

Федеральное агентство по образованию
Государственное образовательное учреждение высшего
профессионального образования
Ивановский государственный химико-технологический университет

Н.В. Холодкова, И.В. Холодков

ТЕХНИКА ВЫСОКОГО ВАКУУМА

Лабораторный практикум

Иваново 2007

УДК 533.5:531.78

Техника высокого вакуума: Лабораторный практикум /
Н.В. Холодкова, И.В. Холодков; ГОУ ВПО Иван. гос. хим.-технол.
ун-т. Иваново, 2007. – 88 с.
ISBN

Лабораторный практикум включает описание 6 лабораторных работ по основным разделам лекционного курса, в которых дана в необходимом объеме теоретическая часть, методика выполнения и контрольные вопросы.

Предназначен для студентов, обучающихся по направлениям 210100 "Электроника и микроэлектроника" и 150600 "Материаловедение и технология новых материалов" при изучении дисциплины "Техника высокого вакуума". Практикум может быть полезен и для студентов других технологических специальностей, а также практических инженеров.

Табл. 7. Ил. 39. Библиогр.: 9 назв.

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

Рецензенты:

Кафедра процессов и аппаратов химической технологии. Зав кафедрой доктор технических наук, профессор А.Г. Липин (Ивановский государственный химико-технологический университет).

Доктор химических наук, профессор В.И. Гриневич (Ивановский государственный химико-технологический университет).

ISBN 5-9616-0238-9

© ГОУВПО Ивановский
государственный
химико-технологический
университет, 2007

ВВЕДЕНИЕ

1. Цели и принципы построения лабораторного практикума

Лабораторный практикум предназначен для студентов, обучающихся по направлениям 210100 "Электроника и микроэлектроника" и 150600 "Материаловедение и технология новых материалов" при изучении дисциплины "Техника высокого вакуума". Практикум может быть полезен и для студентов других приборных и технологических специальностей.

Сборник содержит описание 6 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 сдаёт 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,

- А
- обращая особое внимание на возможные немонотонности в их ходе, согласует план работы с преподавателем;
- изучает экспериментальную установку, знакомится с правилами эксплуатации всех её 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 электроники

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 РАБОТ

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

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

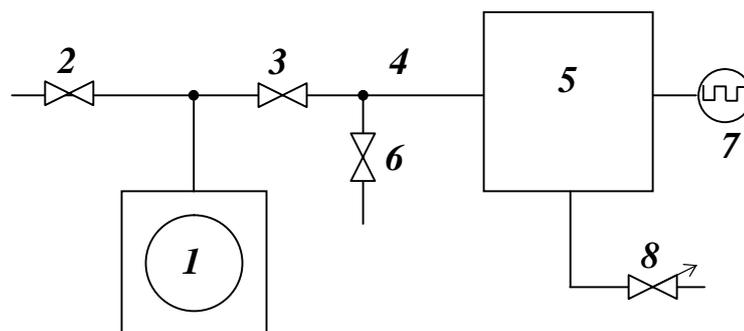


Рис. 1. Установка для получения среднего вакуума.

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 8 для создания регулируемого потока какого-либо газа через откачиваемый объем.

Средством измерения вакуума в таких установках служат:

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

Для создания вакуума в таких установках чаще всего используют механические насосы. Они делятся на пластинчатороторные, пластинчато-статорные и золотниковые. Действие их основано на механическом всасывании газа периодически расширяющимся объемом рабочей камеры. 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. 2.

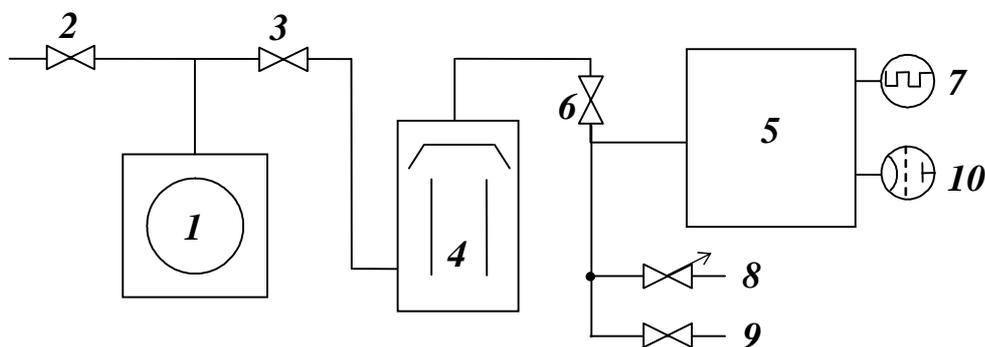


Рис. 2. Прямоточная установка для получения высокого вакуума.

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.

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 термопарным 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 термопарным 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. 3.

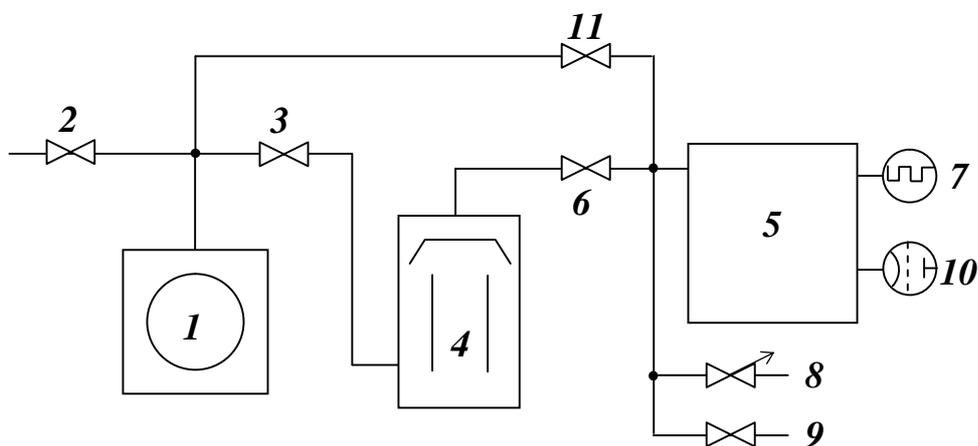


Рис. 3. Установка для получения высокого вакуума с байпасной линией.

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. 2). 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 и прогреваемыми;
4. Используют специальные манометрические преобразователи.