ПОЛУЧЕНИЕ И ИЗМЕРЕНИЕ ВЫСОКОГО ВАКУУМА.

Цель настоящей работы - ознакомить студентов с методами получения и измерения высокого вакуума. Для ее успешного выполнения необходимо предварительно выполнить работу №9 "Изучение работы форвакуумного насоса", или, по крайней мере, ознакомиться с описанием.

Диффузионные насосы.

В практике физического эксперимента для получения вакуума порядка $10^{-4} - 10^{-7}$тор используются диффузионные насосы. Схематический разрез такого насоса показан на рис.1. В кипятильнике испаряется рабочая жидкость. Ее пары с большой скоростью вырываются из сопла и увлекают с собой газ, находящийся в объеме. На охлаждаемых проточной водой стенках пары конденсируются, а газ откачивается предварительным форвакуумным насосом. Диффузионный насос начинает работать при давлении воздуха в откачиваемой системе не выше $10^{-1} - 10^{-2}$тор, поэтому систему надо предварительно откачать форвакуумным насосом. Диффузионные насосы всегда работают в паре с форвакуумными.

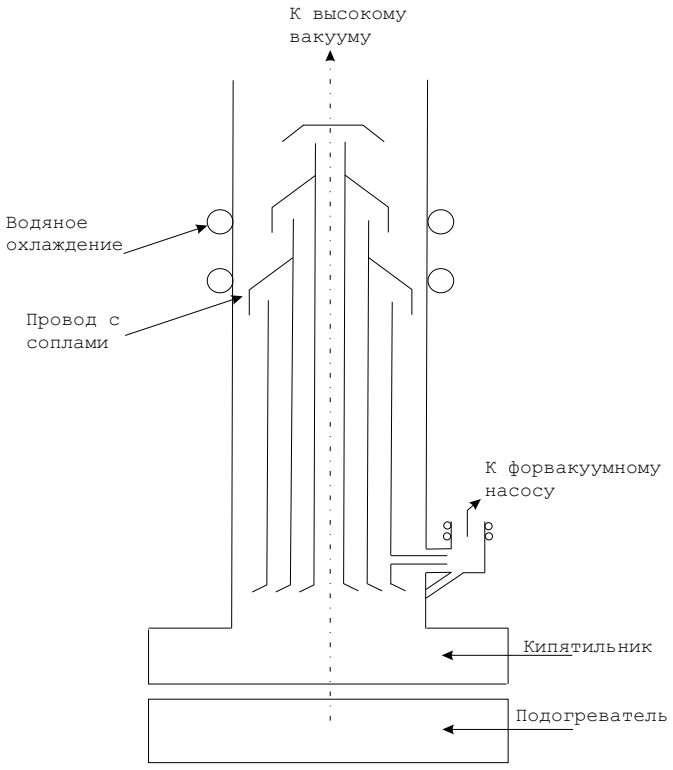

Рис. 1: Схематический разрез диффузионного насоса.

В качестве рабочей жидкости диффузионного насоса используется ртуть, либо специальное диффузионное масло с малым давлением паров. Чтобы пары рабочей жидкости не попали в откачиваемый объем, между объемом и насосом ставят охлаждаемые ловушки. Ловушки особенно необходимы, когда рабочей жидкостью является ртуть, так как давление паров ртути при комнатной температуре порядка 10^{-3}тор. После масляных диффузионных насосов обычно ставят ловушки, охлаждаемые водой. Только в тех случаях, когда попадание паров масла в установку совершенно недопустимо, приходится охлаждать ловушки жидким азотом. Ловушки ртутных диффузионных насосов охлаждаются жидким азотом.

Горячее масло и ртуть реагируют с кислородом, поэтому не следует напускать атмосферу в установку до тех пор, пока диффузионный насос не остынет приблизительно до 80^oC. Если в ходе эксперимента нужно наполнить установку воздухом, то предусматривают клапан, отделяющий ее от диффузионного насоса и возможность откачки системы форвакуумным насосом, минуя диффузионный.

Между диффузионным и форвакуумным насосами ставят буферный объем. Это позволяет на некоторое время отключать форвакуумный насос. Кроме того, скорость откачки диффузионного насоса обычно выше, чем форвакуумного и в буферном объеме накапливается газ в начальный момент откачки.

Измерение давления в вакуумных системах.

Большинство измерений в вакууме сводится к измерению давления. Поэтому задача манометрирования является основной в технике вакуумных измерений.

До настоящего времени нет манометров универсального типа, способных измерять давления во всем диапазоне от 10^{-3}тор (форвакуум) до 10^{-14}тор (сверхвысокий вакуум), получаемом с помощью современной вакуумной техники. Каждый из существующих манометров измеряет давление только в ограниченном интервале давлений. Разработано большое количество типов манометров, принцип работы которых основан на зависимости определенных физических явлений от давления газа.

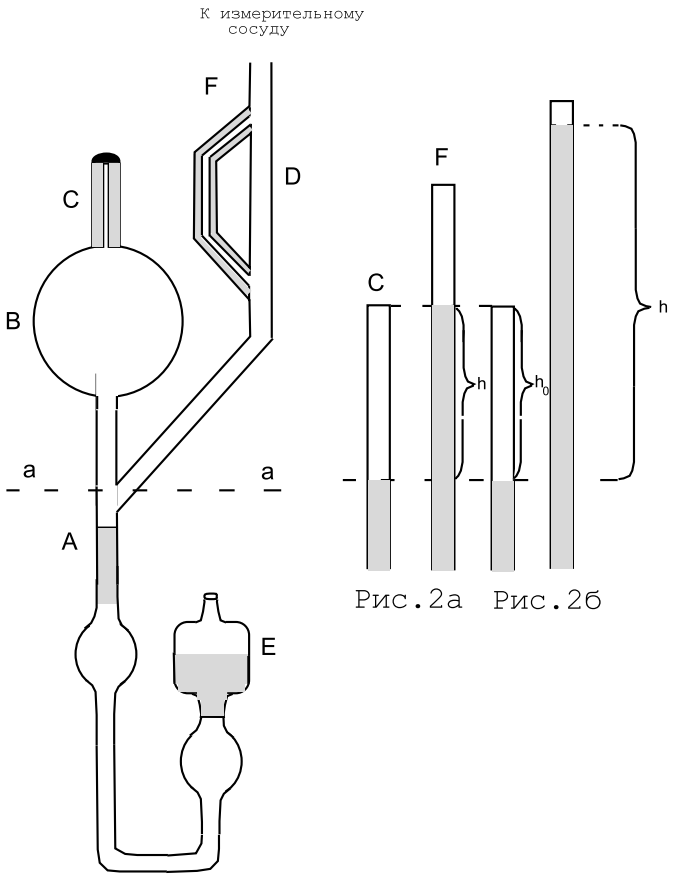

Рис. 2:

Мы рассмотрим манометры, наиболее часто употребляемые при измерении давлений не ниже 10^{-7}тор.

Жидкостные манометры.

Простейший вакуумный манометр состоит из V-образной стеклянной трубки, в которую залита жидкость с низкой упругостью пара, обычно ртуть.

В *открытом ртутном манометре* одно колено V-образной трубки сообщается с тем пространством, в котором измеряется давление, другое - с атмосферой. При одинаковом уровне ртути в обоих коленах измеренное давление равно атмосферному. Если ртуть в колене, сообщающемся с атмосферой, стоит выше, чем в другом, разность уровней ртути надо прибавить к атмосферному давлению, если ниже - вычесть. Открытый ртутный манометр удобен в том случае, когда в течение одного и того же опыта или одной и той же производственной операции приходится иметь дело с давлением как выше, так и ниже атмосферного.

В *закрытом ртутном манометре* одно колено запаяно и при изготовлении манометра должно быть целиком заполнено ртутью. Другое колено соединяется с объемом, в котором измеряется давление. Измеряемое давление равно разности уровней ртути в обоих коленах манометра. Отсчет уровней ртути производится глазом по шкале, а если требуется большая точность, то при помощи катетометра.

Наименьшее давление, которое можно зарегистрировать ртутным манометром, равно приблизительно $0,1$тор. Чувствительность жидкостного манометра можно повысить приблизительно в 15 раз, заменив ртуть более легкой жидкостью - маслом с низкой упругостью пара. Это позволяет регистрировать давление до 10^{-2}тор.

Компрессионный манометр (манометр Мак-Леода).

Посредством жидкостных манометров измеряют давления неконденсирующихся газов и в диапазоне ниже 10^{-2}тор, но газ при этом предварительно подвергают сжатию и затем уже измеряют давление газа. Если, например, занимаемый газом при некотором неизвестном давлении объем 100см^3 уменьшить каким-либо образом до $0,1$см^3, то давление газа, а значит и отсчет манометра, повысится в 1000 раз. Такой манометр называется *компрессионным*. В 1874г. Мак-Леод сконструировал на этом принципе метод, который широко используется и до сих пор. Наиболее простая конструкция манометра Мак-Леода показана на рис.2. Здесь A – стеклянная трубка, соединенная резиновой трубкой с баллоном для ртути E. К трубке A припаян баллон B, заканчивающийся капилляром C, и трубка D с капилляром F. Трубка D соединена с сосудом, давление в котором нужно измерить. До начала измерения баллон E опущен настолько, что уровень ртути стоит ниже разветвления трубок (уровень "а-а"на рис.2); давление в баллоне B равно давлению в измеряемом объеме. Затем поднимают баллон E: ртуть в трубке A поднимается и, дойдя до уровня "а-а", отсекает от основной системы определенное количество газа в баллоне B, а затем сжимает этот газ. Баллон E поднимают до тех пор, пока ртуть, заполнив весь баллон B, не поднимается до некоторой высоты в капилляре C. В открытом капилляре F ртуть установится на уровне, соответствующем равновесному положению. Разность уровней ртути в капиллярах h будет равна

$$h = P_1 - P \tag{1}$$

(с коэффициентом $g\rho$, 1мм рт.ст. = 133Па), где P – давление в откачиваемом сосуде, а P_1 – давление сжатого в капилляре C газа. Воспользовавшись законом Бойля-Мариотта, можно записать:

$$P = P_1 \frac{V_1}{V}\,, \tag{2}$$

где V – объем газа, отсеченный в баллоне B при давлении P, а V_1 – объем газа, сжатого до давления P_1. Доведя сжимаемый в капилляре газ до весьма малого объема, мы можем в равенстве (1) пренебречь величиной P по сравнению с h. Подставляя $P_1 = h$ в (2), находим искомое давление

$$P = h \frac{V_1}{V}\,. \tag{3}$$

Измерения давления производят обычно так, что ртуть в открытом капилляре устанавливают на одной высоте с концом закрытого капилляра (рис.2а). Если обозначим через S поперечное сечение этого капилляра в мм^2, то объем сжатого газа будет равен Sh мм^3, а давление его – h мм рт.ст. Следовательно

$$P = \frac{S}{V}\,h^2 = c\,h^2\,. \tag{4}$$

Измеряемое давление газа при этом способе измерения пропорционально квадрату разности h уровней ртути в закрытом и открытом коленах манометра. Поэтому этот способ называют *измерением по квадратичной шкале*. Величина $C = S/V$ называется *постоянной манометра* и определяется раз навсегда еще до припайки манометра к вакуумной установке.

В другом способе измерения – *по линейной шкале* – ртуть поднимают до некоторого постоянного уровня в капилляре C (рис.2б), сохраняя для всех давлений неизменной величину сжатия. В этом случае уравнение (3) преобразуется к виду

$$P = \frac{h_0\,S}{V}\,h\,, \tag{5}$$

где h_0 – высота столбика газа, сжатого в капилляре C.

Несмотря на нелинейность показаний по первому (квадратичному) способу, им пользуются чаще, чем линейным, так как он обладает следующими преимуществами: большей чувствительностью при низких давлениях и более широким диапазоном измеряемых давлений.

Чем больше объем V и чем уже капилляр, тем меньшие давления можно измерять манометром. Однако беспредельно увеличивать V и уменьшать S нельзя. Уже при $V = 250$см^3 продолжительность измерения - несколько минут. Поэтому объем V берут обыкновенно не более 250см^3. С другой стороны, объем V_1 также не может быть уменьшен дальше некоторого предела: уровень ртути нельзя подводить слишком близко к заплавленному концу капилляра, так как при этом делается очень неточным определение объема V_1. Уменьшить объем V_1 при помощи использования капилляров очень малого диаметра можно только до известного предела, так как при диаметре, меньшем $0,5$мм, ртуть имеет тенденцию перемещаться скачками вследствие трения. Кроме того, при таком малом диаметре неизбежные неравномерности в величине этого диаметра сильно сказываются на величине капиллярной депрессии. Обычно диаметр трубок берут не меньше $0,7$мм. То минимальное давление, которое может быть измерено достаточно точно при объеме V, равном 250см^3 и диаметре капилляра $0,8$мм,

равно 10^{-5}мм рт.ст. (Подсчитайте, какое максимальное давление можно измерить таким манометром по квадратичной и линейной шкале, если длина капилляра C равна 100мм). Давление 10^{-5}мм рт.ст. – практический предел для компрессионного манометра.

Так как компрессионный манометр основан на применении закона Бойля-Мариотта, показания его будут точны только в тех случаях, когда этот закон действительно имеет место. Поэтому этот манометр нельзя применять для газов, близких к состоянию сжижения, как, например, когда в откачиваемом газе содержится углекислота и в особенности пары воды.

При пользовании ртутным манометром приходится, так же как и в случае применения ртутных насосов, вымораживать ртутные пары в ловушке с жидким воздухом.

Ионизационный манометр.

Принцип действия этого манометра основан на измерении тока ионов, образованных электронным пучком в манометрической лампе. Лампа (рис.3) представляет собой обыкновенный триод. Электроны, испущенные раскаленным катодом, ускоряются под действием положительного потенциала, приложенного к сетке. Сталкиваясь с молекулами газа, электроны их ионизируют. Положительные ионы собираются коллектором. В принципе возможно и такое подключение лампы, при котором электроны будут собираться положительно заряженным коллектором, а ионы – отрицательно заряженной сеткой.

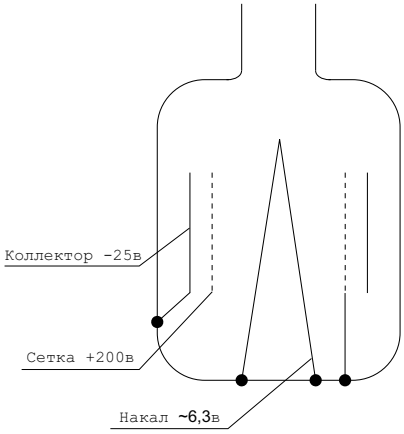

Рис. 3: Манометрическая ионизационная лампа ЛМ-2.

Рассмотрим несколько подробнее процессы, протекающие в лампе.

Если через газ пройдет N_e электронов, обладающих энергией E, а концентрация молекул газа n_m, то на отрезке пути dS будет создано dN ионов.

$$dN = N_e\, n_m\, \sigma\, dS$$

, σ - определяет вероятность ионизации одной молекулы одним электроном и называется эффективным сечением ионизации. σ имеет размерность площади и зависит только от сорта газа и энергии электронов. Примерная зависимость (E) показана на рис.4. Сечение ионизации равно нулю, если энергия электронов меньше потенциала ионизации $E_{\text{иониз.}}$.

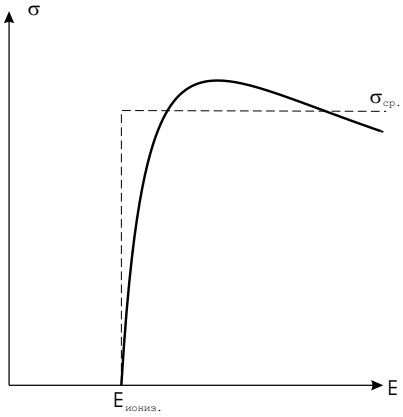

Рис. 4: Зависимость эффективного сечения ионизации от энергии электрона.

Для простоты введем среднее значение $\sigma_{\text{ср.}}$. Примем, что

$$\sigma = 0 \text{ при } E < E_{\text{иониз.}}$$

$$\sigma = \sigma_{\text{ср.}} \text{ при } E > E_{\text{иониз.}} \text{ (пунктир на рис.4)}$$

Тогда полное число ионов N, образованное в лампе при прохождении через нее N_e электронов, равно

$$N = N_e\, n_m\, \sigma_{\text{ср.}}\, S$$

, где S - путь, который проходит электрон, имея энергию, превышающую $E_{\text{иониз.}}$

Если от N и N_e перейти к соответствующим токам, то для газа при температуре 0^oC и давлении P:

$$\mathcal{I}_{\text{колл.}} = \mathcal{I}_{\text{эм.}}\, \frac{P}{P_0} \cdot \frac{A}{224 \cdot 10^4}\, \sigma_{\text{ср.}} \cdot S\,;$$

$$n_m = \frac{P}{P_0} \cdot \frac{A}{224 \cdot 10^4}\,;$$

$\mathcal{I}_{\text{колл.}}$ – ток коллектора;
$\mathcal{I}_{\text{эм.}}$ – ток эмиссии;
P_0 – атмосферное давление;
A – число Авогадро.

Таким образом ионный ток прямо пропорционален давлению в лампе. В манометрической лампе ЛМ-2 коэффициент пропорциональности равен 10^5мка/тор для сухого воздуха, когда ток эмиссии 5ма, напряжение на сетке – плюс 200 вольт, на коллекторе – минус 25 вольт. В вакуумметре ВИТ напряжения сетки и коллектора устанавливаются автоматически, а ток эмиссии устанавливается вручную. В вакуумметре введена отрицательная обратная связь для стабилизации тока эмиссии.

Ионный ток коллектора измеряется непосредственно микроамперметром либо после усиления в 10, 100 или 1000 раз усилителем постоянного тока. Предусмотрена калибровка и установка нуля усилителя.

Перед работой сетка манометрической лампы прогревается, чтобы удалить адсорбированные газы. (Адсорбция – способность жидких и твердых тел удерживать на своей поверхности молекулы газа.)

О принципах действия термопарного вакуумметра и работе с ним читайте в описании работы №9.

Цель работы и экспериментальная установка.

Целью данной работы является получение вакуума порядка $10^{-4} - 10^{-5}$тор и измерение его с помощью термопарного, ионизационного и компрессионного манометров.

В нашей лаборатории есть установки двух типов: металлические и стеклянные. Они изображены на рисунках 5 и 6 соответственно. Принципиальных различий в этих установках нет. Со стеклянной установкой, а также со стеклянными частями металлических установок надо обращаться очень осторожно.

Форвакуумный насос соединен с установкой толстостенной вакуумной резиновой трубкой. Сам насос помещен в специальный отсек. Выхлоп форвакуумного насоса подсоединен к вентиляционной трубе, чтобы откачиваемые пары ртути не попали в помещение. Это особенно важно для металлических установок, так как в них нет азотной ловушки между диффузионным и форвакуумным насосами. Балластный объем позволяет отсоединять установку от форвакуумного насоса краном К1 даже при разогретом диффузионном насосе, если в системе нет сильных течей.

Для вымораживания паров ртути установлены азотные ловушки. В металлических установках ловушка есть только над диффузионным насосом, а в стеклянных – еще и между диффузионным и форвакуумным насосами. Кроме того, азотная ловушка отделяет от установки манометр Мак-Леода. Этот манометр есть не на всех установках.

Кран К1 может быть в трех положениях:

1. Форвакуумный насос откачивает установку.
2. Форвакуумный насос отсоединен и от установки и от атмосферы.
3. Форвакуумный насос соединен с атмосферой.

В положение 3 кран К1 надо немедленно ставить каждый раз, когда форвакуумный насос останавливается.

С помощью крана К2 (клапана К2 в металлической установке) можно отсоединить измерительную головку от диффузионного насоса.

Кран К3 отделяет от установки манометр Мак-Леода.

Работать на вакуумных установках нужно внимательно и осторожно. Если воздух попадает в горячий диффузионный насос, то рабочая жидкость окисляется и насос портится. Пары ртути сильно ядовиты и нельзя допустить, чтобы они попали в помещение.

Если случайно будет повреждена измерительная головка, немедленно закройте кран К2 (клапан К2 в металлической установке) и выключите печку диффузионного насоса. Стеклянные краны открывайте и закрывайте

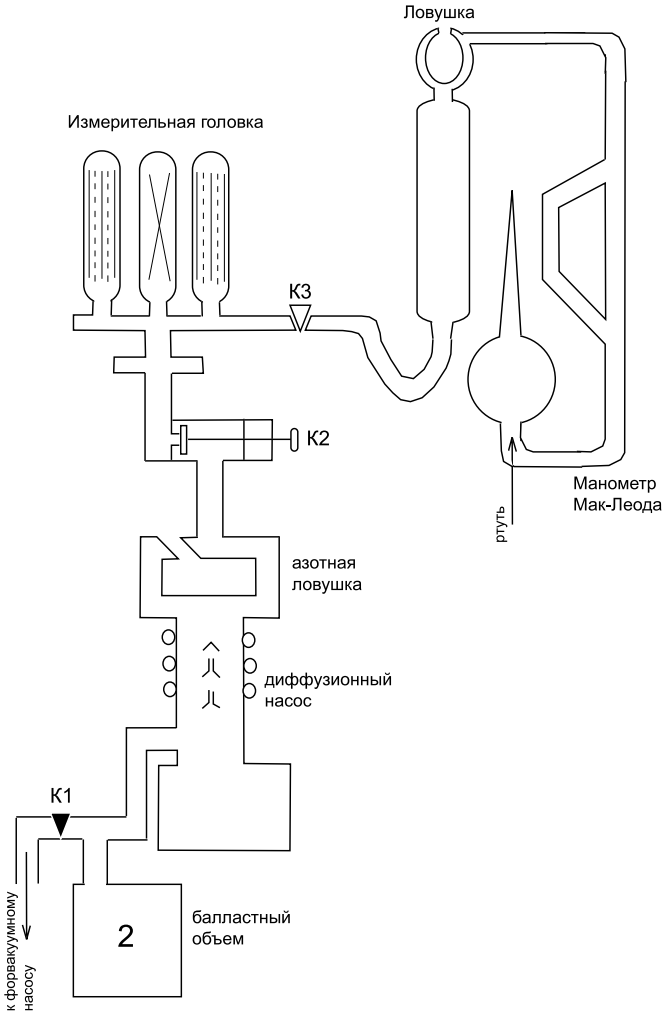

Рис. 5:

медленно и плавно, придерживая их рукой. Воду охлаждения диффузионного насоса включайте осторожно. При резком включении она может сорвать резиновые трубки. Помните, что из выходного патрубка вода начинает вытекать не сразу. При работающем диффузионном насосе время от времени проверяйте, не перестала ли течь вода. Напор должен быть не слишком сильным, но таким, чтобы вода вытекала холодной.

Порядок работы.

Прежде чем приступить к работе, внимательно ознакомьтесь с установкой. Найдите, где расположены краны, в каких положениях они открыты, в каких закрыты, где включается форвакуумный насос, плитка диффузионного насоса, вода охлаждения. Ознакомьтесь с устройством диффузионного насоса по разобранному экземпляру, зарисуйте его. Если вы будете работать с манометром Мак-Леода, определите его постоянную. Диаметр капилляра и объем баллона даны около каждого манометра.

Порядок включения установки.

1. Кран К1 поставить в положение 2 (форвакуумный насос отсоединен от установки и от атмосферы).

2. Включить форвакуумный насос.

3. Кран К1 поставить в положение 1. Открыть кран К2 (клапан К2 в металлической установке). Включить термопарный вакуумметр.

4. После достижения вакуума несколько единиц на 10^{-2}тор включить диффузионный насос. Для этого:

а) пустить воду охлаждения диффузионного насоса;

б) включить печку диффузионного насоса;

в) залить в ловушку жидкий азот.

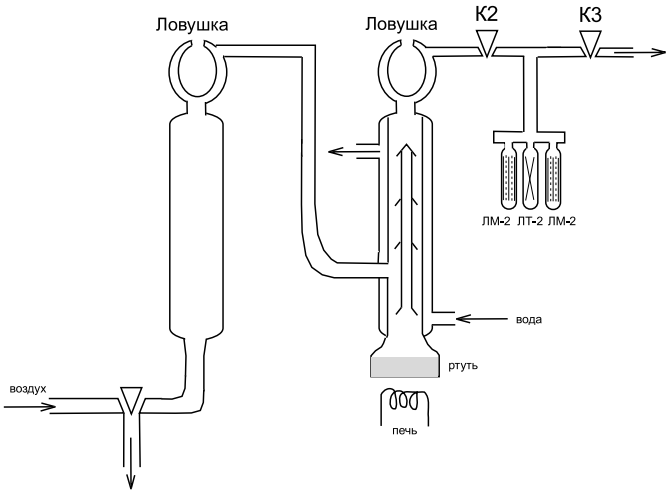

Рис. 6:

В лаборатории жидкий азот хранится в большом металлическом сосуде Дьюара, а на каждую установку переносится в маленьких стеклянных сосудах Дьюара. При работе с жидким азотом и особенно с кислородом нужно соблюдать меры предосторожности. Стеклянные сосуды Дьюара нужно оберегать от ударов и от соприкосновения с теплыми предметами. Вблизи от жидкого кислорода нельзя зажигать спички, курить и т.п.

Приблизительно через 30 минут после включения плитки диффузионный насос должен начать откачку. Когда прибор термопарного вакуумметра "зашкалит", можно включать ионизационный вакуумметр.

Выключение установки.

1. Выключить ионизационный вакуумметр. Закрыть кран К2 (клапан К2).
2. Выключить печь диффузионного насоса.
3. Через 10-15 минут перевести кран К1 из положения 1 в положение 2.
4. Выключить форвакуумный насос и сразу же перевести кран К1 в положение 3.
5. Закрыть воду охлаждения диффузионного насоса.
До полного остывания диффузионного насоса нельзя напускать воздух в установку.

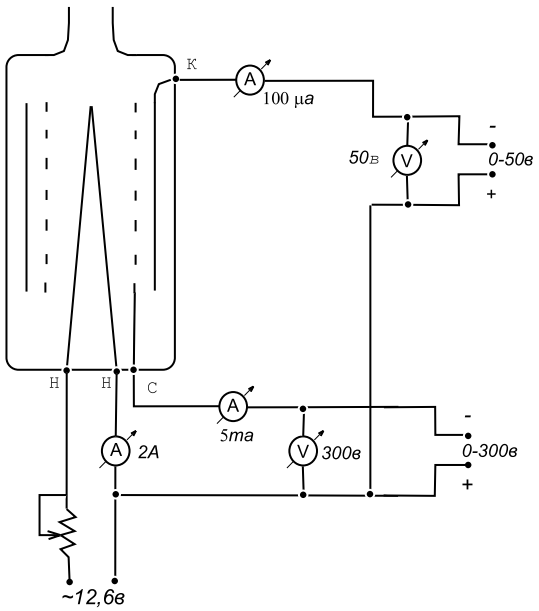

Рис. 7:

В отчете необходимо представить графики зависимости ионного тока от тока эмиссии, напряжения на сетке и напряжения на коллекторе ионизационной лампы. Получить приближенное значение потенциала ионизации молекулы азота. Уметь объяснить физический смысл полученных зависимостей.

Задание 1. Исследование ионизационного вакуумметра.

Ионизационный вакуумметр можно включать только после того, как давление в системе опустится ниже 10^{-3}тор (по термопарному вакуумметру). В области давлений $10^{-3} - 10^{-4}$тор не рекомендуется долго работать с максимальным током эмиссии.

Для измерений нужно собрать схему (рис.7).

Нужно измерить:

а) зависимость ионного тока от тока эмиссии при двух-трех напряжениях на сетке и таком напряжении на коллекторе, при котором ионный ток максимален. Ток эмиссии не должен превышать 5ма.

б) Зависимость ионного тока от напряжения на сетке при двух-трех значениях напряжения на коллекторе и постоянном токе эмиссии. Как следует из описания принципа действия ионизационного манометра, ионы в лампе не будут образовываться, если напряжение катод-сетка меньше потенциала ионизации газа, находящегося в системе. Экстраполируя кривую зависимости ионного тока от $\mathcal{U}$ сетки до пересечения с осью абсцисс, можно приближенно определить потенциал ионизации молекулы азота. Учтите при этом, что и катод, и коллектор тоже находятся под напряжением. Как это влияет на определение потенциала ионизации?

в) Зависимость ионного тока от напряжения на коллекторе при постоянных токе эмиссии и напряжении на сетке.

Во всех измерениях ток эмиссии можно менять в пределах 0-5ма, напряжение на сетке – 0-200в, напряжение на коллекторе 0-50 вольт.

Задание 2. Градуировка термопарного и ионизационно манометров с помощью компрессионного манометра.

Термопарный и ионизационный манометры в настоящее время наиболее широко применяются в практике, они удобны в обращении, но, к сожалению, их показания не абсолютные. Во-первых, их показания зависят от сорта газа (подумайте почему). Во-вторых, зависимость показаний этих манометров от давления весьма сложная, так что ее не удается с достаточной точностью вычислить теоретически. Ионизационные и термопарные манометрические лампы приходится градуировать по абсолютному манометру, то есть по прибору, который можно градуировать в абсолютных единицах. Для этих целей наиболее часто применяется компрессионный манометр, так как он достаточно точный и может измерять давление в широких пределах.

Цель настоящей работы – градуировка термопарного и ионизационного манометров по компрессионному манометру Мак-Леода.

Порядок работы.

1. Градуировка термопарного вакуумметра. Так как область измерения давлений термопарным вакуумметром $10^{-1} - 10^{-3}$тор, градуировку нужно начать сразу после включения форвакуумного насоса. Режим работы вакуумметра (постоянный ток накала или постоянная температура), а также рабочий ток накала, либо термоэдс, узнайте у преподавателя. В установке нет натекателя, давление в ней можно повышать, только остановив форвакуумный и диффузионный насосы, поэтому градуировку необходимо проводить во время откачки. Для установления нужного давления в системе пользуйтесь краном (клапаном) К2 и краном К3. Как только давление в системе станет измеримым манометром Мак-Леода, закройте кран К2 и проводите измерения. Измерения проводите и по линейной, и по квадратичной шкалам, при каждом давлении измерения проведите несколько раз. Повторные измерения необходимы потому, что ртуть в капиллярах при малых давлениях поднимается скачками и ее уровень не всегда соответствует давлению. Окончив измерения при одном давлении, отключите диффузионный насос, закройте кран К3 и откройте К2. В измерительной головке установится более низкое давление. После этого закройте кран К2 и вновь откройте кран К3. Давление в измерительной головке и балластном объеме станет промежуточным. При необходимости повторите эту операцию несколько раз. Когда давление в системе станет несколько единиц на 10^{-2}тор, включайте диффузионный насос и продолжайте измерения.

Постройте градуировочную кривую термопарного манометра в линейном полулогарифмическом масштабе.

1. Градуировка ионизационного вакуумметра. Порядок измерений такой же, как и при градуировке термопарного вакуумметра. Разница заключается в том, что ионизационный вакуумметр нельзя включать, пока давление в системе не понизится до 10^{-3}тор, или, если ток эмиссии не выше $0,5$ма, до 10^{-2}тор. Определите минимальное давление, которое можно измерить с помощью компрессионного манометра. Когда давление в системе станет ниже 10^{-2}тор, необходимо залить жидкий азот в ловушку компрессионного манометра, чтобы пары ртути не влияли на показания термопарного и ионизационного манометров. Пары ртути не изменяют показаний манометра Мак-Леода. Учтите, что после заливки ловушки жидким азотом давление в системе резко снижается.