ФМ-1</b>	Диффузионные вакуумные насосы. Нет потребности в азотной ловушке	$8 \cdot 10^{-9}$	$1 \cdot 10^{-10}$	250-350 при 20 °С	32000
<i>Эфирные рабочие жидкости</i>					
Полифениловый эфир <b>5Ф4Э</b>	Диффузионные вакуумные насосы. Нет потребности в азотной ловушке	$7 \cdot 10^{-9}$	$10^{-11}$	116-130 при 50 °С	27600
Полифениловый эфир <b>Н-ПФЭ</b>	Диффузионные вакуумные насосы. Нет потребности в азотной ловушке	$5 \cdot 10^{-9}$		120 при 50 °С	32000

### Обозначения вакуумных насосов


Элемент вакуумной системы	Графическое обозначение	Элемент вакуумной системы	Графическое обозначение	Элемент вакуумной системы	Графическое обозначение
<b>Насос вакуумный механический.</b> Общее обозначение		<b>Водокольцевой</b>		<b>Испарительно-геттерный</b> <i>Примечание:</i> вместо знака «х» указывают химическую формулу сорбента	
<b>Вращательный объемный:</b> а) <i>одноступенчатый</i>		<b>Насосы вакуумные струйные.</b> Общее обозначение		<b>Криосорбционный</b> <i>Примечание:</i> вместо знака «х» указывают химическую формулу сорбента	
б) <i>двухступенчатый</i>		<b>Эжекторный</b> <i>Примечание:</i> вместо знака «х» указывают тип рабочей жидкости (вода, масло, ртуть).		<b>Криогенный</b>	
в) <i>газобалластный</i>		<b>Диффузионный</b> <i>Примечание:</i> вместо знака «х» указывают тип рабочей жидкости (масло, ртуть)		<b>Испарительно-ионный</b>	
<b>Турбомолекулярный</b>		<b>Насосы вакуумные сорбционные.</b> Общее обозначение		<b>Магнитный электроразрядный</b>	
<b>Двухроторный (насос Рутса)</b>		<b>Адсорбционные</b>		<b>Комбинированный</b>	

Примечание: выходной патрубков насосов, сообщающийся с атмосферой, может не отображаться на условном обозначении

### **Обозначения вакуумметров и других приборов**

Элемент вакуумной системы	Графическое обозначение
Вакуумметр. Общее обозначение	
Вакуумметр ионизационный с горячим катодом	
Вакуумметр магнитный электроразрядный с холодным катодом (вакуумметр Пеннинга)	
Вакуумметр теплоэлектрический (термопарный, сопротивления)	
Вакуумметр U-образный, поршневой	
Вакуумметр компрессионный (Мак-Леода)	
Вакуумметр мембранный (деформационный)	
Течеискатель	
Масс-спектрометр	

### **Обозначения вакуумной арматуры**

Элемент вакуумной системы	Графическое обозначение
Вентиль (кран) проходной	
Вентиль (кран) угловой	
Натекатель (вентиль регулирующий, дозирующий)	

# ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
<i>Работа 1.</i> Ознакомление с вакуумными установками, методикой и приемами работы .....	6
<i>Работа 2.</i> Испытание механического насоса .....	20
<i>Работа 3.</i> Испытание пароструйного диффузионного насоса .....	41
<i>Работа 4.</i> Техника течеискания.....	53
<i>Работа 5.</i> Электрофизические средства откачки.....	70
<i>Работа 6.</i> Исследование процессов газовыделения из материалов ..	88
<i>Работа 7.</i> Исследование теплопередачи в газах .....	98
<i>Работа 8.</i> Градуировка вакуумметров.....	108
Список литературы.....	121
Справочный раздел .....	122
Приложение 1 .....	123
2.1. Вакуумметр термопарный ВТ-2А .....	123
2.2. Вакуумметр ВИТ-1А или ВИТ-1А-П .....	127
2.3. Вакуумметр ионизационно-термопарный типа ВИТ-2.....	132
2.4. Вакуумметр ионизационно-термопарный типа ВИТ-3 .....	136
Приложение 2 .....	140

Учебное издание

Холодкова Наталия Витальевна  
Холодков Игорь Владимирович

ТЕХНИКА ВЫСОКОГО ВАКУУМА

Лабораторный практикум

Редактор Г.В. Куликова

Подписано в печать 7.02.2014. Формат 60×84 <sup>1</sup>/<sub>16</sub>. Бумага писчая.  
Усл. печ. л. 8,37 . Уч.-изд. л. 9,20 . Тираж 75 экз. Заказ

ФГБОУ ВПО Ивановский государственный  
химико-технологический университет

Отпечатано на полиграфическом оборудовании  
кафедры экономики и финансов ФГБОУ ВПО «ИГХТУ»

153000, г. Иваново, Шереметевский пр., 7