Čerpání vzduchu kryosorpční vývěvou

Jakub Kákona, kaklik@mlab.cz

10.12.2010

Abstrakt

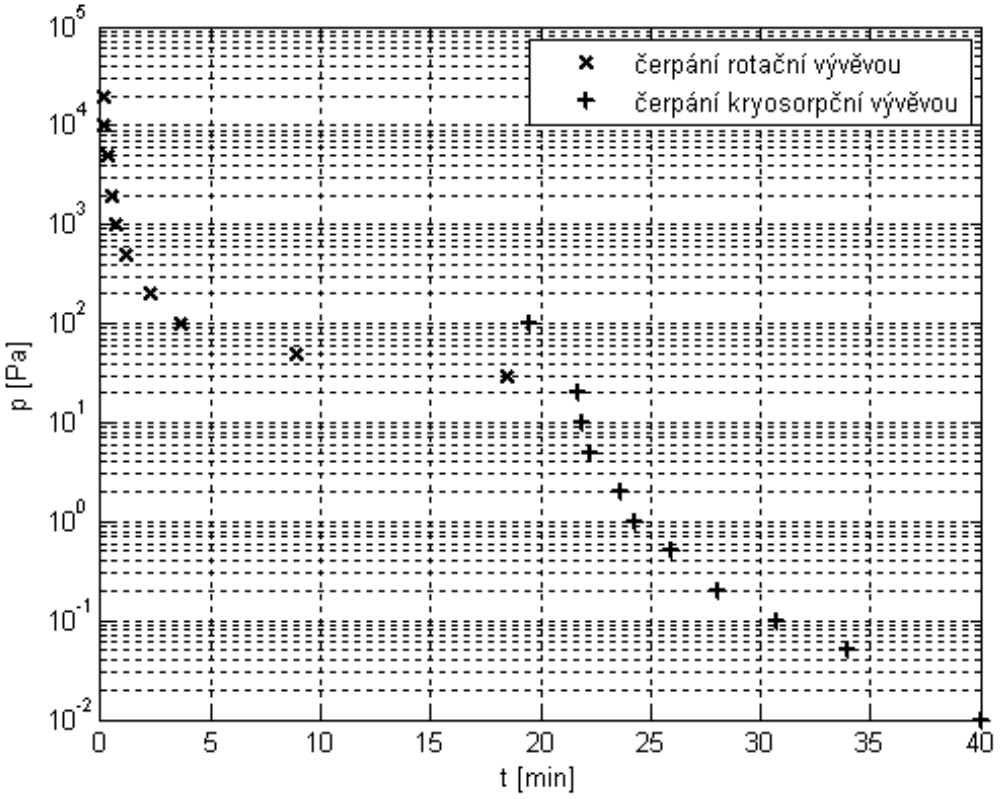
1 Úvod

1. Kryosorpční vývěva s regenerovanými zeolity + jednostupňová rotační vývěva.
2. 2 kryosorpční vývěvy s regenerovanými zeolity.
3. Kryosorpční vývěvu napustit vzduchem a nechat ustálit.
4. Kombinované 2-stupňové čerpání
   - 1.stupeň...rotační vývěvou
   - 2.stupeň...kryosorpční vývěvou.
   - Sledovat závislost tlaku v čase, dosažený mezní tlak.
5. Kryosorpční 2-stupňové čerpání
   - 1.stupeň...kryosorpční vývěvou.
   - 2.stupeň...kryosorpční vývěvou.
   - Sledovat závislost tlaku v čase, dosažený mezní tlak.
6. Porovnat dosažené výsledky a podat kvalitativní vysvětlení.
7. Do protokolu spočítat příklady ze skript str. 38-39.

2 Postup měření

3 Předčerpání rotační vývěvou

Nejdříve jsme začali měřit na aparatuře s jednoduchou kryosorpční vývěvou, kterou jsme předčerpali rotační vývěvou na tlak přibližně 30Pa. Tlak byl měřen Pirraniho vakuometrem, což mělo v důsledku silných teplotních gradientů za následek, že naměřené tlaky se lišily od reálných tlaků v aparatuře, zvláště patrné to bylo při zalití nádoby se zeolitem kapalným dusíkem. Kdy měřený tlak vzrostl na hodnotu 100Pa.



Obrázek 1: Průběhy tlaku v recipientu během čerpání.

Následně už ale probíhalo čerpání bez velkých výchylek až do naměřeného tlaku 0,01Pa. Při předčerpávání pomocí ROV bylo vidět, že tlak klesá poněkud pomaleji než je obvyklé, zřejmě to bylo způsobeno desorpcí plynu ze zeolitu uvnitř vývěvy.

4 Dvoustupňové čerpání kryosorpční vývěvou

Dvoustupňové čerpání kryosorpční vývěvou, probíhalo tak, že obě vývěvy byly spojeny a napuštěny vzduchem na atmosférický tlak. Následně byla jedna z vývěv ochlazena kapalným dusíkem. Čerpání tedy probíhalo z objemu obou vývěv. Při dosažení tlaku 10Pa byla první z vývěv odstavena a odpojena ventilem. Chladící dusíkovou náplň jsme přehodili na druhou vývěvu. Mezi tím ale stačil tlak stoupnout na 200Pa.

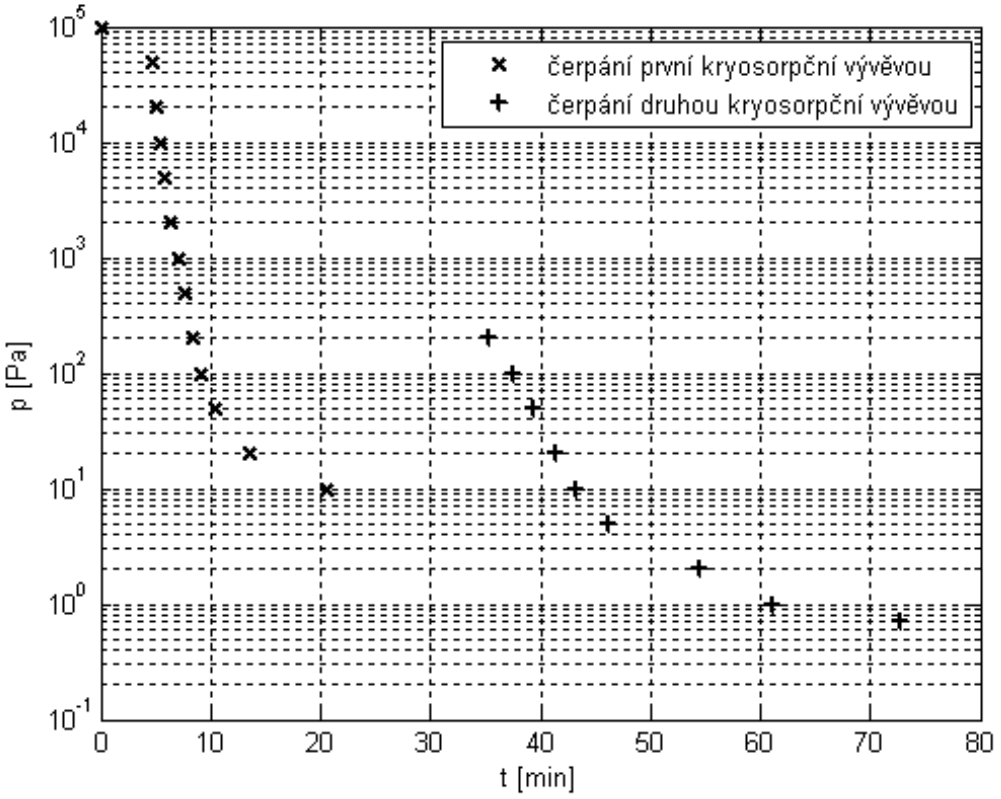
Čerpání druhým stupněm pokračovalo dále až k naměřenému tlaku 0,7Pa.

Tabulka 1: Průběh tlaku při čerpání rotační a následní kryosorpční vývěvou

Čas [s]	Tlak [Pa]
0 min 00 s	1×10^{5}
0 min 07 s	2×10^{4}
0 min 11 s	1×10^{4}
0 min 17 s	5×10^{3}
0 min 28 s	2×10^{3}
0 min 43 s	1×10^{3}
1 min 11 s	5×10^{2}
2 min 13 s	2×10^{2}
3 min 41 s	1×10^{2}
8 min 52 s	5×10^{1}
18 min 30 s	3×10^{1}
19 min 30 s	1×10^{2}
21 min 43 s	2×10^{1}
21 min 55 s	1×10^{1}
22 min 13 s	5×10^{0}
23 min 37 s	2×10^{0}
24 min 19 s	1×10^{0}
25 min 57 s	5×10^{-1}
28 min 05 s	2×10^{-1}
30 min 45 s	1×10^{-1}
33 min 55 s	5×10^{-2}
40 min 00 s	1×10^{-2}

Tabulka 2: Závislost tlaku na čase při čerpání postupně dvěmi kryosorpčními vývěvami

Čas [s]	Tlak [Pa]
0 min 00 s	$1 \times 10^{+5}$
4 min 45 s	$5 \times 10^{+4}$
5 min 02 s	$2 \times 10^{+4}$
5 min 26 s	$1 \times 10^{+4}$
5 min 50 s	$5 \times 10^{+3}$
6 min 24 s	$2 \times 10^{+3}$
7 min 03 s	$1 \times 10^{+3}$
7 min 39 s	$5 \times 10^{+2}$
8 min 23 s	$2 \times 10^{+2}$
9 min 07 s	$1 \times 10^{+2}$
10 min 22 s	$5 \times 10^{+1}$
13 min 38 s	$2 \times 10^{+1}$
20 min 35 s	$1 \times 10^{+1}$
35 min 17 s	$2 \times 10^{+2}$
37 min 29 s	$1 \times 10^{+2}$
39 min 26 s	$5 \times 10^{+1}$
41 min 24 s	$2 \times 10^{+1}$
43 min 15 s	$1 \times 10^{+1}$
46 min 08 s	$5 \times 10^{+0}$
54 min 30 s	$2 \times 10^{+0}$
61 min 08 s	$1 \times 10^{+0}$
72 min 45 s	7×10^{-1}



Obrázek 2: Průběhy tlaku v recipientu během čerpání.

5 Příklady

5.1 Příklad 1

Recipient o objemu 20 l je čerpán jednou kryosorpční vývěvou. Ve vývěvě je 500 g zeolitu typu 5A. Aparatura s regenerovanými zeolity v kryosorpční vývěvě, která je na počátku naplněna dusíkem a ponechána, aby se ustálila rovnováha při atmosférickém tlaku a teplotě 20°C. Pak jsou zeolity ochlazeny na −195°C. Za předpokladu těsné aparatury a při zanedbání desorpce ze stěn recipientu určete dosažitelný mezní tlak.

Využijeme vztahu

$$p_1 V + MQ(T_1, p_1) = p_2 V + MQ(T_2, p_2),$$

kde $p_1 = 10^5\,\mathrm{Pa}$, p_2 je hledaný mezní tlak, $T_1 = 20°\mathrm{C}$ a $T_2 = -195°\mathrm{C}$, $V = 20\,\mathrm{l}$, $M = 500\,\mathrm{g}$, $p_1 V$ a $p_2 V$ jsou parciální množství plynu v objemu, $Q(T_1, p_1)$ a $Q(T_2, p_2)$ jsou množství plynu absorbovaná v zeolitech. Pokud předpokládáme, že tlak p_2 je mnohem menší než atmosférický tlak p_1, proto $p_2 V$ bude mnohem menší než $p_1 V$. V rovnici tedy člen $p_2 V$ zanedbáme. Vznikne výraz

$$p_1 V + MQ(T_1, p_1) \cong MQ(T_2, p_2),$$

Po dosazení vyjde $Q(T_2, p_2) \cong 5 \cdot 10^3\,\mathrm{Pa \cdot l/g} \cong 10^{3,7}\,\mathrm{Pa \cdot l/g}$. Ve skriptech [1] na straně 39 zjistíme, že tato hodnota odpovídá tlaku $p_2 \cong 0,3$ Pa.

Dosažitelný mezní tlak tedy bude $0,3$ Pa.

5.2 Příklad 2

Recipient o objemu V = 20 l je čerpán dvěma kryosorpčními vývěvami. Každá ze dvou vývěv obsahuje 250 g zeolitu typu 5A. Aparatura s regenerovanými zeolity ve vývěvách je na počátku naplněna dusíkem a ponechána, aby se v ní ustálila rovnováha při atmosférickém tlaku a 20°C. Potom jsou zeolity v první vývěvě ochlazeny kapalným dusíkem na $-195°C$, přičemž druhá vývěva je stále spojena s recipientem. Po delší době, až se ustaví nová rovnováha mezi dusíkem adsorbovaným v teplých zeolitech a plynným dusíkem v aparatuře, oddělí se první vývěva se studenými zeolity od recipientu. Objem aparatury se bude dále čerpat zeolity ve druhé vývěvě, která se ochladí na −195°C. Za předpokladu těsné aparatury a při zanedbání desorpce ze stěn a zanedbání objemu odstavené první vývěvy určete tlak dusíku v aparatuře po prvním stupni čerpání a oceňte konečný mezní tlak v recipientu.

Využijeme podobného vztahu,jako v předchozím případě s rozdílem, že tentokrát máme dvě vývěvy.

$$p_1V + 2MQ(T_1, p_1) = p_2V + MQ(T_2, p_2) + MQ(T_1, p_2),$$

kde $p_1 = 10^5$ Pa, p_2 je hledaný mezní tlak po prvním čerpání, $T_1 = 20°C$, $T_2 = -195°C$, $V = 20\,\mathrm{l}$, $M = 250\,\mathrm{g}$, p_1V a p_2V jsou množství plynu v objemu, $Q(T_1, p_1)$ a $Q(T_2, p_2)$ jsou množství plynu absorbovaná v zeolitech. Opět předpokládáme, že tlak p_2 bude mnohem menší než atmosférický tlak p_1, proto p_2V bude mnohem menší než p_1V. V rovnici tedy člen p_2V zase zanedbáme. Dále vidíme z grafu na straně 39 v [1], že hodnota členu $MQ(T_1, p_2)$ bude mnohem menší než hodnota členu $MQ(T_2, p_2)$, zanedbáme tedy i člen $MQ(T_1, p_2)$. A dostaneme výraz

$$p_1V + 2MQ(T_1, p_1) \cong MQ(T_2, p_2),$$

Po dosazení hodnot nám vyjde $Q(T_2, p_2) \cong 9 \cdot 10^3\,\mathrm{Pa \cdot l/g} \cong 10^4\,\mathrm{Pa \cdot l/g}$. Podle grafu na straně 39 v [1] tato hodnota odpovídá tlaku $p_2 \cong 10^{-0,4}\,\mathrm{Pa} \cong 0,4$ Pa. Výraz $p_2V = 8\,\mathrm{Pa{\cdot}l}$, jeho zanedbání je tedy oprávněné.

Dosažitelný mezní tlak po čerpání první vývěvou tedy bude přibližně $0,4$ Pa.

Pro určení mezního tlaku při čerpání i druhou vývěvou vyjdeme ze vztahu (předpokládáme že další vývěva čerpá pořád stejně kvalitně ale z nižšího tlaku)

$$p_2V + MQ(T_1, p_2) = p_3V + MQ(T_2, p_3),$$

kde $p_2 = 0,4\,\mathrm{Pa}$, p_3 je celkový hledaný mezní tlak, $T_1 = 20°C$, $T_2 = -195°C$, $V = 20\,\mathrm{l}$, $M = 250\,\mathrm{g}$. Zkusíme zanedbat člen p_3V. Po dosazení vychází $Q(T_2, p_3) \cong 3,3 \cdot 10^{-2}\,\mathrm{Pa \cdot l/g}$. Podle grafu už na grafu straně 39 v [1] už přesnou hodnotu nezjistíme, můžeme pouze říci, že bude odpovídat tlaku menšímu než 10^{-4} Pa.

Dosažitelný mezní tlak po čerpání druhým stupněm kryosorpční vývěvy je tedy teoreticky nižší než 10^{-4} Pa.

6 Závěr

Pro mne bylo největším přínosem zjištění, že kryosorpční čerpání funguje a dokonce v takové míře, že je možné s ním snížit tlak až více něž o 5 řádů. Aparatura měla sice velmi omezený objem. Ale výsledek je překvapivý vzhledem k tomu o jak jednoduchou metodu čerpání jde.

Reference

[1] KRÁL, J.: *Cvičení z vakuové techniky*, Vydavatelství ČVUT, Praha, 1996