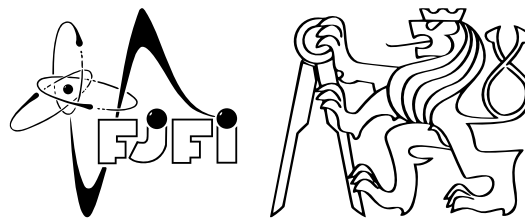


Datum měření: 5.12.2014 Skupina: Pá 14:30
 Jméno: David Roesel Kroužek: FE
 Spolupracovali: Schönfeldová Klasifikace:



1 Pracovní úkoly

1. Sledujte čerpání uzavřeného objemu membránovou a turbomolekulární vývěvou. Zaznamenejte závislost $p = f(t)$.
2. Zaznamenejte hmotnostní spektrum zbytkového plynu a určete hlavní převládající plyny ve zbytkové atmosféře.
3. Sledujte časový vývoj tlaku vybraných plynů.
4. Zapněte vyhřívání recipientu (do teploty ≤ 100 °C) a sledujte časový průběh tlaku vybraných plynů (až do 100 °C + cca. 20 min). Vypněte ohřev a pokračujte ve sledování $p(t)$.
5. Ofukujte napouštěcí špunt heliem a sledujte $p(\text{He}) = f(t)$.
6. Sledujte vliv otáček na parciální tlaky plynů zbytkové atmosféry.

2 Úvod

Turbomolekulární vývěva (TMV) je transportní vývěva, v níž molekuly plynu získávají přídatnou složku rychlosti přenosem impulsu od povrchu rychle se pohybujících lopatek rotoru. Následně jsou vedeny systémem statorů a dalších rotorů. Lopatky rotorů a statorů jsou mírně nakloněny v závislosti na pozici ve vývěvě a jsou vždy nakloněny opačným směrem než lopatky předchozí vrstvy. Otáčky pumpy dosahují řádově tisíců až desítek tisíc za vteřinu a jsou drahé na výrobu či opravu. Používají se však v laboratořích velmi často, jelikož čerpají rychle a s menším potřebným příkonem, než například vývěvy difusní. Ač je dosahované vakuum velmi čisté, pro lehké molekuly má TMV nízký kompresní poměr.

3 Vypracování

3.1 Teoretický úvod

Turbomolekulární vývěvy se vyrábějí jak pro vysoké, tak pro ultravysoké vakuum a jejich čerpací rychlosti se pohybují od desítek do tisíců l/s. Každý litr za sekundu čerpací rychlosti cenově odpovídá zhruba jednomu tisíci Kč. Při normálním provozu mají na výstupu tlak řádově v jednotkách Pa.

Pro správnou funkci TMV je třeba splnit podmínku molekulárního proudění plynu uvnitř, a je tedy zvykem předřazovat TMV rotační či jinou vývěvu, která zajistí příslušný výstupní tlak. Pro dobré fungování vývěvy musí být rychlost lopatek rotoru srovnatelná s rychlostí tepelného pohybu molekul v_s čerpaného vzduchu. To se dá snadněji splnit pro těžší složky vzduchu, hůře to tím pádem jde pro lehké plyny jako je H_2 , pro které jsou hodnoty v_s rovny 471 a 1755 m/s [1]. TMV mají typicky otáčky rotoru o velikosti desítek tisíc za minutu, což odpovídá při rotoru o průměru 10 cm obvodové rychlosti okolo 470 m/s. Kompresní poměr TMV závisí podstatně na poměru této

rychlosti s rychlostí tepelného pohybu molekul v_s , což je vidět například na tom, že pro dusík dosahuje přibližně hodnot řádu 10^{-9} , zatímco pro vodík pouhých 10^{-4} . Pro dobré vakuum je tedy třeba TMV předřadit vývěvu, která zajistí pokles parciálního tlaku vodíku. V našem případě se jednalo o vývěvu membránovou.

Mimo tento vliv je rychlost čerpání TMV téměř nezávislá na druhu čerpaného plynu a závisí pouze na geometrii lopatek a jejich rychlosti. Maximální čerpací rychlosti se dosahuje v momentu, kdy všechny stupně TMV pracují v podmínkách molekulárního proudění. Konstrukční provedení TMV bývá buď jedno- a nebo dvouproudové, které se liší hlavně v orientaci rotoru. Při vypuštění vývěvy je třeba ji napustit suchým vzduchem, aby nedošlo ke vzlínání oleje po odplyněním povrchu. Někdy je třeba kompenzovat vibrace, které TMV při svém provozu generuje.

3.2 Postup měření

3.2.1 Čerpání pomocí TMV

Když jsme k úloze přišli, byla aparatura již sestavena. Měření tlaku v recipientu bylo automaticky přepínáno mezi dvěma různými způsoby měření a vakuometr stačilo pouze zapnout. Otevřeli jsme napouštěcí ventil na zadní části TMV a nechali napustit recipient vzduchem. Počkali jsme, než se tlak uvnitř ustálil nebo přešel rozsah stupnice (vakuometr pak ukazoval or). Poté jsme zavřeli napouštěcí ventil, zapnuli hlavní vypínač TMV a čerpání (jak TMV, tak membránovou vývěvou). Od momentu zapnutí jsme začali sledovat a zaznamenávat průběh tlaku v čerpaném objemu v závislosti na čase.

3.2.2 Hmotnostní spektrum zbytkového plynu

Poté jsme si pečlivě prostudovali důležité stránky z manuálu k programu Talk Star a po dosažení dostatečně nízkého tlaku (menšího než 10^{-3}) jsme ho zapnuli, čímž se zapnul také kvadrupol v aparatuře. Následně jsme v programu provedli záznam hmotnostního spektra zbytkového plynu (režim „Scan“) a výsledná data jsme uložili a převedli do ASCII formátu.

3.2.3 Časový vývoj parciálních tlaků

Následně jsme přepnuli v programu Talk Star režim na „Trend 2“, jelikož původní režim „Trend“ vedl k opakovaným pádům programu, a začali jsme sledovat vývoj tlaku vybraných plynů v čase. Zaznamenali jsme jistý časový interval a výsledná data jsme opět uložili a převedli do ASCII formátu.

Poté jsme zapnuli vyhřívání recipientu a dále jsme sledovali vývoj parciálních tlaků jednotlivých plynů až do dosažení $100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Poté jsme nechali aparaturu zahřátou po dobu přibližně 20 minut a pak jsme zahřívání vypnuli a čekali na ustálení parciálních tlaků.

3.2.4 Ofukování napouštěcího šroubu heliem

Za sledování vybraných plynů jsme pootevřeli napouštěcí ventil na zadní straně TMV tak, aby se změna neprojevila na hodnotách v grafu. Následně jsme ofukovali ventil heliem z balonku a sledovali změny na grafu v režimu „Trend 2“. Průběh parciálních tlaků jsme zaznamenávali a po ukončení ofukování jsme data opět uložili a převedli.

3.2.5 Vliv otáček TMV na parciální tlaky

Následně jsme se připravili na nový záznam v režimu „Trend 2“ a ve stejný moment jsme zahájili měření na počítači a vypnuli čerpání turbomolekulární vývěvou. Vypnutí mělo za následek pokles otáček a my jsme sledovali a zaznamenávali vývoj parciálních tlaků v čase. V momentu, kdy tlak v recipientu stoupl nad 10^{-3} Pa, jsme čerpání opět zapnuli, aby nedošlo k poškození kvadrupolu. Po návratu otáček na původní maximální hodnotu 1500 Hz jsme ukončili záznam a naměřená data uložili a převedli.

Po ukončení tohoto měření jsme zaznamenaná data odeslali na svůj počítač, vypnuli jsme kvadrupol a TMV pomocí obou vypínačů.

3.3 Naměřené hodnoty

3.3.1 Čerpání pomocí TMV

Naměřený průběh logaritmu tlaku v závislosti na čase je vyneseno do grafu na Obr. 1.

3.3.2 Hmotnostní spektrum zbytkového plynu

Zaznamenané hmotnostní spektrum zbytkového plynu je vyneseno do grafu na Obr. 2.

3.3.3 Časový vývoj parciálních tlaků

Záznam z režimu „Trend 2“ programu Talk Star je vyneseno do grafu na Obr. 3. Ke všem hodnotám byl přičten dvojnásobek absolutní hodnoty nejnižšího naměřeného záznamu pro helium, jelikož je pro něj kvadrupol špatně zkaližovaný a záporné hodnoty by se nám při logaritmickém měřítku nezobrazily.

Při vyhřívání aparatury jsme pozorovali mírný nárůst parciálních tlaků. Po zhruba deseti minutách se tlak přibližně ustálil a po vypnutí vyhřívání začaly parciální tlaky rapidně klesat. Nakonec se dostaly přibližně o řád níže, než kde byly před zahříváním aparatury. Analogicky tomu se mírně měnil celkový tlak.

3.3.4 Ofukování napouštěcího šroubu heliem

Zaznamenaná data při ofukování napouštěcího šroubu heliem jsou vynesena do grafu na Obr. 4. Aby byly hodnoty parciálního tlaku helia pozorovatelné i před ofukováním, byl k hodnotám všech plynů přičten dvojnásobek absolutní hodnoty nejmenšího naměřeného tlaku pro helium.

3.3.5 Vliv otáček TMV na parciální tlaky

Zaznamenaná data z programu Talk Star jsou vynesena do grafu na Obr. 5. Ve stejném časovém úseku sledované otáčky TMV jsou uvedeny v grafu na Obr. 6.

3.4 Diskuse

3.4.1 Čerpání pomocí TMV

Průběh tlaku se nám podařilo změřit úspěšně. Bylo velice pohodlné, že jsme nemuseli nijak řešit přepínání měřících přístrojů v závislosti na tlaku v recipientu. Před začátkem měření ukazoval vakuometr 0, což znamenalo, že byl tlak mimo jeho rozsah.

Asi nejzajímavější na celém průběhu je rapidní pokles ve druhé minutě, který odpovídá momentu, kdy začne být splněna podmínka molekulárního proudění pro všechny stupně vývěvy. Tlaku blízkého meznímu jsme dosáhli poměrně rychle a můžeme říct, že z námi zkoušených vývěv je turbomolekulární vývěva s předčerpáním membránovou vývěvou nejrychlejší.

3.4.2 Hmotnostní spektrum zbytkového plynu

Hmotnostní spektrum zbytkového plynu se nám podařilo několikrát úspěšně změřit v režimu „Scan“, ale výsledky byly vždy téměř úplně stejné, takže uvádíme pouze jeden z průběhů. V grafu spektra na Obr. 2 jsou patrné dva píky, přičemž jeden z nich je rozdvojený (můžeme tedy mluvit o třech vrcholech). První a největší pik můžeme pozorovat na hodnotě $M = 1 \text{ kg/mol}$, což může dle tabulkových hodnot [2] odpovídat v zásadě jen H_2^+ . Menší ze dvou dalších piků se nachází přibližně na hmotnosti $M = 17 \text{ kg/mol}$, což odpovídá složkám OH^+ a NH_3^+ , které pocházejí primárně z H_2O a NH_3 . Posledním pozorovaným pikem je vrchol na hodnotě $M = 18 \text{ kg/mol}$, který odpovídá jasně vodě - H_2O^+ , přičemž ta může způsobit také píky na hodnotách 16 a 17 kg/mol . Měření jsme prováděli za tlaku okolo $1,7 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$.

3.4.3 Časový vývoj parciálních tlaků

V režimu „Trend“ jsme nebyli schopni provést žádné měření, jelikož se při každém pokusu o jeho zapnutí program Talk Star ukončil. Využili jsme tedy druhého režimu, který by měl plnit podobnou roli a který jsme našli pod názvem „Trend 2“. Pomocí toho už se nám podařilo úspěšně naměřit parciální tlaky jednotlivých (v daném režimu předdefinovaných) plynů. Z grafu na Obr. 3 je patrné, že TMV čerpá nejhůře lehké plyny (vodík a helium). Přítomnost H, H₂O a dalších složek (O, OH) souvisí s přítomností vodních par v recipientu. Z grafu je jasné, že turbomolekulární vývěva čerpá nejhůře ze sledovaných plynů právě vodík.

Po zapnutí vyhřívání recipientu jsme vývoj parciálních tlaků nadále sledovali. Při zahřátí aparatury byl patrný konstantní nárůst parciálních tlaků až po dosažení nové rovnováhy okolo 100 °C. Jakmile jsme zahřívání vypnuli, tlaky poklesly a všechny nakonec v porovnání s počátečním stavem klesly o necelý jeden řád. Při exportu zaznamenaných dat tohoto děje se nám v ACII formátu nezachovala všechna data a vypadlo nám několik pětiminutových úseků. Celkový tlak se choval stejně jako tlaky parciální, tedy při zahřívání stoupal z původních $4,5 \cdot 10^{-5}$ Pa až na ustálenou hodnotu $1,3 \cdot 10^{-4}$ Pa, aby po jeho vypnutí opět klesl na asi $0,7 \cdot 10^{-5}$ Pa, tedy o něco nižší hodnotu než na začátku.

Dalším pozorovaným jevem na grafech parciálních tlaků je kolísání hodnot u plynů, které se v objemu vyskytují v nejmenší míře. Toto kolísání je způsobeno tím, že proud (jinak spojitá veličina), kterým se parciální tlaky měří, kolísá podle diskretního počtu iontů, které narážejí do měřicího drátu. Kolísání zaznamenaných hodnot tedy odpovídá statistickým fluktuacím počtu iontů v daném místě recipientu - čím více bude daného plynu, tím spjitější budou hodnoty, které mu odpovídají.

3.4.4 Ofukování napouštěcího šroubu heliem

Úspěšně jsme sledovali vliv ofukování napouštěcího šroubu heliem na parciální tlak helia v režimu „Trend“. Na grafu na Obr. 4 je jasné patrné, kdy jsme ofukovali šroub a kdy ne. K tomu je navíc několikrát vidět, jaký má průběh návrat tlaku na původní hodnotu. Stejně jako tomu bylo třeba u minulého úkolu, museli jsme ke všem zaznamenaným hodnotám parciálních tlaků přičíst dvojnásobek absolutní hodnoty nejnižšího naměřeného tlaku helia. Učinili jsme tak proto, aby se záporné hodnoty pro helium, způsobené pravděpodobně špatnou kalibrací kvadrupolu, dostaly do kladných hodnot a daly se vynést na logaritmickou škálu. Zároveň jsme však chtěli, aby zůstal patrný relativní rozdíl tlaku helia oproti ostatním plynům. Tímto způsobem by se v aparatuře například daly hledat netěsnosti.

3.4.5 Vliv otáček TMV na parciální tlaky

Jako poslední jsme úspěšně sledovali vliv otáček TMV na parciální tlaky plynů zbytkové atmosféry. Fakt, že při poklesu otáček dle grafu na Obr. 6 budou stoupat parciální tlaky jednotlivých plynů, je v souladu s našimi předpoklady. Zajímavým pozorováním je, že pokles otáček měl největší a nejrychlejší vliv na helium, kterého bylo předtím v recipientu nejméně ze sledovaných plynů. Tento jev přisuzujeme tomu, že jsme při předchozí úloze ofukovali šroub heliem a to se následně čerpalo přes TMV a membránovou vývěvu. Tím, že jsme snížili otáčky TMV, se začalo helium načerpané dále do aparatury vracet do recipientu ve větší míře než ostatní plyny.

4 Závěr

Sledovali jsme čerpání uzavřeného objemu membránovou a turbomolekulární vývěvou. Zaznamenali jsme závislost $p = f(t)$.

Zaznamenali jsme hmotnostní spektrum plynu a určili hlavní převládající plyny ve zbytkové atmosféře.

Sledovali jsme časový vývoj tlaku vybraných plynů.

Zahřívali jsme recipient do teploty ≤ 100 °C a sledovali jsme časový průběh tlaku vybraných plynů až do určené teploty a dalších 20 minut. Vypnuli jsme ohřev a pokračovali ve sledování $p(t)$.

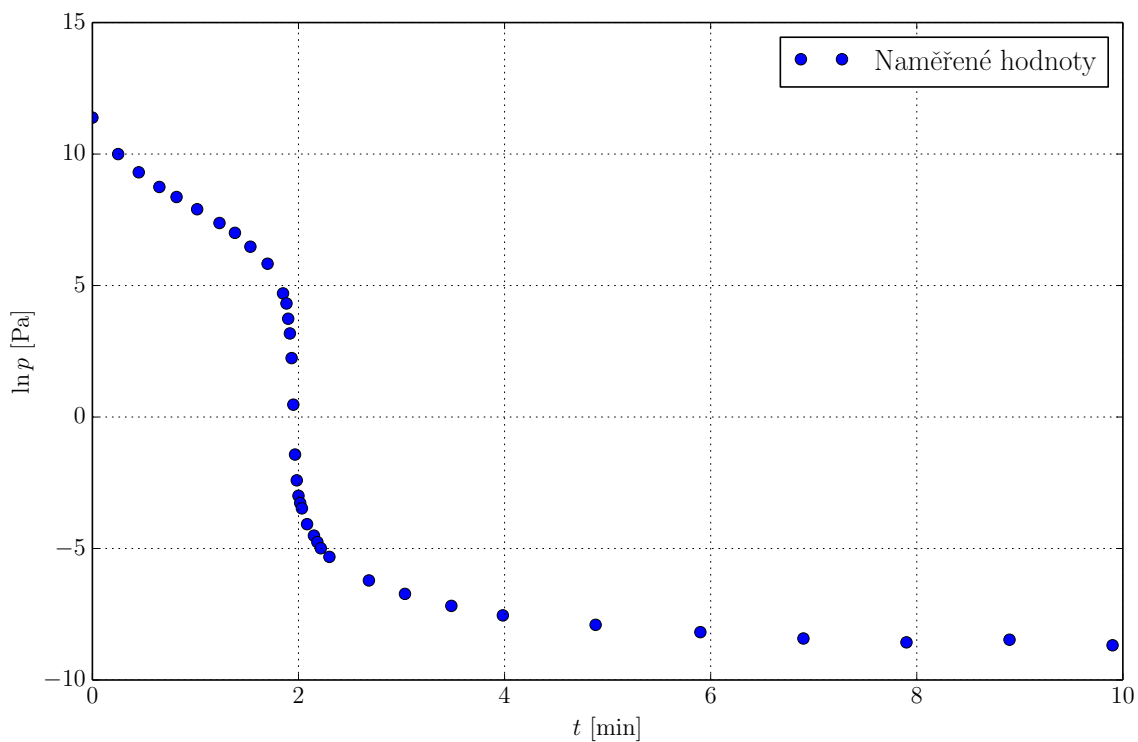
Ofukovali jsme napouštěcí šroub heliem a sledovali jeho parciální tlak v závislosti na čase.

Sledovali jsme vliv otáček na parciální tlaky plynů zbytkové atmosféry.

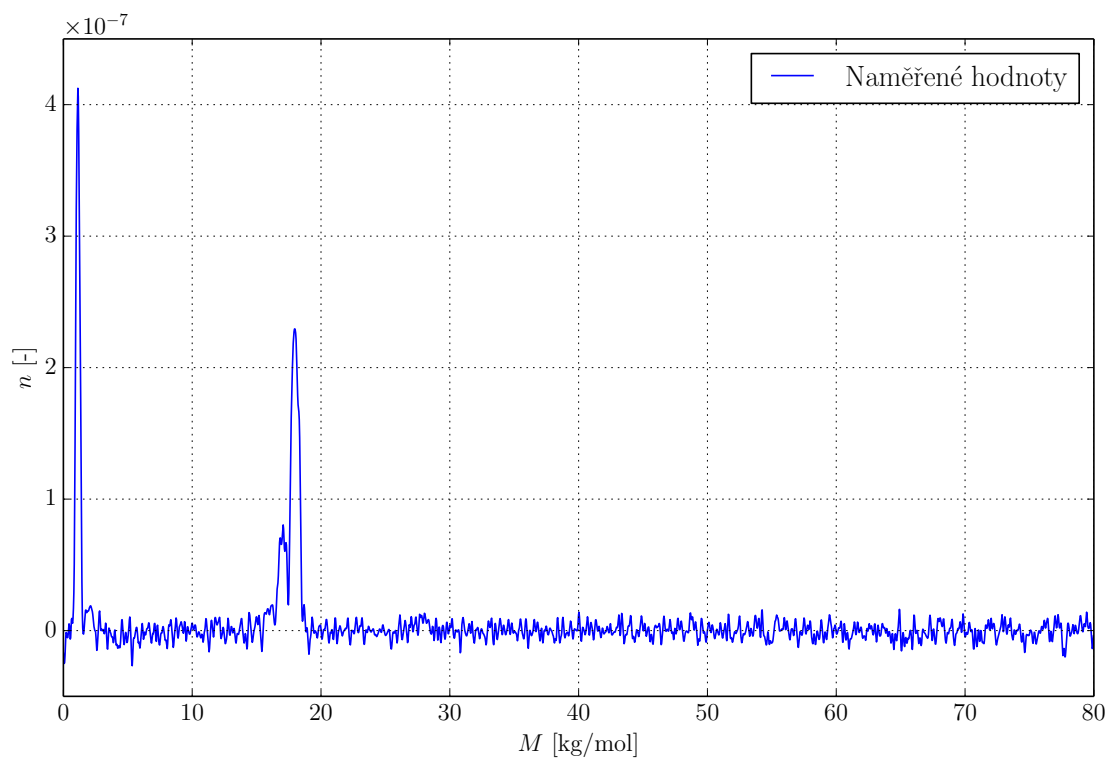
5 Použitá literatura

- [1] Král, J.: *Cvičení z vakuové techniky*,
Vydavatelství ČVUT, Praha, 1996
- [2] Autoři programu Talk Star; *Tabulka fragmentů*,
Dokument byl k dispozici na počítači s programem Talk Star

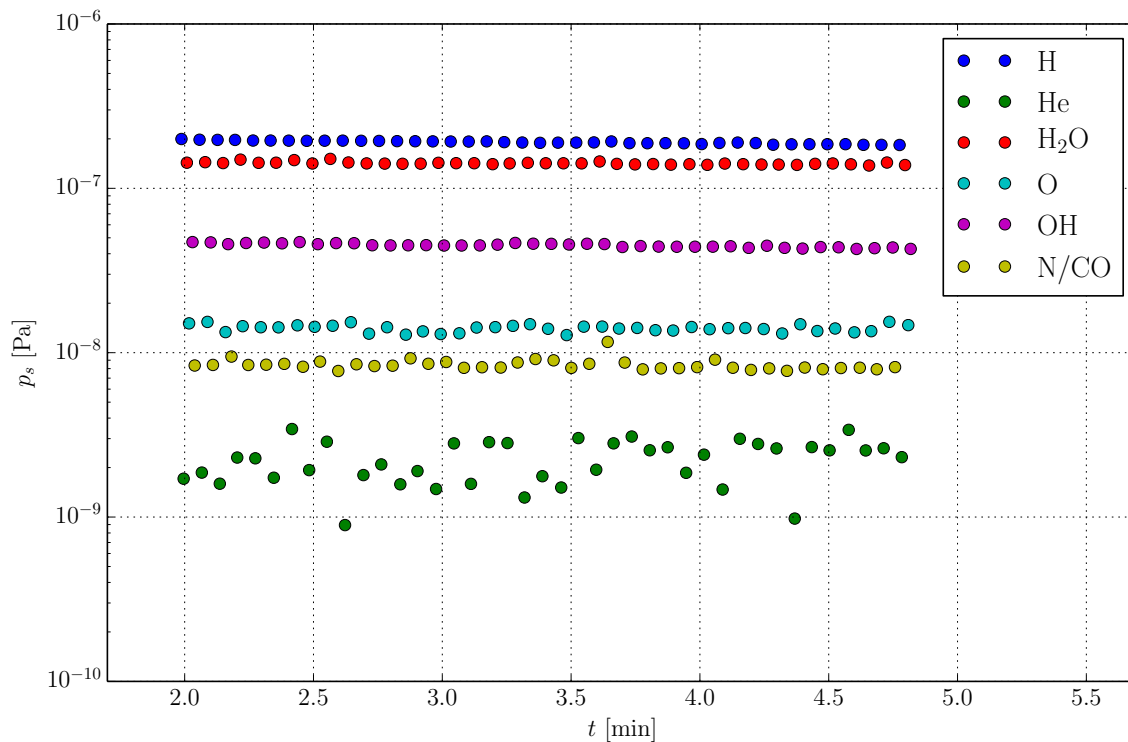
5.1 Tabulky a grafy



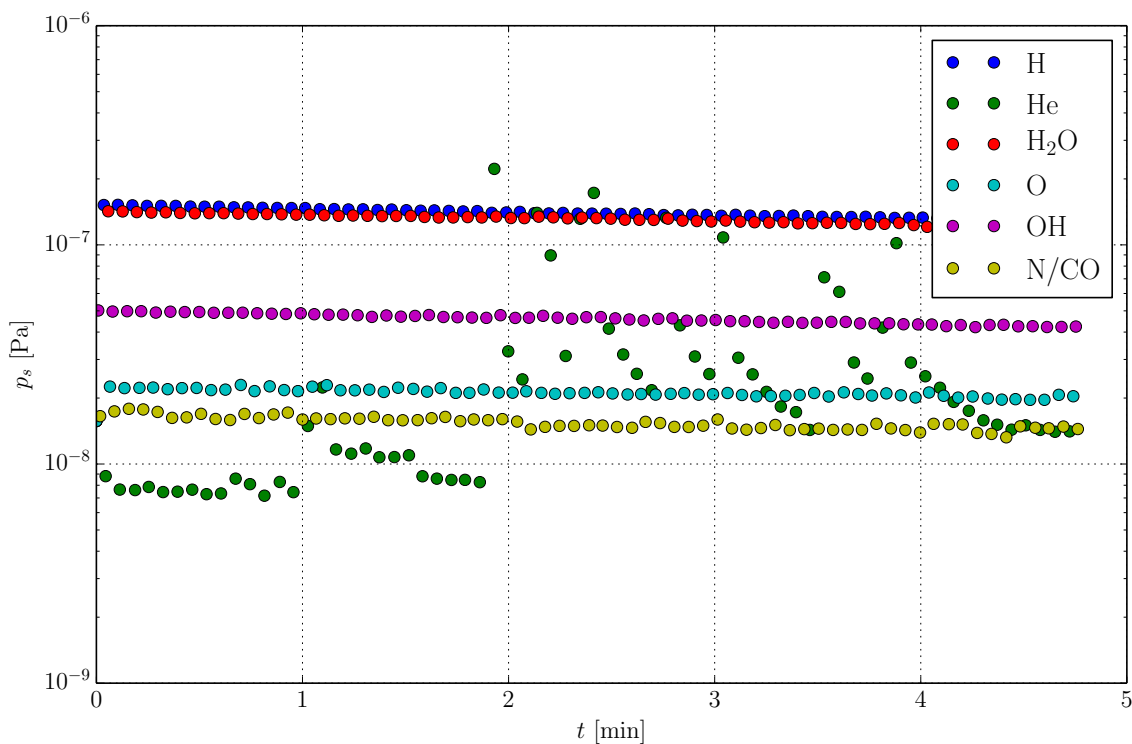
Obr. 1: Graf závislosti $\ln p$ na čase při čerpání TMV; p je tlak zaznamenávaný v recipientu.



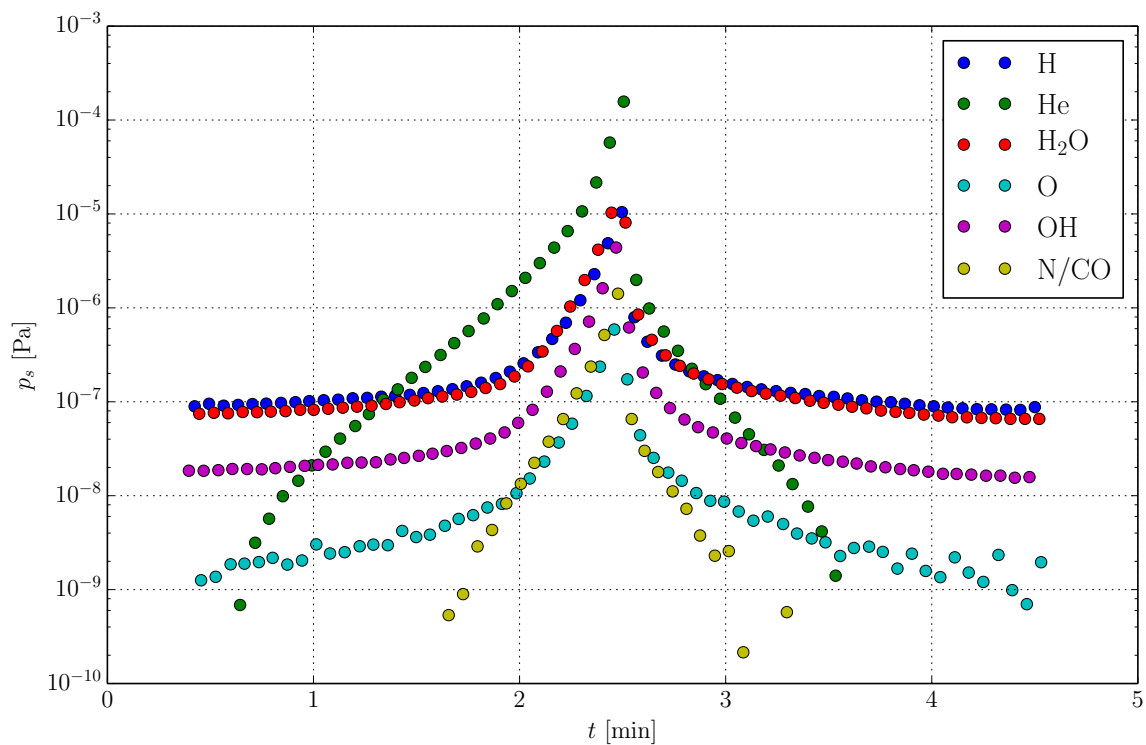
Obr. 2: Graf hmotnostního spektra zbytkového plynu; n je četnost plynu, M jeho molární hmotnost.



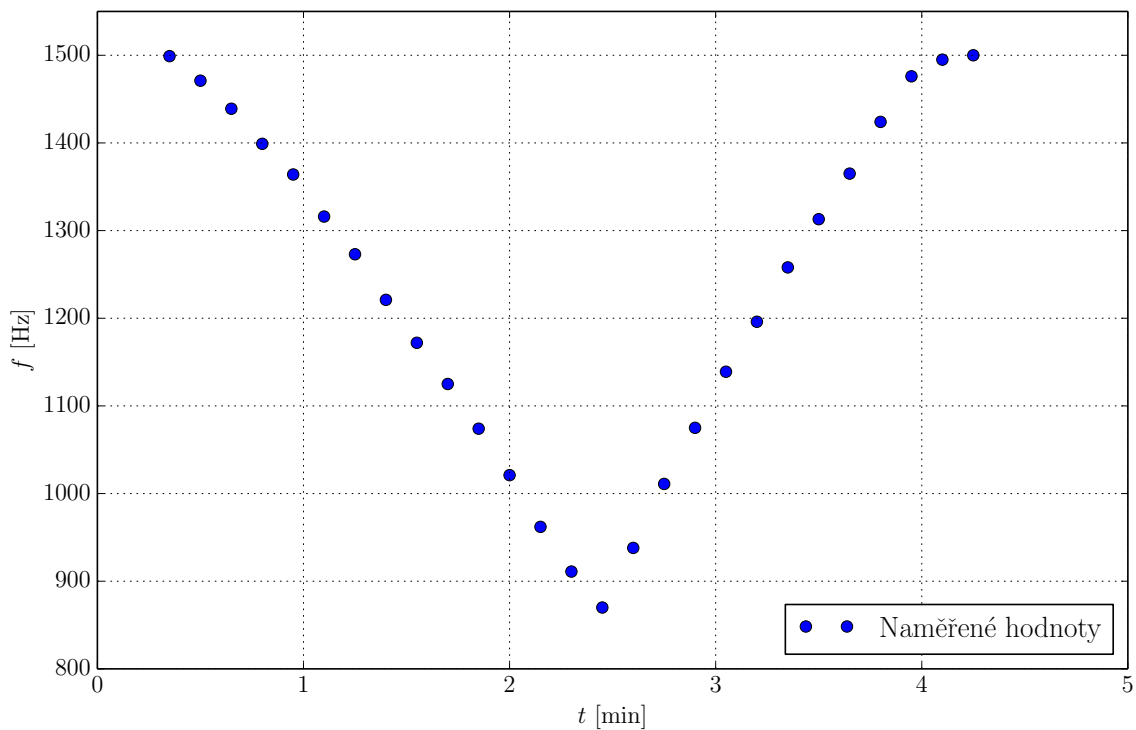
Obr. 3: Graf závislosti parciálních tlaků p_s na čase t při sledování recipientu v módu „Trend“. Ke všem hodnotám



Obr. 4: Graf závislosti parciálních tlaků p_s na čase t při ofukování pootevřeného ventilu heliem. Ke všem hodnotám byla přičtena absolutní hodnota dvojnásobku nejnižší naměřené hodnoty pro He.



Obr. 5: Graf závislosti parciálních tlaků p_s na čase t při sledování vlivu změny otáček na složení zbytkové atmosféry.



Obr. 6: Graf závislosti frekvence TMV f na čase t při sledování vlivu změny otáček na složení zbytkové atmosféry.