

Vakuum s difusní olejovou vývěvou

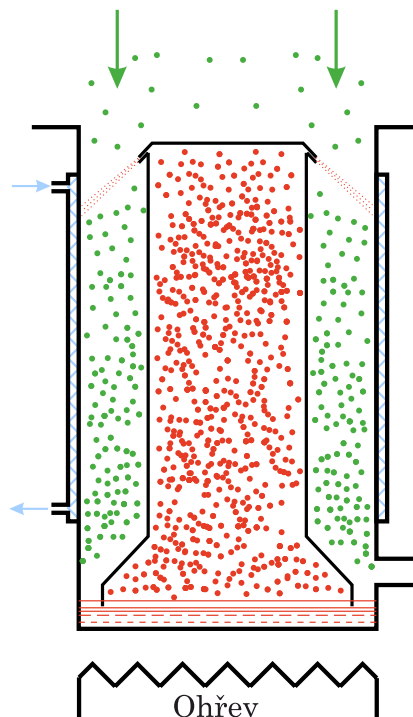
Úloha č. 2

1. Teoretický úvod

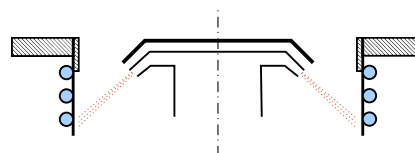
Difuzní vývěvy jsou transportní vývěvy v nichž je plyn transportován z oblasti nižšího tlaku do oblasti vyššího tlaku v proudu páry pracovního média. Difuzní vývěvy mohou pracovat s různými pracovními médii, zejména se rtuťí a organickými kapalinami - oleji. Přes některé výhody rtuťové difuzní vývěvy dnes již najdeme poměrně zřídka, zatímco difuzní olejové vývěvy jsou běžným vybavením současných laboratoří, pracujících s vysokým vakuem, i když i ty jsou postupně nahrazovány čistšími vývěvami. Schéma jednostupňové difuzní vývěvy je na Obrázku 1. Proud páry pracovní kapaliny z varníku vystupuje parovodem do štěrbinové trysky, kterou je nasměrován šikmo dolů k chlazené stěně. Na stěně pára kondenzuje a stéká zpět do varníku, kde se opět ohřívá, vypařuje a opakuje svůj pracovní koloběh. Pokud v prostoru mezi tryskou a chladnou stěnou je plyn o podstatně nižší hustotě než je hustota páry, je párou strháván, aniž by významně ovlivnil její proud. Není-li plyn z dolní části odebírán a nebude-li do horní části nový plyn přitékat, nastaví se dynamická rovnováha s takovým rozdílem tlaku pod a nad proudem páry, že jím vyvolaný proud zpětné difuze z dolní části proti proudu páry bude v rovnováze s proudem plynu transportovaného proudem páry.

Pokud plyn v dolní části bude odebírán nějakou pomocnou vývěvou, bude proud páry čerpat plyn z horní části. Čerpací rychlost přitom bude, vedle rychlosti proudu páry, dána z větší části tokem molekul plynu do proudu páry, tzn. že bude vyšší pro lehčí plyny. Pokud nebude proud páry plynem ovlivněn, bude čerpací rychlost stejná v rozmezí několika řádů tlaku, až do blízkosti stavu dynamické rovnováhy, popsané výše. Při dynamické rovnováze klesne čerpací rychlost na nulu a nad proudem páry se nastaví mezní tlak. Pokud se poruší podmínka nízké hustoty plynu v porovnání s hustotou páry a plyn výrazně ovlivní proudění páry, zhroutlí se popsaný systém proudění. K tomu dojde, když pomocná vývěva nezajistí potřebný výstupní tlak difuzní vývěvy. Maximální přípustný výstupní tlak difuzních olejových vývěv bývá řádu několika desítek Pascalů. Poměr výstupního a mezního tlaku závisí na difuzi plynu proti proudu páry. Lehké plyny difundují lépe než plyny těžké, což zde má za následek, že dosažitelný kompresní poměr je pro lehké plyny nižší, než pro plyny těžké.

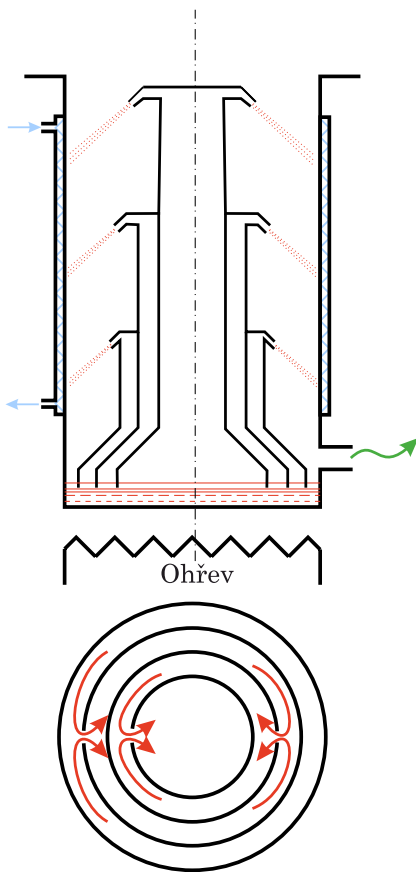
Vedle popsaného proudění olejových par se ale také jejich určitá část rozptyluje a difunduje proti směru čerpání, do recipientu. Tomu se brání tak, že mezi vývěvou a recipient se vkládá **lapač olejových par**. Ten bývá tvořen neprůhlednou soustavou clon nebo žaluzií, které brání přímému průletu molekul oleje. Bývá chlazen alespoň vodou, nebo také kapalným dusíkem, aby olejové páry na něm kondenzovaly. V nejjednodušším případě je vložen přímo do hrdla difuzní vývěvy, od kterého je chlazen vedením. Zpětný tok olejové páry lze také účinně snížit, jestliže horní tryska se překryje chlazeným kloboučkem, viz Obrázek 2. Jakýkoliv lapač však snižuje vodivost spojení mezi recipientem a tím i efektivní čerpací rychlost.



Obrázek 1: Schema difuzní vývěvy.



Obrázek 2: Klobouček nad horní tryskou chlazený vedením od stěny.



Obrázek 3: Schema frakční difuzní olejové vývěvy.

Běžně používané difuzní olejové vývěvy mají zařazeno několik stupňů za sebou a současně bývají řešeny jako frakční, viz Obrázek 3. Systém trysek je řešen souose a prostor pod proudem páry horní trysky je vstupním prostorem plynu do proudu páry nižší trysky atd. Výsledný kompresní poměr je pak součinem kompresních poměrů jednotlivých stupňů. Aby olej za posledním stupněm, který je ve styku s plynem o nejvyšším tlaku, přišel do prvního stupně co nejčistší, je varník frakční vývěvy členěn tak, že olej protéká nejdříve jeho částí pro poslední stupeň (dolní), potom částí pro stupeň předposlední a teprve nakonec přichází do části pro stupeň první. Vedle odplynění v dolním stupni tak dochází průběžně k frakční destilaci, při níž se do horního (prvního) stupně dostává olej zbavený těkavějších složek. Kvalita oleje ovlivňuje dosažitelný mezní tlak. Difuzní vývěvy mají výhodu poměrně jednoduché konstrukce, neobsahují žádné pohyblivé součásti, vyžadují minimální údržbu a v provozu jsou, díky své jednoduchosti, velmi spolehlivé.

Difuzní olejové vývěvy obvykle dosahují čerpací rychlosti od jednotek l/s do několika desítek tisíc l/s . Topný příkon je řádově od desetin do desítek kW. S lapačem olejových par na pokojové teplotě jsou jimi běžně dosahované mezní tlaky řádu 10^{-4} Pa, s lapačem chlazeným kapalným dusíkem a s pracovní kapalinou s nízkou tenzí par se dosahují mezní tlaky řádu 10^{-7} až 10^{-8} Pa. Pro některé aplikace značnou nevýhodou difuzních olejových vývěv je zpětný tok olejových par do recipientu a výsledná kontaminace povrchů v recipientu olejem, čemuž se nedaří důsledně zabránit ani lapači olejových par. Tuto nevýhodu nemají vývěvy pracující se rtutí, která však, na druhé straně, je toxickou látkou.

2. Měření s difuzní olejovou vývěvou

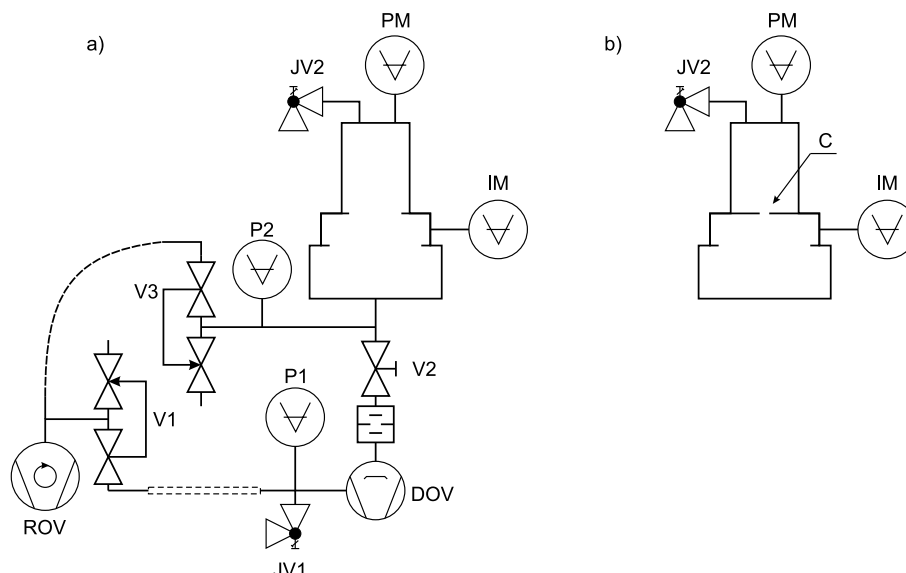
Měření provedete na aparatuře dle Obrázku 4. Difuzní olejová vývěva (DOV) čerpá přes žaluziový lapač prostor nad deskovým ventilem V2. Pomocné vakuum zajišťuje rotační olejová vývěva (**bez automatického zavzdušňování - při zastavení musí být bezprostředně ručně zavzdušněna**) přes kombinaci ventilů V1. Kombinace ventilů V3 umožňuje předčerpání nebo zavzdušnění prostoru nad deskovým ventilem. Řízené napouštění plynu se provádí jehlovými ventily JV1 a JV2, tlak v oblasti středního vakua se měří odporovým Piraniho manometrem, v oblasti vysokého vakua ionizačním a výbojovým manometrem.

3. Čerpací proces difuzní olejové vývěvy

3.1. Úkol 1: Čerpání uzavřeného objemu

Sledování čerpacího procesu od atmosférického tlaku až po ustálený tlak ve vysokém vakuu. Na rozdíl od běžného měření, kdy se difuzní olejová vývěva připojuje, až když je připravená k čerpání (olej je dostatečně zahřátý) budete zde sledovat vývoj tlaku pod i nad DOV v průběhu celého čerpacího procesu.

1. Aparatura je odstavená, vývěvy vypnuté, vakuometry rovněž.
2. Pomocí V3 napusťte aparaturu na atmosférický tlak. Otevřete V2 a zapněte Piraniho měřky. Zkontrolujte, že jsou uzavřené jehlové ventily JV1 a JV2.
 - Pokud by bylo v DOV vakuum při zavřeném V2, atmosférický tlak v recipientu jej nedovolí otevřít.
 - V tom případě je nutné rotační olejovou vývěvou (při V1 ve střední poloze) snížit tlak v recipientu a následně V2 otevřít.



Obrázek 4: Schema aparatury pro měření s difúzní olejovou vývěvou: a) sledování čerpacího procesu DOV a cejchování Penningova vakuometru, b) úprava pro stanovení efektivní rychlosti nad V2; JV1, JV2 – jehlové ventily, P1, P2 – Piraniho měřky, PM – Penningův vakuometr, IM – ionizační vakuometr, C – clonka.

3. V1 a V3 přepněte do střední polohy a zapněte ROV (při dané kombinaci ventilů nečerpá).
4. Přepněte V1 do polohy propojující ROV s výstupem DOV – započne čerpací proces.
5. Sledujte změnu tlaku p_2 v závislosti na čase (celková doba měření 60 min).
6. Po dosažení tlaku < 10 Pa zapněte topení a chlazení DOV¹.
 - DOV může pracovat pouze při výstupní tlaku v oblasti jednotek až desítek Pascalů.
 - Chvilí po zamnutí DOV dojde k nárůstu tlaku v recipientu. **Vysvětlete!**
 - DOV začne pracovat po 10 - 15 min (po dostatečném ohřátí oleje).
7. Jakmile p_2 klesne pod 10^{-1} Pa zapněte triodový ionizační manometr a další vývoj tlaku p_2 už sledujte pouze na něm (pozor stupnice je v Torrech).
 - Při zapnutí ionizačního manometru při tlaku $p_2 > 10^{-1}$ Pa, může dojít k jeho zničení.
8. Vytvořte graf tlaku v závislosti na čase (min. 60 min). V grafu popište jednotlivé změny tlaku a vysvětlete.

3.2. Úkol 2: Cejchování Penningova výbojového manometru

Aparatura je sestavena podle Obrázku 4 bez clonky mezi dolní a horní skleněnou částí. Tedy Penningův (p_P) i ionizační (p_I) vakuometr měří tlaky ve stejném prostoru (tedy $p_P = p_I$). V následujícím provedte kalibraci (cejchování) stupnice Penningova vakuometru podle ionizačního manometru.

1. Aparatura je z předchozího měření udržována ve vysoké vakuu a DOV stále čerpá. Ionizační i Penningův vakuometr jsou zapnuty.
2. Pomocí JV2 nastavte v aparatuře takový tlak, aby údaj p_P ukazoval na rysku stupnice a zaznamenejte hodnoty tlaku obou manometrů. Stupnice není lineární, proto využívejte pouze rysky, které jsou uvedeny.
3. Postupným připouštěním vzduchu pomocí JV2 najděte hodnoty tlaku p_I odpovídající dalším ryskám na stupnici Penningova manometru.

¹Chlazení vývěvy, která je otevřená do atmosféry, může vést ke kondenzaci vodní páry na stěnách vývěvy. Voda má vysokou tenzi par než se odčerpá, nedovolí dosáhnout dobrého vakua. **I malé množství vody v aparatuře se čerpá nepříjemně dlouho!!**

4. Sestavte kalibrační tabulku a křivku, kde přiřadíte stupnici Penningova manometru p_P hodnoty tlaku naměřené ionizačním vakuometrem.
5. Po skončení měření opět uzavřete jehlový ventil JV2 a čerpejte zpět do blízkosti mezního tlaku.

3.3. Úkol 3: Vliv výstupního tlaku na funkci DOV

1. Aparatura je z předchozího měření udržována ve vysoké vakuu a DOV stále čerpá. Ionizační i Penningův vakuometr jsou zapnuty.
2. Sledujte tlak p_2 (ionizační měřka) ve vysokém vakuu a tlak p_1 (Piraniho měřka P1) na výstupu DOV.
3. Pomalu otevírejte JV1 – tlak p_1 pomalu roste, p_2 se téměř nemění.
4. Očekávejte stav, kdy ručička ionizačního manometru začne kolísat a dojde k nárůstu tlaku p_2 , kdy ochranný obvod vypne ionizační měřku.
 - Právě ve chvíli vypnutí ionizační měřky tlak p_1 (na výstupu DOV) přesáhl maximální provozní hodnotu pro DOV.
 - Při tomto a vyšším tlaku, vzduch připouštěný přes JV2 naruší proud páry v DOV takovým způsobem, že dojde ke zhroucení čerpacího procesu.
5. Okamžitě po zaznamenání hodnoty tlaku p_1 zavřeme jehlový ventil JV1.
 - Po zhroucení čerpání lze očekávat zvýšenou difuzi olejových par do recipientu.
6. Měření několikrát opakujte při různých rychlostech otevírání JV1.
7. Výsledky komentujte a vysvětlete.

3.4. Efektivní čerpací rychlost DOV

Efektivní čerpací rychlost v prostoru nad deskovým ventilem V2 se určí z proudu plynu při tlaku p_2 v tomto prostoru. Proud plynu se určí z tlakového spádu na cloně daných rozměrů, jejíž vodivost se spočítá. Protože půjde o poměrně malý tlakový spád, je třeba, aby údaje manometrů nad a pod škrtkou byly dobře srovnány, aby nevznikla velká chyba. K tomu účelu jste v předešlém úkolu provedli kalibraci Penningova manometru podle ionizačního manometru (Bayard-Alpertova měřka).

Efektivní čerpací rychlost u určité aparatury závisí jednak na čerpací rychlosti vývěvy, ale také na vodivosti částí, jimiž je vývěva k aparatuře připojena (ventily, hadice, potrubí, atd.). Sestává-li aparatura z více částí, které jsou v různých vzdálenostech od vývěvy, efektivní čerpací rychlost těchto částí bude různá! Proto při udání čerpací rychlosti je třeba vždy sdělit, ve kterém místě a při jakém tlaku máme S_{EF} na mysli!

3.5. Úkol 4: Určení efektivní čerpací rychlosti nad V2

1. Aparatura je z předchozího měření udržována ve vysoké vakuu a DOV stále čerpá. Ionizační i Penningův vakuometr jsou zapnuty.
2. Nejprve je potřeba vyměnit těsnění mezi skleněnou částí a kovovou přírubou s ventilem V2 za clonku, viz Obrázek 4b).
 - Rozměry clonky: průměr 5 mm, tloušťka 1 mm.
3. Vypneme ionizační i Penningův vakuometr a zavřeme V2.
4. Tím je DOV uzavřena a odpojena od recipientu, kde je možné provádět úpravy. DOV tedy není nutné vypínat.
5. Napusťte recipient na atmosférický tlak pomocí V3.
6. Povolte tři šrouby, které stahují díl s ionizační měrkou a skleněnou část.
7. Vyměňte těsnící kroužek za clonku (kterou předtím očistíte isopropylalkoholem nebo lihem).
8. Nasuňte zpět skleněný díl a dotáhněte postupně šrouby.

!!!Nesmíte připojit výstup z DOV s recipientem, kde je atmosférický tlak!!!

9. Na několik minut přerušíte předčerpání DOV rotační vývěvou – zavřeme V1.
10. Poté připojíte ROV ventilem V3 k recipientu a vyčerpáme na tlak menší než je 10 Pa.
11. Teď je možné přepnout V2 opět na předčerpání DOV a otevřít deskový ventil V2.
12. Recipient je čerpán pomocí DOV přes clonku.
13. Při poklesu tlaku pod 10^{-1} Pa zapněte ionizační i Penningův vakuometr.
14. Čerpejte aparaturu do oblasti mezního tlaku (cca 1 hodina).
15. Takto vyčerpaná aparatura by měla mít tlaky Penningova p_P a ionizačního manometru p_I přibližně stejné.
16. Pomocí JV2 nastavte takový tlak, aby Penningův manometr ukazoval na rysku, kde byl předtím kalibrován.
17. Odečtete údaj tlaku p_I na ionizačním manometru. Tlakový spád na clonce je dán:

$$\Delta p = p_P - p_I \quad (1)$$

18. Měření opakujte pro vyšší hodnoty tlaku
19. Sestavte tabulku hodnot tlaků pod p_I a nad p_P clonkou a k nim příslušející proud plynu clonkou q_c .
20. Následně dopočítejte vodivost clonky a efektivní čerpací rychlost S_{EF} v prostoru nad deskovým ventilem.²

Odstavení aparatury

Pokud jsou zapnuty, vypněte ionizační a Penningův manometr. Zavřete deskový ventil V2. Vypněte topení DOV a po dalších 10 minutách vypněte ROV a ihned ji zavzdušněte. Poté zastavte chladicí vodu.

4. Požadované výsledky

- Graf průběhu čerpání (závislost tlaku na čase, 1 hodina)
- Kalibrační křivka Penningova manometru
- Jednotlivé hodnoty tlaků, při kterých dojde ke zhroucení čerpacího procesu
- Vypočtená efektivní čerpací rychlost DOV

Reference

- [1] KRÁL, JAROSLAV: *Cvičení z vakuové techniky*, Skriptum FJFI ČVUT, Praha, 2015
- [2] ČEŠPIRO, ZDENĚK: *Vakuová technika*, Skriptum FJFI ČVUT, Praha, 1973
- [3] JOUSTEN, KARL: *Handbook of Vacuum Technology*, 2nd edition, ISBN 978-3-527-41338-6, Berlin, 2016

²Dejte pozor na zvolení správných vzorců. V jaké oblasti proudění se pohybujete. Clonka není nekonečně tenká!!