

Академик АН УССР Б. Г. ЛАЗАРЕВ, В. И. МАКАРОВ,
В. М. АЖАЖА, А. Л. ДОНДЕ, П. Н. ВЬЮГОВ, А. А. САНЬКОВ

ВЫСОКОВАКУУМНАЯ УСТАНОВКА С КРИОГЕННОЙ ОТКАЧКОЙ НА ФОРВАКУУМНОЙ И ВЫСОКОВАКУУМНОЙ СТУПЕНЯХ

Проблема получения предельно чистых металлов предъявляет особые требования к чистоте вакуума. Наиболее распространенные методы откачки вакуумных систем с использованием вакуумных масляных насосов являются мало пригодными при получении металлов особой чистоты из-за большого количества углеродсодержащих компонент в остаточном газе (1-3).

В настоящей работе приведено описание установки для зонной плавки металлов, в которой на всех ступенях откачки (от форвакуума до предельно высокого вакуума) полностью исключены масляные насосы благодаря использованию специально разработанных адсорбционно-конденсационных насосов (3-6).

Установка (рис. 1) состоит из следующих узлов: рабочей камеры 4, высоковакуумного адсорбционно-конденсационного насоса 3, системы предварительной откачки 1, 2, блока измерений спектра и давлений остаточных газов 5. Рабочая камера представляет собой цилиндр диаметром 300 мм и высотой 550 мм. В камеру через сильфон введен механизм 6 перемещения электронной пушки, позволяющий перемещать расплавленную ленту на расстояние 180 мм и регулировать скорость перемещения зоны от 0,01 мм/мин до 25 см/мин. Для удобства наладки установки верхняя и нижняя ее части могут уплотняться как резиновым, так и металлическими уплотнениями. Корпус установки выполнен из нержавеющей стали.

Для защиты от излучения охлаждаемых частей насоса используются жалюзийные экраны, охлаждаемые водой, жидким азотом и жидким водородом. Система экранов рассчитана для работы с тепловыми нагрузками до 10 кВт (7).

Без тепловой нагрузки расход насосом жидкого гелия составляет 50—60 см³/час, жидкого водорода 100—120 см³/час, жидкого азота 100—120 см³/час. При тепловой нагрузке 2—3 кВт расход низкотемпературных жидкостей практически не изменяется благодаря наличию водоохлаждаемого экрана.

Скорость откачки высоковакуумного адсорбционно-конденсационного насоса при давлении $5 \cdot 10^{-7}$ тор по воздуху 1530 л/сек, по водороду 5500 л/сек.

Для создания в установке предварительного разрежения $5 \cdot 10^{-4}$ тор служит система предварительной откачки: двух азотных адсорбционных насосов, сорбентами которых служит силикагель и активированный древесный уголь и угольный адсорбционный насос, охлаждаемый жидким водородом (рис. 1).

Вакуум в системе измерялся манометрическим датчиком ИМ-12, состав остаточных газов определялся масс-спектрометром омегатронного типа (ИЦДО-1).

Проводились измерения спектров остаточных газов после предварительного прогрева стенок установки до температуры 70° С.

Исследовалось три режима работы адсорбционно-конденсационного насоса.

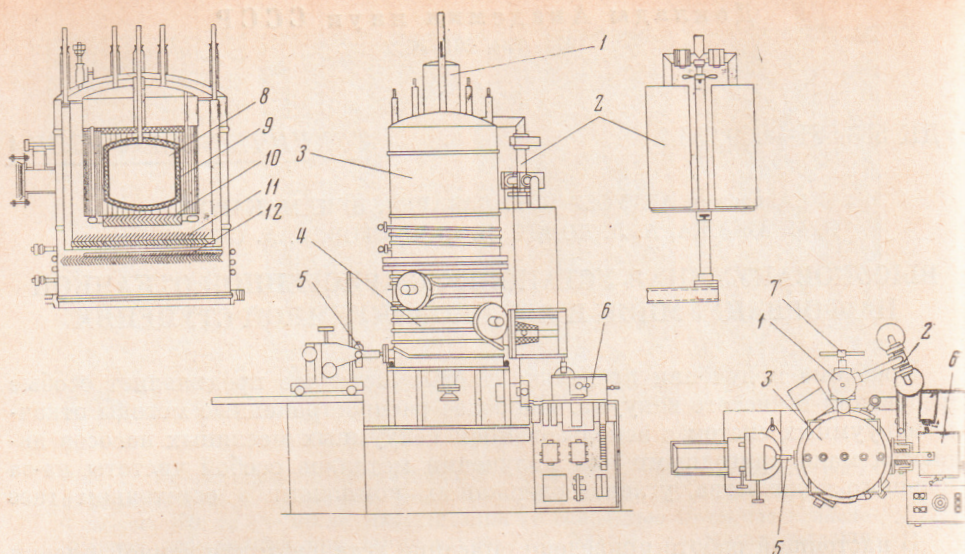


Рис. 1. Схема установки для зонной плавки металлов в безуглеродном вакууме: 1 — форвакуумный водородный адсорбционный насос, 2 — форвакуумные азотные адсорбционные насосы (сорбенты уголь и цеолит), 3 — сверхвысоковакуумный адсорбционно-конденсационный насос с азотным экраном, 4 — рабочая камера, 5 — блок измерения парциальных давлений остаточных газов в рабочей камере, 6 — механизм перемещения электронной пушки, 7 — прогреваемый клапан, 8, 9 — гелиевый адсорбционно-конденсационный насос, 10 — водородный адсорбционно-конденсационный насос, 11 — азотный экран с жалюзи, 12 — жалюзи с водяным охлаждением для снятия тепловой нагрузки

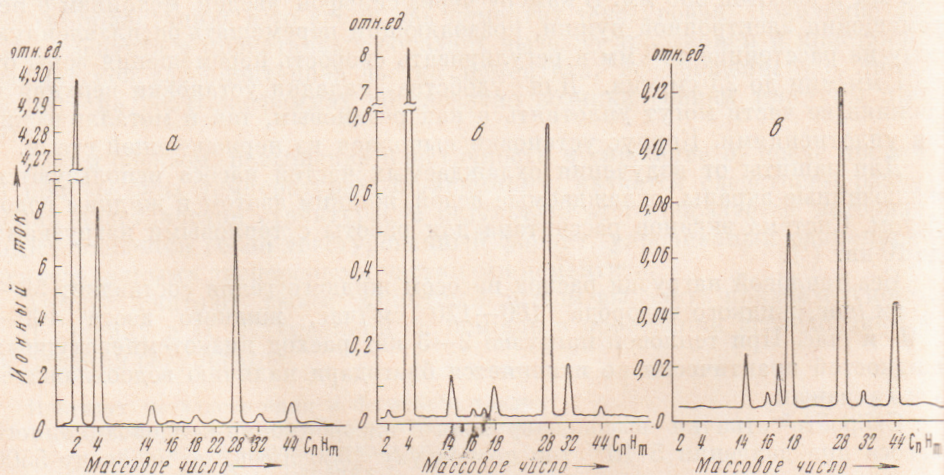


Рис. 2. Спектр остаточных газов в рабочей камере. а — при наличии жидкого азота в гелиевом и водородном адсорбционно-конденсационном насосах и азотном экране, $p = 6 \cdot 10^{-6}$ тор; б — при заливке водорода в гелиевый и водородный адсорбционно-конденсационные насосы и азота в азотный экран, $p = 8 \cdot 10^{-7}$ тор; в — при заливке гелия и водорода в адсорбционно-конденсационный насос и азота в азотный экран, $p = 2 \cdot 10^{-9}$ тор

1) Жидкий азот в адсорбционно-конденсационном гелиевом и водородном насосах и азотном экране. Предельное разрежение достигается в камере через 3 часа после заливки азота и составляет $6 \cdot 10^{-6}$ тор. Как видно из рис. 2а, спектр остаточных газов состоит в основном из компонент с массами 2; 4 и 28. Разрежение ограничивается парциальным давлением водорода, которое значительно больше, чем сумма парциальных давлений

и остальных компонент. Некоторое количество углеводородов в спектре связано с недостаточным прогревом камеры и гажением резинового уплотнения между камерой и адсорбционно-конденсационным насосом.

2. Жидкий водород в адсорбционно-конденсационном гелиевом и водородном насосах, а в экране — жидкий азот. Предельное разрежение в системе равно $7 \cdot 10^{-8}$ тор определяется в основном парциальным давлением гелия (рис. 2б), который слабо адсорбируется углем при азотном и водородном охлаждении ⁽⁸⁾. Парциальное давление тяжелых углеводородов выводится на уровне фона.

3. Жидкие гелий и водород в адсорбционно-конденсационных насосах, а в экране — азот. Спектр остаточных газов в этом случае (рис. 2в) изменяется значительно. Пики водорода и гелия снизились до уровня фона. В этих условиях было получено разрежение в рабочей камере с $2 \cdot 10^{-9}$ тор при наличии резинового уплотнения.

Эффективность установки, практически избавленной от углеродсодержащих компонент в остаточном газе, отчетливо демонстрируется в экспериментах по зонной очистке циркония. Как известно, этот металл крайне чувствителен к составу остаточных газов и практически не подвергается глубокой очистке в вакуумных устройствах с применением обычных паромасляных насосов ⁽⁹⁾. В нашей установке в первых же опытах после 3—4 проходов зоны был получен цирконий с остаточным сопротивлением $\rho = R_{4,20\text{K}}/R_{300\text{K}} = 5\text{--}6 \cdot 10^{-3}$ при исходном цирконии с остаточным сопротивлением $2 \cdot 10^{-2}$. Таким образом, при использовании сравнительно грязного исходного металла был получен цирконий, мало отличающийся по чистоте от рекордно чистого, описанного в работе ⁽¹⁰⁾, хотя там в качестве исходного был применен значительно более чистый металл.

Физико-технический институт
Академии наук УССР
Харьков

Поступило
27 XII 1971

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ Internationals Symposium. Reinstoffe in wissenschaft and Technik, Dresden, 28 September — 2 October, 1965. ² Л. Н. Рябчиков, П. Н. Вьюгов, ФХОМ, № 1, 85 (1971). ³ Б. Г. Лазарев, М. Ф. Федорова, ЖТФ, 27, в. 7, 862 (1959). ⁴ Б. Г. Лазарев, Е. С. Боровик и др., УФЖ, 2, № 2, 175 (1957); Е. С. Боровик, Б. Г. Лазарев, М. Ф. Михайлов, Атомная энергия, 8, 117 (1959). ⁵ А. Л. Донде, Приборы и техн. эксп., № 5, 240 (1967). ⁶ А. Л. Донде, Там же, № 1, 141 (1969). ⁷ Е. С. Боровик, Ф. И. Бусол, В. А. Коваленко, ЖТФ, 33, в. 1, 100 (1963). ⁸ М. Ф. Федорова, Сборн. статей, Физика и техника сверхвысокого вакуума, Л., 1968, стр. 10. ⁹ В. М. Амоненко, В. М. Ажажа и др., Металлургия и металловедение чистых металлов, в. 8 (1971). ¹⁰ J.-P. Langeron, C. R., 259, 4671 (1964).