

КОНДЕНСАЦИОННО-СОРБЦИОННАЯ И СОРБЦИОННАЯ ОТКАЧКА ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ ТВЕРДОГО АЗОТА

М. П. Ларин

Описаны экспериментальные результаты по откачке N_2 , H_2 , Ar , CF_4 и других газов конденсатами паров H_2O , CCl_4 и активным углем СКТ при $T \leq 50$ К. Приводятся конструкция сорбционного насоса, охлаждаемого твердым N_2 , с диапазоном рабочих давлений 10^1 — 10^{-8} Па и быстрой действия 1.2 м³/с по Ar , 2.8 м³/с по H_2 , 1.5 м³/с по фреону-14 (CF_4) и его динамические и статические характеристики. Показана эффективность работы этого насоса в режиме чередующихся процессов плазмохимической обработки изделий в среде аргона, а также в среде других газов, в том числе и агрессивных, при давлениях напуска 10^1 — 10^{-2} Па и ниже с последующим получением сверхвысокого вакуума в рабочих камерах до $P=10^{-5}$ — 10^{-7} Па после прекращения напуска. Сделаны выводы о высокой работоспособности сорбционного крионасоса, охлаждаемого твердым N_2 , для полностью безмасляной откачки напылительных, плазмохимических и других установок, где использование таких средств откачки, как диффузионные, турбомолекулярные, форвакуумные механические насосы, насосы Рутса и другие, по тем или иным причинам неприемлемо.

В работе [1] были описаны теоретические, расчетные и экспериментальные данные, обосновывающие более высокую эффективность сорбционной откачки гладкими металлическими поверхностями и классическими насыпными адсорбентами, охлажденными до температур 63—35 К с помощью твердого N_2 , по сравнению с рабочей температурой 77.4 К. В данной работе представлены новые, ранее в литературе отсутствующие, результаты дальнейших исследований уже по сорбции газов конденсатами паров, легко конденсирующихся при $T = 77.4$ К и охлажденных затем до $T \leq 50$ К, и активным углем, а также показаны результаты использования новых разработок промышленных образцов сорбционных насосов, охлаждаемых твердым N_2 , для установок с широким диапазоном газовых нагрузок (от 10^1 до 10^{-7} м³·Па/с).

1. Конденсационно-сорбционная откачка

С помощью конденсационно-сорбционного насоса КН-31М, описанного в [2, 3], получены изотермы адсорбции N_2 при $T=77.4$ и 50 К на сконденсированных слоях H_2O и CCl_4 (рис. 1). После медленной конденсации паров H_2O (за 26 ч) в количестве 2.9 и 3.9 г, что соответствует при равномерном распределении на криопанели с площадью $S=0.128$ м² толщине $1.4 \cdot 10^5$ и $1.9 \cdot 10^5$ монослоев, величина удельной адсорбируемости a в размерности м³·Па на м³ воды в жидкой фазе при одних и тех же равновесных давлениях, особенно при более низких, имеет наибольшие значения (кривая 1). При быстрой конденсации такого же количества паров H_2O (за 1 ч) a становится меньше (кривая 2).

Медленно сконденсированные пары H_2O почти на порядок большей толщины (26.2 г, или $1.3 \cdot 10^6$ монослоев) имеют a (кривая 4), почти в 6 раз меньшую, чем также медленно сконденсированные тонкие слои (кривая 1).

Быстро сконденсированные слои H_2O средней толщины (12 г, или $\sim 6 \cdot 10^5$ монослоев) имеют в области низких равновесных давлений (кривая 3) в 2.5 раза меньше a , а в области высоких давлений — несколько бóльшие.

На рис. 1 показаны экспериментально полученные изотермы адсорбции N_2 конденсатами паров H_2O при температуре адсорбции $T_a=77.4$ К (кривые 2'—4' для тех же конденсатов, изотермы которых представлены соответственно кривыми 2—4 при $T_a=50$ К). Как видно из сравнения этих изотерм, a конденсатов H_2O при $T_a=50$ К оказываются более чем на два порядка выше, чем при $T_a=77.4$ К.

Для сравнения на рис. 1 построена взятая из [4] изотерма адсорбции N_2 значительно более толстым конденсатом паров H_2O при $T_a=77.4$ К, полученным при очень быстрой конденсации (кривая 5').

На рис. 1 приведена также изотерма адсорбции N_2 толстыми слоями быстро сконденсированных при $T_k=77.4$ К паров CCl_4 в количестве 260 мл (толщина конденсата ~ 2 мм) и охлажденных затем до $T_a=50$ К (кривая 6), откуда видно, что такие слои CCl_4 обладают существенно меньшей a , чем слои H_2O при одинаковой $T_a=50$ К. Для сравнения показаны изотермы адсорбции N_2 активным углем БАУ при $T_a=63$ (кривая 0) и 77.4 К (кривая 7). Видно, что активный уголь при температурах твердого N_2 обладает более чем на порядок большей a по сравнению с a конденсатов H_2O , но в области давлений $P \leq 10^{-4}$ Па активный уголь при $T_a=77.4$ К (кривая 7) имеет на 1—2 порядка меньшую a , чем a конденсатов H_2O при $T_a=50$ К.

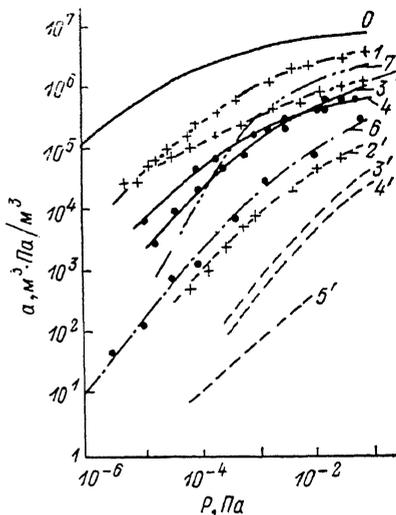


Рис. 1. Экспериментальные изотермы адсорбции N_2 сконденсированными при $T_k=77.4$ К слоями паров H_2O (1—5) и CCl_4 (6), охлажденных после конденсации до $T_a=50$ К.

1 — малые количества (2.9 и 3.9 г) медленно (за сутки) сконденсированной H_2O ; 2 — то же, что при быстрой (за 1 ч) конденсации; 3 — средние по толщине слои (12 г), быстро сконденсированные; 4 — толстые слои H_2O (26.2 г), медленно сконденсированные; 2'—4' — изотермы при $T_a=77.4$ К, соответствующие конденсатам кривых 2—4'; 5' — изотерма N_2 при $T_a=77.4$ К на очень быстро сконденсированной H_2O , взятая из [4]; 6 — изотерма на толстых (260 мл) слоях быстро сконденсированного CCl_4 при $T_k=77.4$ К и охлажденной затем до $T_a=50$ К. Кривые 0 ($T_a=63$ К) и 7 ($T_a=77.4$ К) — изотермы адсорбции N_2 углем БАУ.

Таким образом, при эксплуатации конденсационно-сорбционных насосов, в которых для получения предельных давлений $P \leq 10^{-10}$ Па используется жидкий He [2, 3, 5], для многих задач полностью безмасляной откачки до $P = 10^{-5} \div 10^{-7}$ Па с умеренной газовой нагрузкой эти же насосы можно успешно использовать с охлаждением их криопанелей твердым N_2 до $T_a \leq 50$ К не только в режиме откачки гладкой металлической поверхностью [1], но существенно более эффективно — в режиме сорбционной откачки предварительно сконденсированными при $T_k=77.4$ К слоями паров H_2O , CCl_4 и других легко конденсируемых паров, имеющих очень низкую упругость паров при $T \leq 77.4$ К ($P_0^{77} < 10^{-11}$ Па).

Как показали исследования конденсационно-сорбционных насосов, охлаждаемых твердым N_2 , с целью увеличения их откачных характеристик в высоко- и сверхвысоковакуумной области, наиболее оптимальным криосорбентом оказываются слои сконденсированных паров H_2O толщиной $\sim 10^5 \div 10^6$ монослоев ($30-300$ г H_2O на 1 м² криопанели), или толщиной $\sim 0.03 \div 0.3$ мм, обладающих сорбционной емкостью по N_2 при $T_a=50$ К, например, при равновесных давлениях $10^{-5}-10^{-6}$ Па порядка $(5 \div 1) \cdot 10^{-1}$ см³ при нормальном давлении (н.см³) на 1 г конденсата ($50-10$ м³·Па/кг), которая на 3—4 порядка больше сорбционной способности насоса в режиме адсорбционной откачки гладкой металлической поверхностью при $T_a \leq 50$ К [1] и на 1—2 порядка выше, чем у сорбционных насосов с активным углем того же веса при $T_a=77.4$ К.

Простота формирования конденсатов H_2O , достаточная высокая теплопроводность тонких его слоев и простота регенерации (отогрев от 50 до 77.4 К и последующее охлаждение до 50 К), которая может производиться в нерабочее

Т а б л и ц а 1

Коэффициент прилипания α гладкой металлической поверхности или газового криосорбента при T, K

Газ или пар		H ₂ O	CCl ₄	N ₂	H ₂	He
Температура газа или пара перед конденсацией, K		293	293	80	80	80
α гладкой металлической поверхности при T, K	77.4	0.8—0.9	0.9	0.4	—	—
	50	0.9—1	1	0.5	—	—
	4.2	1	1	1	0.15	0.05—0.1
					при $p < p_0$ и $0.9—1$	
					при $p > p_0$	
α паров, сконденсированных на криопанель с T_k и охлажденных до T_a, K	H ₂ O	$T_k=77.4$	—	—	0.5	—
		$T_a=50$	—	—	0.8	—
		$T_k=T_a=50$	—	—	0.8	—
	CCl ₄	$T_k=77.4$	—	—	0.8	—
		$T_a=50$	—	—	0.9	—
		$T_k=T_a=50$	—	—	0.9	—
α N ₂ , сконденсированного на криопанель с $T_k=4.2 K$, при $T_a=4.2 K$		—	—	—	0.5	0.05—0.1

время в автоматическом режиме, делают возможным эффективное использование конденсационно-сорбционных насосов (например, типа КН-31М [2]) в установках с умеренной газовой нагрузкой.

При исследовании конденсационно-сорбционных насосов, охлаждаемых твердым N₂ или жидким He (универсальных по использованию криоагентов), были получены значения коэффициентов прилипания α паров H₂O, CCl₄ и таких газов, как N₂, Ar, H₂ и He, при нескольких фиксированных температурах, а также α на конденсатах H₂O и CCl₄ (табл. 1). Большинство значений α до этого в литературе отсутствовало.

2. Сорбционная откачка

На основе полученного опыта проектирования, создания, исследований и эксплуатации сорбционных насосов с насыпными адсорбентами в виде активных углей, охлаждаемых жидким N₂, несколько конструкций которых описано в [2, 5, 6], а также после проведения исследований двух типов сорбционных насосов с малой испаряемостью жидкого N₂ в режиме их охлаждения твердым N₂ [1, 2, 5] была обнаружена экспериментальным и расчетным путем возможность создания высокоэффективного сорбционного насоса с широким диапазоном рабочих давлений ($10^1—10^{-7}$ Па), высокой сорбционной емкостью по N₂, Ar (до $5 \cdot 10^4$ м³·Па), CF₄ (более 10^5 м³·Па), H₂ (до $2 \cdot 10^2$ м³·Па) и другим газам с сохранением рабочего давления не выше 10^{-4} Па, а также работоспособного при больших газовых нагрузках (до 10^2 м³·Па/с).

Создание такого насоса диктовалось острой необходимостью в безмасляных высокопроизводительных ($S_n \sim 1—2$ м³/с) средствах откачки установок с разнообразными режимами обработки объектов как в сверхвысоковакуумных условиях, так и в периодически повторяющихся режимах плазмохимической обработки в среде Ar, O₂, фреонов и других газов, в том числе агрессивных и химически активных (HF, F₂, Cl₂, H₂S и др.), при давлениях $10^1—10^{-2}$ Па с последующим снижением давления остаточных газов в установке до $10^{-4}—10^{-6}$ Па и ниже, например для финишной откачки некоторых электронных приборов перед их герметизацией.

Используемые до настоящего времени средства откачки в установках для плазмохимической обработки приборов (форвакуумные механические насосы, насосы Рутса, бустерные, диффузионные паромасляные и турбомолекулярные) имеют ряд существенных недостатков. Главным из них оказывается то, что они, являясь масляными, создают не всегда допустимый обратный поток тяже-

дых углеводородов в рабочие камеры установок. Кроме того, каждый из этих насосов имеет довольно узкий диапазон рабочих давлений и сравнительно невысокие скорости действия. Очевидно, что для перекрытия широкого диапазона рабочих давлений (10^1 — 10^{-6} Па) в одной установке с плазмохимическими и высоковакуумными технологическими процессами требуется сочетание как минимум двух указанных насосов, работающих поочередно (форвакуумный и турбомолекулярный), либо трех (форвакуумный, насос Рутса и турбомолекулярный).

Но самым серьезным недостатком этих средств откачки является их низкая работоспособность и стойкость при откачке агрессивных газов, быстро разлагающих масло и подвергающих коррозии как вращающиеся, так и неподвижные узлы насосов, что приводит к необходимости частой смены масла и ремонту или замене насосов.

Учитывая вышеизложенное, был спроектирован и создан опытный образец криосорбционного насоса, охлаждаемого твердым N_2 , который был испытан, исследован, прошел опытную промышленную эксплуатацию и предназначался для работы в составе базовой высоковакуумной и плазмохимической установки с диапазоном рабочих давлений 10^1 — 10^{-6} Па.

1) Конструктивные особенности сорбционного насоса, охлаждаемого твердым N_2 . На рис. 2 представлен продольный разрез сорбционного крионасоса, охлаждаемого твердым N_2 . Криогенный насос содержит вертикальный корпус 1 с крышкой 2, снабженной входным патрубком 3, откачивающий элемент в виде сосуда 4 для криоагента, закрепленный на крышке 2 корпуса 1 при помощи трубок-подвесов 5. Насос имеет охлаждаемый радиационный экран, охватывающий сосуд 4 и выполненный в виде сосуда 6 для криоагента, снабженного трубкой 7 для его залива и трубкой 8 для выхода его паров, введенными снизу до верхней части сосуда 6, имеющего сквозной канал 9, перекрытый шевронным экраном 10. Радиационный экран, кроме сосуда 6, содержит обечайку 11, закрепленную на этом сосуде, и шевронный экран 12, расположенный со стороны крышки 2 и закрепленный с тепловым контактом на обечайке 11. Вокруг радиационного экрана насос имеет дополнительный экран 13. Между шевронным экраном 12 и сосудом 4 расположена заслонка 14 с подвижными элементами.

Сосуд 4 выполнен в виде сосуда кольцевого сечения. К его днищу 15 приварен дисковый теплопровод 16, к плоскости которого приварены коаксиально расположенные перфорированные обечайки-теплопроводы 17 и пористые экраны-обечайки 18, причем последние располагаются вокруг внутренних и наружных сторон сосуда 4 и обечаек-теплопроводов 17 с образованием полостей 19, заполненных адсорбентом и перекрытых сверху кольцами 20.

Пространство между пористыми экранами образует сорбирующие полости 21 в виде кольцевых каналов и центральную цилиндрическую полость 22.

Сосуд 6 в канале 9 содержит тонкостенную трубку 23, верхним концом приваренную через кольцо 24 к трубе 25, образующей стенку канала 9, и к крышке 26 сосуда 6, а нижним — к днищу 27 корпуса 1 насоса через фланец 28.

Обечайка 11 радиационного экрана в верхней части имеет кольцевую крышку 29 с патрубками 30 и тепловым мостом 31 сильфоноподобного типа, приваренным нижним концом к ней, а верхним к входному патрубку 3. В нижней части обечайка 11 содержит расположенную снаружи кольцевую полость 32 с адсорбентом, перекрытым пористым экраном 33.

Дополнительный экран 13 в верхней части содержит крышку 34, охватывающую крышку 29 и имеющую зазор 35 вокруг теплового моста 31, и закреплен через нее на патрубках 30.

Центральная цилиндрическая сорбирующая полость 22 сверху перекрыта глухим экраном 36 с отверстием 37, закрываемым в рабочем положении пробкой. Внизу в дисковом теплопроводе 16 имеются отверстия 38 для входа газов в полость 22.

Все поверхности узлов насоса, кроме шевронных экранов 10 и 12, сообщаемых с вакуумируемым объемом, содержат двухслойное покрытие в виде плотного слоя алюминия толщиной не менее 1 мкм, напыленного в протоке. Не по методике, описанной в [7], и слой окиси алюминия толщиной от 2 до 20 нм,

причем эти слои представляют образования в виде монокристаллов с размерами не менее 3 мкм, сросшихся между собой, с минимальным количеством дислокаций, инородных включений и других дефектов в структуре.

К днищу 27 приварена трубка 39 с фланцем 40, к которому стыкуется вакуумный клапан Ду10 с металлическим уплотнением. К фланцу 28 стыкуется магни-

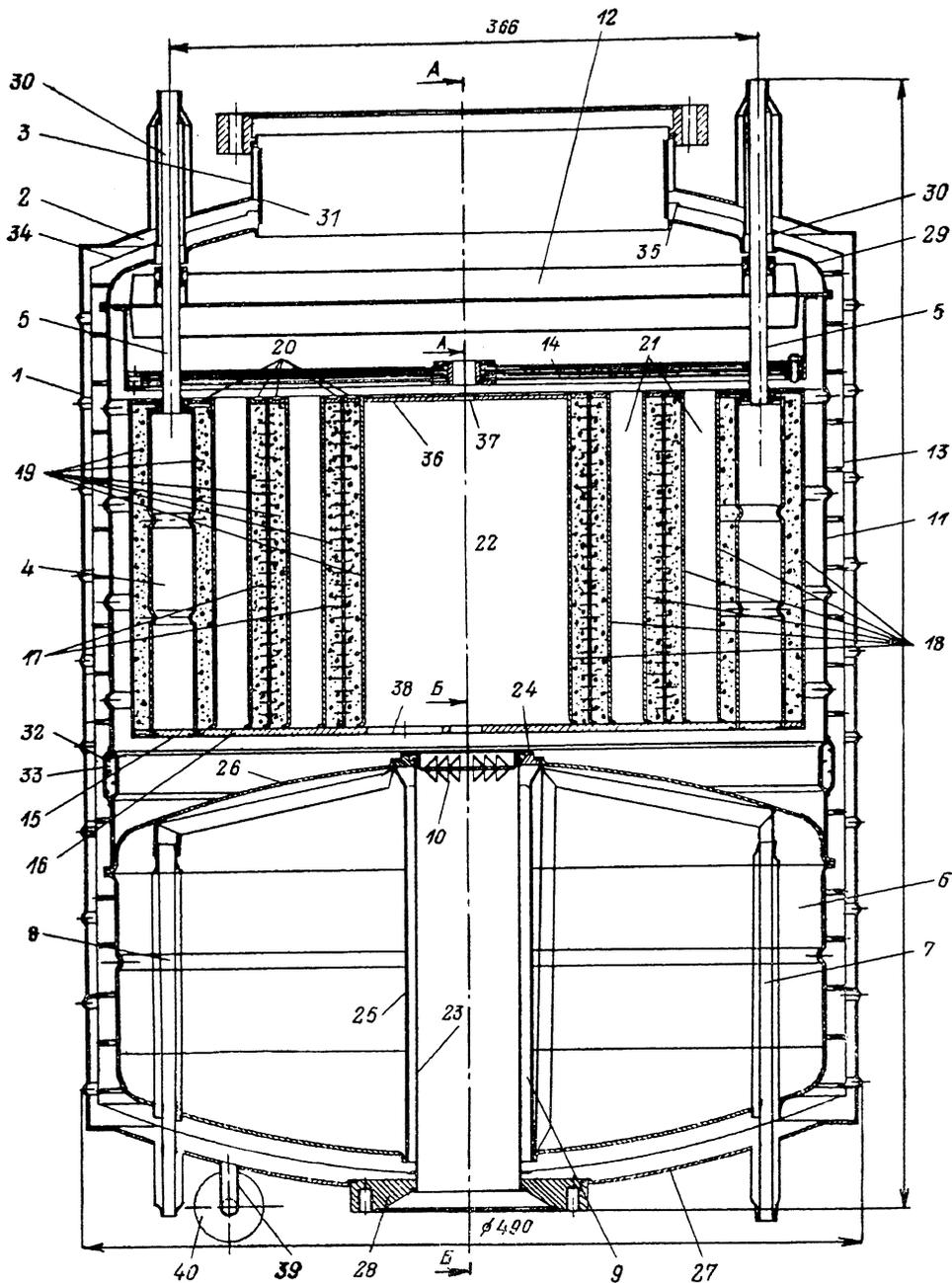


Рис. 2. Общий вид сорбционного насоса, охлаждаемого твердым азотом.

торазрядный насос, например, типа НМД-0.025, используемый для снижения парциального давления плохо адсорбируемых (водород) и неадсорбируемых (гелий, неон) газов при температурах откачиваемого элемента 78—50 К.

2) Режим работы крионасоса. Насос работает следующим образом. Входным патрубком 3 крионасос подключается к откачиваемой камере. Через клапан, подсоединенный к фланцу 40, объем так называемого

«охранного вакуума» (зазор между корпусом 1 с крышкой 2 и с дном 27 и между наружной поверхностью трубки 23, внутренней поверхностью трубки 25, наружными поверхностями сосуда 6, обечайки 11, крышки 29 и моста 31) откачивается форвакуумным механическим насосом до давления 40—100 Па, после чего этот клапан перекрывают. Указанную операцию достаточно проводить один раз в 1—2 года.

Далее по линии байпасной откачки откачивают полости камеры и крионасоса также форнасосом до $P \approx 100$ Па. После этого заливают жидкий азот по трубке 7 в сосуд 6 емкостью 30 л и в сосуд 4 емкостью 6 л.

Жидкий азот, залитый в сосуд 6, охлаждает весь радиационный экран и вместе с обечайкой 11 и адсорбент, размещенный в полости 32. В результате давление остаточных газов в полости «охранного вакуума» снижается до $\leq 10^{-4}$ Па, что вполне достаточно для практически полного устранения теплопередачи за счет молекулярного теплообмена между поверхностями радиационного экрана и корпуса крионасоса.

Через 0.5—1 ч после заливки жидкого азота испаряемость его из обоих сосудов резко уменьшается. После снижения давления в камере и вакуумной полости насоса за счет сорбции остаточных газов адсорбентом откачивающего элемента до $P \leq 5 \cdot 10^{-4}$ Па включают магниторазрядный насос, подсоединенный к фланцу 28.

После этого крионасос может быть использован для эксплуатации в режиме работы, когда в обеих полостях находится жидкий азот.

Но основным и наиболее эффективным режимом работы крионасоса является режим, когда температура адсорбента снижена и поддерживается на уровне ≤ 50 К, так как при этих температурах по сравнению с $T = 77.4$ К на несколько порядков возрастает сорбционная емкость адсорбента при равновесных давлениях ниже 10^{-2} Па (для аргона, азота, водорода и других газов) или на несколько порядков снижается равновесное давление адсорбированных газов при одних и тех же коэффициентах заполнения, особенно при $a/a_m < 0.2 \div 0.5$.

Для этого после заливки жидким азотом сосуда 4 до полного форвакуумным механическим насосом производится откачка паров жидкого, затем затвердевшего азота по трубкам 5, соединенным тройником с трубопроводом форвакуумной откачки.

После около 2 ч первоначальной откачки паров азота форнасосом, например, с быстротой действия 16 л/с удается снизить температуру твердого азота до 55 К, а после последующих 4 ч откачки до 50 К и ниже.

За нерабочее время (16 ч при односменной работе), когда откачка паров азота прекращается, происходит отогрев твердого азота всего на 2—3 К (от 50 до 52—53 К). На следующий день через 1—2 ч после возобновления откачки паров температура твердого азота снижается до 50 К. За выходные дни (~65 ч) отогрев твердого азота происходит с 50 до 58—63 К. Через 3—4 ч возобновленной откачки температура твердого азота снова снижается до 50 К.

Для облегчения и упрощения режима откачки паров азота из полости сосуда 5, а также для предотвращения отогрева твердого азота в нерабочее время после откачки его паров до давления 150—400 Па форвакуумным механическим насосом последующая откачка может быть переведена на один из двух сорбционных насосов, охлаждаемых жидким азотом, имеющих сорбционную емкость, достаточную для того, чтобы адсорбировать пары азота из сосуда 4 в течение трех суток при обеспечении равновесного давления над адсорбентом не выше 10 Па, и имеющих ресурс до полного испарения жидкого азота из этих насосов не менее 65 ч. Благодаря этому в любое время температура твердого азота в крионасосе остается всегда ниже 50 К. Каждые трое суток откачка паров азота переключается на второй насос, а первый регенерируется самоотогревом до комнатной температуры.

При работе крионасоса, охлаждаемого твердым азотом, в высоко- и сверхвысоковакуумном режимах в рабочее время заслонка 14 остается полностью открытой. На нерабочее время она полностью закрывается. При работе насоса в плазмохимическом режиме при давлениях в камере 10^2 — 10^{-2} Па заслонка может быть частично закрыта для обеспечения определенного уровня дроссели-

рования потока рабочего газа, напускаемого через натекатель в рабочую камеру установки.

Наличие у дополнительного экрана 13 крышки 34 и подвеска его через нее на двух патрубках 30 обеспечивает снижение расхода жидкого азота из сосуда 6 на ~30 % по сравнению с насосом без такого экрана. Введение в конструкцию крионасоса деталей 23, 29 и 31 обеспечило создание полости «охранного вакуума», что привело к существенной экономии криоагента при рабочих давлениях выше 10^{-2} Па.

Конструкция откачивающего элемента обеспечила размещение в нем при данных габаритах насоса 4.5 кг активного угля СКТ с толщиной засыпки между теплопроводами и обечайками из пористой меди около 10 мм.

По мере работы крионасоса, заполнения адсорбента откачиваемыми газами, повышаются их равновесные давления. Вместе с тем снижается адсорбционная способность плохо сорбируемых газов, в частности водорода. Наличие в откачивающем элементе полости 22, обособленной от прямого потока входящих в насос газов, обеспечивает более эффективную откачку плохо сорбирующихся газов и снижает в камере их равновесные давления. Эти газы, проходя по зазору между стенками радиационного экрана и наружной поверхностью откачивающего элемента, попадают в полость 22 и сорбируются ее адсорбентом, значительно менее заполненным остальными газами. Магниторазрядный насос, подсоединенный к фланцу 28, и газопровод, соединяющий его с полостью 22 (трубка 23, шеврон 10, отверстия 38), обеспечивают постоянное снижение равновесного давления плохо сорбируемых газов после периодически повторяющихся сравнительно кратковременных газовых нагрузок с выбросом водорода (при включении пушек, испарителей, прогревов мишеней, подложек и т. п.).

Приведенная конструкция откачивающего элемента, а также наличие на входе в него шевронного экрана 12, охлаждаемого жидким азотом, размещенным в другом сосуде, не связанном в тепловом отношении с криоагентом откачивающего элемента, дают возможность эффективно, в течение 20—40 мин, откачивать большие потоки газов ($\sim 2 \text{ м}^3 \cdot \text{Па}/\text{с}$), а именно до 50 л газа при нормальном давлении (н. л) за цикл без заметного отогрева твердого азота и адсорбента. Это обеспечивается тем, что входящий в насос газ на своем пути к сорбирующему элементу эффективно охлаждается при соударении с шевронным экраном до $T \approx 80 \div 100 \text{ К}$, существенно снижая свою энтальпию, и откачивающий элемент своими пористыми экранами и дисковым теплопроводом снимает тепло-содержание газов, охлаждая их до 50—55 К, а перфорированные обечайки вместе с пористыми экранами отводят от адсорбента выделяющуюся теплоту адсорбции откачиваемых газов.

3) Результаты исследования сорбционного насоса. На стенде была измерена быстрота действия насоса по ряду газов по N_2 , Ar, CF_4 , H_2 , CO_2 , H_2O и др., были сняты изотермы адсорбции по Ar, H_2 , CF_4 активного угля СКТ при $T'_a = 77.4 \text{ К}$ и $T'_a = 50 \text{ К}$, измерены динамические откачные характеристики насоса, рассчитаны ресурсные его параметры, проведены масс-спектрометрические исследования при напусках газов.

Т а б л и ц а 2

Максимальная быстрота действия S_n , $\text{м}^3/\text{с}$ при температуре адсорбента T_a , К и коэффициент захвата γ крионасоса

Газ	$T_a = 77.4 \text{ К}$				$T'_a = 50 \text{ К}$			
	давление напуска в насос P_n , Па							
	$10^{-6} - 10^{-2}$		$10^{-1} - 10^1$		$10^{-6} - 10^{-2}$		$10^{-1} - 10^1$	
	S_n	γ	S_n	γ	S_n	γ	S_n	γ
N_2	—	—	—	—	1.0	0.25	2.1	0.38
Ar	0.46	0.14	—	—	1.2	0.35	1.6	0.35
H_2	1.4	0.09	—	—	2.8	0.19	—	—
CF_4	0.4	0.18	1.1	0.35	1.5	0.66	2.1	0.68
CO_2	—	—	—	—	3.0	0.93	—	—
H_2O	5.0	0.99	—	—	—	—	—	—

а) Быстрота действия крионасоса. У крионасоса была измерена быстрота действия по нескольким газам методом постоянных давлений по методике, рекомендованной в [8]. Результаты этих измерений приведены в табл. 2.

Как видно из табл. 2, наибольшая быстрота действия насоса в режиме молекулярно-вязкостного течения газов при $T'_a=50$ К. Быстрота действия по парам H_2O $S_{H_2O}^0=5$ м³/с была измерена при конденсационной откачке на шевронном экране при его температуре около 80 К. Прочерки в табл. 2 означают отсутствие измерений в указанных режимах.

На рис. 3 приведены кривые динамической откачки насосом аргона — зависимости быстроты действия крионасоса от количества адсорбированного Аг при постоянных давлениях напуска: 10^{-2} (1), 10^{-1} (2) и 10^0 Па (3) при $T'_a=77.4$ К и 10^{-4} (4), 10^{-3} (5), 10^{-2} (6), 10^{-1} (7), 10^0 Па (8) при $T'_a=50$ К.

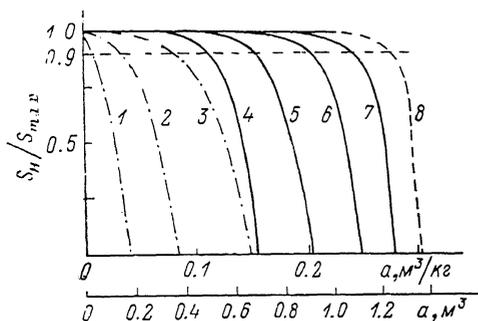


Рис. 3. Зависимости изменения быстроты действия сорбционного насоса при $T'_a=77.4$ (1—3) и 50 К (4—8) от количества адсорбированного Аг при постоянных давлениях напуска.

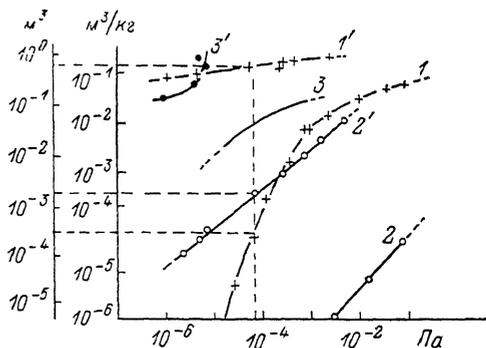


Рис. 4. Изотермы адсорбции активным углем СКТ при $T'_a=77.4$ К (1—3) и $T'_a=50$ К (1'—3'), Аг (1, 1'), H_2 (2, 2') и фреона-14 (3, 3').

б) Изотермы адсорбции активного угля СКТ по Аг, CF_4 и H_2 при 77.4 и 50 К. На рис. 4 приведены изотермы адсорбции Аг (1, 1'), H_2 (2, 2') и фреона-14 (CF_4) (3, 3') активным углем СКТ при $T'_a=77.4$ К (1—3) и $T'_a=50$ К (1'—3').

В интервале равновесных давлений 10^{-6} — 10^{-2} Па адсорбируемость Аг углем СКТ при $T'_a=50$ К оказывается соответственно на 6—4 порядка выше, чем при $T'_a=77.4$ К, а H_2 — на 5—4 порядка выше.

Адсорбционная способность СКТ по CF_4 при $T'_a=50$ К начинает резко возрастать при равновесном давлении $P_p=4 \cdot 10^{-6}$ Па (3), приближающемся к давлению насыщенного пара P_0 фреона-14 при $T=50$ К, и дальнейшая откачка его при более высоком давлении напуска происходит в основном конденсационным путем на поверхностях сорбирующего элемента.

в) Максимальные количества Аг, адсорбируемые крионасосом, и ресурс насоса до регенерации. В табл. 3 приведены расчетные данные максимально возможных количеств Аг, адсорбируемых насосом при $T'_a=77.4$ К (a_{max}^{77}) и $T'_a=50$ К (a_{max}^{50}), при различных давлениях напуска P_n (от 10^{-4} до 1 Па) с сохранением после напуска равновесных давлений P_p , на порядок меньших P_n ($P_p=0.1 P_n$) (строки 1, 5), и времени τ_{max}^{77} и τ_{max}^{50} , в течение которого возможно производить напуски при P_n (строки 2, 6). Кроме того, в табл. 3 показаны максимальные количества Аг, которые может адсорбировать насос при $T'_a=77.4$ К и $T'_a=50$ К до достижения равновесного давления, на один порядок меньшего максимально допустимого рабочего давления $P_{раб}^{max}$, равного $6.7 \cdot 10^{-4}$ Па ($5 \cdot 10^{-6}$ тор), для технологической базовой установки с рассмотренным крионасосом, т. е. до $P_p=0.1 \cdot P_{раб}^{max}=6.7 \cdot 10^{-5}$ Па ($a_{p_{max}}^{77}$ в строке 3 и $a_{p_{max}}^{50}$ в строке 7), а также времена достижения насосом этого P_p при указанных давлениях напуска (τ_p^{77} в строке 4 и τ_p^{50} в строке 8).

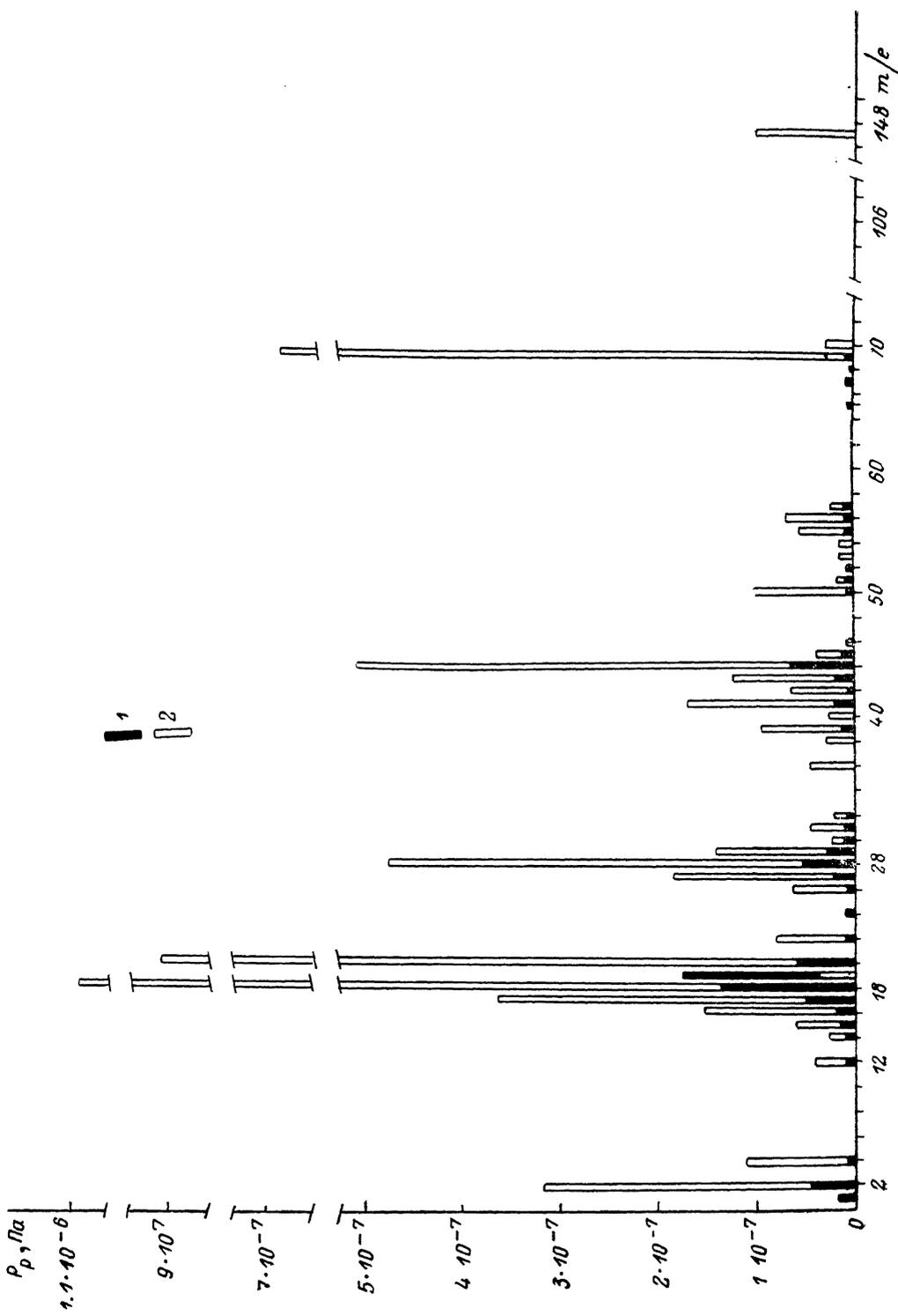


Таблица 3

Расчетные данные максимально возможных количеств аргона, адсорбируемых крионасосом при температурах 77.4 и 50 К, и времени откачки их

Номер строки	Характеристика насоса	Давление напуска аргона P_n , Па				
		10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-1}	10^0
1	q_{\max}^{77} , М ³	$4.5 \cdot 10^{-7}$	$6.6 \cdot 10^{-4}$	$3.7 \cdot 10^{-2}$	$1.7 \cdot 10^{-1}$	$3.7 \cdot 10^{-1}$
2	τ_{\max}^{77} , ч	0.3	40	230	100	23
3	$p q_{\max}^{77}$, М ³			$2.8 \cdot 10^{-1}$		
4	$p \tau_{\max}^{77}$	—	17 ч	1.7 ч	10 мин	1 мин
5	q_{\max}^{50} , М ³	0.5	0.7	0.9	1.1	1.25
6	τ_{\max}^{50}	50 лет	7 лет	3 мес	11 сут	30 ч
7	$p q_{\max}^{50}$, М ³			0.66		
8	$p \tau_{\max}^{50}$	50 лет	7 лет	2 мес	6.5 сут	16 час

в) Криогенные характеристики крионасоса. При испытании крионасоса в стационарном режиме при рабочих давлениях $P_{\text{раб.}} \ll \ll 10^{-3}$ Па были получены следующие криогенные характеристики.

1. Скорость испарения жидкого N_2 из сосуда радиационного экрана 0.31 л/ч, что обеспечивает время до полного испарения его — 97 ч.

2. Скорость испарения жидкого N_2 при $T=77.4$ К из сосуда сорбирующего элемента $2 \cdot 10^{-3}$ л/ч. При этом время до полного испарения его из этого сосуда 4 месяца. Такая величина испаряемости соответствует полному теплопритоку к сорбирующему элементу, когда его температура и температура радиационного экрана 77.4 К, равному 0.09 Вт.

Расчет теплопритоков, воспринимаемых сорбирующим элементом, показывает, что около 30 % этой величины составляет теплоприток излучения вдоль каналов его трубок — подвесов, а остальное — теплоприток за счет проскока излучения через шевронный экран ($k_{\text{пр.}} \approx 0.7$ %) со стороны входного патрубка насоса.

3. Скорость испарения твердого азота при откачке его паров форвакуумным насосом в режиме, близком к динамическому равновесию (скорость испарения близка к скорости откачки паров), которое наступает при температуре твердого азота, близкой к 47 К, 6 н. л газа в час ($8.7 \cdot 10^{-3}$ л ж./ч).

m/e	Символ	Парциальное давление, Па, $\alpha_1 = 0.14 \text{ м}^3$	Соотношение, %	Парциальное давление, Па, $\alpha_2 = 1.2 \text{ м}^3$	Соотношение, %	m/e	Символ	Парциальное давление, Па, $\alpha_1 = 0.14 \text{ м}^3$	Соотношение, %	Парциальное давление, Па, $\alpha_2 = 1.2 \text{ м}^3$	Соотношение, %
2	H_2^+	$1.4 \cdot 10^{-9}$	5.1	$3.1 \cdot 10^{-7}$	4.8	27	$C_2H_3^+$	$2.0 \cdot 10^{-9}$	2.3	$1.8 \cdot 10^{-7}$	2.8
4	He^+	$6.0 \cdot 10^{-9}$	0.7	$1.1 \cdot 10^{-7}$	1.7	28	$CO^+ + N_2^+$	$5.2 \cdot 10^{-9}$	6.0	$4.8 \cdot 10^{-7}$	7.3
12	C^+	$7.2 \cdot 10^{-9}$	0.8	$4.2 \cdot 10^{-8}$	0.6	29	$C_2H_5^+$	$2.6 \cdot 10^{-9}$	3.0	$1.4 \cdot 10^{-7}$	2.2
16	CH_4^+	$1.6 \cdot 10^{-8}$	1.8	$1.5 \cdot 10^{-7}$	2.4	31	CF^+	$8.0 \cdot 10^{-9}$	1.2	$4.7 \cdot 10^{-8}$	0.7
17	OH^+	$5.0 \cdot 10^{-9}$	5.8	$3.7 \cdot 10^{-7}$	5.6	41	$C_3H_5^+$	$2.1 \cdot 10^{-9}$	2.4	$1.7 \cdot 10^{-7}$	2.6
18	H_2O^+	$1.4 \cdot 10^{-7}$	15.6	$1.1 \cdot 10^{-6}$	16.8	44	CO_2^+	$6.6 \cdot 10^{-9}$	7.6	$5.1 \cdot 10^{-7}$	7.9
19	F^+	$1.8 \cdot 10^{-7}$	20.2	$3.8 \cdot 10^{-8}$	0.6	50	CF_2^+	$7.2 \cdot 10^{-9}$	0.8	$1.0 \cdot 10^{-7}$	1.6
20	HF^+	$6.0 \cdot 10^{-9}$	6.9	$9.1 \cdot 10^{-7}$	14.0	69	CF_3^+	$7.6 \cdot 10^{-9}$	0.9	$6.8 \cdot 10^{-7}$	10.5

$$P_p^{CF_4} = 8.7 \cdot 10^{-7} \text{ Па}$$

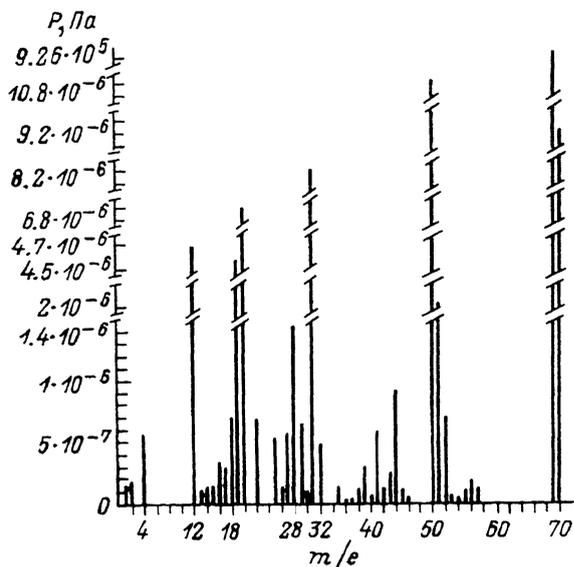
$$P_p^{CF_4} = 6.5 \cdot 10^{-6} \text{ Па}$$

Рис. 5. Масс-спектры остаточных газов в камере, откачанной сорбционным насосом при $T_a = 50$ К после адсорбции им 0.136 н. м³ CF_4 (1) и 1.21 н. м³ CF_4 (2).

4. Количество жидкого азота, расходуемое из сосуда сорбирующего элемента при откачке его паров до полного затвердевания при $T_a=63$ К, 2 л (35 % от первоначального количества 5.8 л), а до получения $T_a=50$ К — еще 0.5 л, т. е. общий расход азота до получения адсорбентом рабочей температуры 2.5 л (43 % от первоначальной массы).

5. Периодичность дозирования сосуда сорбирующего элемента жидким азотом при работе насоса с $T_a=50$ К не реже 1 раза в 20 суток.

д) Масс-спектрометрические исследования. Для определения эффективности откачки крионасосом различных газов, измерения парциальных давлений газов в насосе после адсорбции определенных количеств их, а также для количественного анализа компонентов и примесей, содержащихся в рабочих газах при их напуске, были проведены масс-спектро-



m/e	Символ	Парциальное давление, Па	Соотношение, %
12	C ⁺	$4.7 \cdot 10^{-6}$	3.1
19	F ⁺	$4.6 \cdot 10^{-6}$	3.0
20	HF ⁺	$6.9 \cdot 10^{-6}$	4.6
31	CF ⁺	$8.2 \cdot 10^{-6}$	5.5
50	CF ₂ ⁺	$1.1 \cdot 10^{-5}$	7.2
51	HCF ₂ ⁺	$1.9 \cdot 10^{-5}$	1.3
69	CF ₃ ⁺	$9.3 \cdot 10^{-5}$	61.9
70	HCF ₃ ⁺	$9.2 \cdot 10^{-5}$	6.1

$$P^s = 1.4 \cdot 10^{-4} \text{ Па}$$

$$P_{\text{II}} = 1.5 \cdot 10^{-4} \text{ Па},$$

$$\alpha^{\text{CF}} = 0.45 \text{ н} \cdot \text{м}^3$$

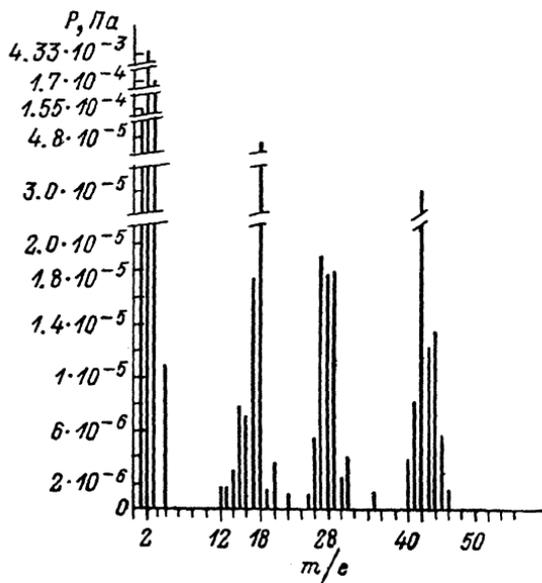
$$(1.0 \cdot 10^4 \text{ м}^3 \cdot \text{Па/кг}).$$

Рис. 6. Масс-спектр газов при откачке сорбционным насосом при $T_a=50$ К фреона-14 при давлении напуска $P_{\text{нал}}=1.5 \cdot 10^{-4}$ Па. До напуска было адсорбировано $0.45 \text{ н} \cdot \text{м}^3$ CF₄ ($0.1 \text{ м}^3/\text{кг}$), чему соответствовало равновесное давление $P_p=4.5 \cdot 10^{-6}$ Па.

метрические исследования после и во время откачки насосом фреона-14 (CF₄), H₂, Ar, CO₂ и воздуха.

На рис. 5 показаны масс-спектры остаточных газов в крионасосе при $T_a=50$ К после адсорбции им $0.136 \text{ н} \cdot \text{м}^3$ при нормальном давлении (н. м³), или $0.03 \text{ м}^3/\text{кг}$ (1), и после адсорбции $1.21 \text{ н} \cdot \text{м}^3$, или $0.27 \text{ м}^3/\text{кг}$ (2), CF₄. В первом случае равновесное давление $P_p=8.7 \cdot 10^{-7}$ Па, во втором — $6.5 \cdot 10^{-6}$ Па. Следует обратить внимание на то, что даже после адсорбции крионасосом такого большого количества фреона-14 ($1.21 \text{ н} \cdot \text{м}^3$), парциальные давления (в Па) его компонентов остаются достаточно низкими: F — $3.8 \cdot 10^{-8}$ (0.6 %), HF — $9.1 \cdot 10^{-7}$ (14 %), CF — $4.7 \cdot 10^{-8}$ (0.7 %), CF₂ — $1 \cdot 10^{-7}$ (1.6 %), CF₃ — 6.8×10^{-7} (10.5 %). Собственно CF₄ ($m=88$) во всех спектрах как в статике, так и при напусках фреона-14 полностью отсутствует. По-видимому, молекулы CF₄ при электронном ударе в масс-спектрометре разрушаются на CF₃, CF₂, CF и F. Особенно это отчетливо видно из рис. 6, где показан масс-спектр фреона-14 во время его напуска в крионасос при $T_a=50$ К и давлении напуска $P_{\text{II}}=1.5 \cdot 10^{-4}$ Па, причем до этого насосом уже было адсорбировано $0.45 \text{ н} \cdot \text{м}^3$ фреона ($0.1 \text{ м}^3/\text{кг}$), чему соответствовало равновесное давление $P_p=4.5 \cdot 10^{-6}$ Па. Основным компонентом в спектре является CF₃ (61.9 %), затем CF₂ (7.2 %), CF (5.5 %), HF (4.6 %), F (3.0 %) и C (3.1 %). Кроме того, заметное количество в спектре составляет компонент с массой 70 (6.1 %), по-видимому, HCF₃, и с массой 51 (1.3 %) HCF₂. Суммарное количество указанных компонентов составляет 92.7 %.

На рис. 7 показан масс-спектр при откачке крионасосом при $T_a = 50$ К водорода при давлении его напуска $P_n = 4.9 \cdot 10^{-3}$ Па после предварительно адсорбированного насосом $9.6 \cdot 10^{-3}$ н. м³ H_2 ($2.13 \cdot 10^{-3}$ м³/кг), чему соответствовало равновесное давление $P_p^{H_2} = 5.8 \cdot 10^{-4}$ Па. Парциальные давления компонентов водорода H , H_2 , H_3 в сумме составляет около 95 %. Присутствие в спектре масс 18 (1.0 %), 27 (0.4 %), 29 (0.4 %), 42 (0.6 %) и других показывает присутствие в напускаемом водороде марки Ч довольно больших примесей паров воды и углеводов.



m/e	Символ	Парциальное давление, Па	Соотношение, %
1	H^+	$1.6 \cdot 10^{-4}$	3.2
2	H_2^+	$4.3 \cdot 10^{-3}$	88.4
3	H_3^+	$1.7 \cdot 10^{-4}$	3.5
4	He^+	$1.1 \cdot 10^{-5}$	0.2
16	CH_4^+	$7.2 \cdot 10^{-6}$	0.15
17	OH^+	$1.7 \cdot 10^{-5}$	0.35
18	H_2O^+	$4.7 \cdot 10^{-5}$	1.0
27	$C_2H_3^+$	$1.9 \cdot 10^{-5}$	0.39
28	$CO^+ + N_2^+$	$1.8 \cdot 10^{-5}$	0.36
29	$C_2H_5^+$	$1.8 \cdot 10^{-5}$	0.36
40	Ar^+	$3.7 \cdot 10^{-6}$	0.08
41	$C_3H_3^+$	$8.3 \cdot 10^{-6}$	0.17
42	$C_3H_6^+$	$3.0 \cdot 10^{-5}$	0.61
43	$C_3H_7^+$	$1.2 \cdot 10^{-5}$	0.25
44	CO_2^+	$1.3 \cdot 10^{-5}$	0.27

$P_n^{H_2} = 4.9 \cdot 10^{-3}$,
 $P_p^{H_2} = 5.8 \cdot 10^{-4}$ Па
 $a^{H_2} = 9.6 \cdot 10^{-3}$ н. м³
 $(2.16 \cdot 10^3 \text{ м}^3 \cdot \text{Па}/\text{кг})$.

Рис. 7. Масс-спектр газов при откачке сорбционным насосом при $T_a = 50$ К водорода при давлении напуска $P_n^{H_2} = 4.9 \cdot 10^{-3}$ Па после предварительно адсорбированного насосом 9.6×10^{-3} н. м³ ($2.13 \cdot 10^{-3}$ м³/кг) водорода, чему соответствовало $P_p^{H_2} = 5.8 \cdot 10^{-4}$ Па.

На рис. 8 приведен масс-спектр остаточных газов в рабочей камере, откачанной сорбционным насосом при $T_a = 50$ К после адсорбции им 0.15 н. м³ ($3.32 \cdot 10^{-2}$ м³/кг) аргона марки Ч. Равновесное суммарное давление в камере при этом было $P_p = 8.7 \cdot 10^{-5}$ Па при парциальном давлении Ar $P_p^{Ar} = 1.1 \times 10^{-5}$ Па. Как видно из рис. 8, после напусков такого аргона на стенках камеры и датчика масс-спектрометра оказалось адсорбировано сравнительно большое количество углеводов, дающих в спектре целый набор осколков с массами 15, 16, 27, 29, 39, 41, 43, 56, 57, 76 и др., составляющими более 57 %. Парциальные давления адсорбированного Ar и накопленного неадсорбируемого Ne ($m=20$), который всегда присутствует в малых количествах в аргоне, составляют всего лишь 12.7 и 16.2 % от суммарного давления соответственно.

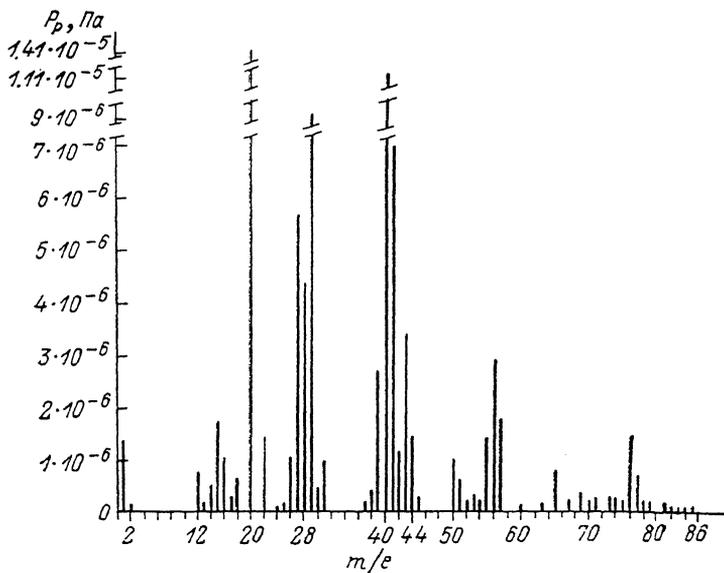
Выводы

На основании результатов исследований можно сделать следующие выводы.

1. Для многих задач полностью безмасляной откачки до $P = 10^{-5} \div 10^{-7}$ Па гелиевые конденсационные и конденсационно-сорбционные насосы можно эффективно использовать, охлаждая их криопанель вместо жидкого гелия твердым N_2 до $T_a \leq 50$ К, на которой предварительно сконденсированы при $T_k \leq 77.4$ К газовые криосорбенты с упругостью пара при $T_k P_0^T < 10^{-11}$ Па,

например такие, как пары H_2O , CCl_4 , C_2H_5OH , и некоторые другие. Такие конденсаты толщиной 10^5-10^6 монослоев обладают на 3—4 порядка большей сорбционной способностью, чем гладкая металлическая поверхность.

2. Сорбционная откачка насыщенными адсорбентами, например активным углем, при $T_a \leq 50$ К оказывается существенно более эффективной, чем при $T_a = 77.4$ К. При этом сорбционная способность угля при одних и тех же равновесных давлениях адсорбированных газов в диапазоне $10^{-3}-10^{-7}$ Па возрастает на 2—5 порядков.



m/e	Символ	Парциальное давление, Па	Соотношение, %	m/e	Символ	Парциальное давление, Па	Соотношение, %
1	H_3^+	$1.4 \cdot 10^{-6}$	1.6	40	Ar^+	$1.1 \cdot 10^{-6}$	12.7
2	H_2^+	$1.0 \cdot 10^{-7}$	0.12	41	$C_3H_3^+$	$7.0 \cdot 10^{-6}$	8.0
15	CH^+	$1.8 \cdot 10^{-6}$	2.08	43	$C_2H_7^+$	$3.4 \cdot 10^{-6}$	3.9
18	H_2O^+	$6.6 \cdot 10^{-7}$	0.76	44	CO_2^+	$1.5 \cdot 10^{-6}$	1.7
20	$Ne^+ + Ar^+$	$1.4 \cdot 10^{-5}$	16.2	56	$C_4H_8^+$	$3.0 \cdot 10^{-6}$	3.4
27	$C_2H_3^+$	$5.7 \cdot 10^{-6}$	6.6	57	$C_4H_9^+$	$1.7 \cdot 10^{-6}$	2.0
28	$CO^+ + N_2^+$	$4.4 \cdot 10^{-6}$	5.0	76	C_6H_4	$1.5 \cdot 10^{-6}$	1.7
29	$C_2H_5^+$	$9.0 \cdot 10^{-6}$	10.3				
39	$C_3H_3^+$	$2.7 \cdot 10^{-6}$	3.1				

$p_p = 8.7 \cdot 10^{-5}$ Па, $a_{Ar} = 0.15$ н.м³ ($3.36 \cdot 10^3$ м³·Па/кг).

Рис. 8. Масс-спектр остаточных газов в камере, откачанной сорбционным н. м³ насосом при $T_a = 50$ К после адсорбции им 0.15 н. м³ ($3.32 \cdot 10^{-2}$ м³/кг) аргона марки Ч.

3. Созданный сорбционный насос, охлаждаемый твердым азотом, двухполостной конструкции с теплопритоками к сорбирующему элементу менее 0.4 Вт дает возможность эксплуатировать насос в непрерывном режиме не менее месяца без отогрева адсорбента от 50 до 77.4 К.

4. Исследования сорбционной способности насоса при $T_a \leq 50$ К и его динамических характеристик показывают высокую эффективность использования насоса для откачки высоко- и сверхвысоковакуумных камер технологических установок и установок с плазмохимическими циклами обработки изделий в больших потоках как инертных газов, так и агрессивных. Криосорбционный насос, охлаждаемый твердым азотом рассмотренной конструкции может со значительным экономическим эффектом заменить современные масляные средства откачки, применяемые в настоящее время при плазмохимической технологии.

Литература

- [1] Ларин М. П. ЖТФ, 1985, т. 55, № 3, с. 449—467.
- [2] Ларин М. П. ПТЭ, 1983, № 6, с. 128—132.
- [3] Ларин М. П. А. с. 1084486 (СССР). — Оpubл. в Б. И., 1984, № 13.
- [4] Бендер Е. Д., Блинов Г. А. В кн.: «Физика и техника сверхвысокого вакуума» / Под ред. Г. Л. Саксаганского. Л.: Машиностроение, 1968, с. 41—47.
- [5] Ларин М. П. Автореф. канд. дис. Л., 1985. 292 с.
- [6] Розанов Л. Н., Печатников М. Н., Ларин М. П. Электронная техника. Сер. 4. Электровакуумные и газоразрядные приборы, 1980, № 6 (83), с. 53—55.
- [7] Ларин М. П. Электронная техника. Материалы, 1980, № 5, с. 14—16.
- [8] ОСТ-11295. 021-74. Насосы и агрегаты вакуумные. ВНИИ Электронстандарт, 1975. 23 с.

Научно-техническое объединение
Институт аналитического приборостроения
АН СССР
Ленинград

Поступило в Редакцию
26 июля 1987 г.
В окончательной редакции
20 июня 1988 г.
