

Fyzikální praktikum 4

Vakuová fyzika: Kalibrace Piraniho manometru, odpařování do vakua

Úkoly

1. Sestavte jednoduchou vakuovou aparaturu vhodnou pro následující úkoly.
2. Změřte parametry Piraniho manometru a pomocí kalibrovaného kombinovaného manometru proveďte kalibraci Piraniho měřky pro měření tlaku vzduchu.
3. Předpovězte, jak se bude Piraniho manometr chovat v jiném plynu (Ar) a svoji předpověď ověřte.
4. Změřte závislost teploty varu kapaliny (kapalného dusíku) na tlaku a určete skupenské teplo varu kapaliny.

Pomůcky

- rotační olejová vývěva. **Ihned po vypnutí je vývěvu třeba zavzdušnit. Vývěva nesmí dlouhodobě pracovat proti vysokému tlaku.**
- těsněný skleněný zvon s elektrickými průchodkami
- vakuová vedení a spoje (použity jsou tzv. KF přírubby spojované pomocí distančních a těsnících kroužků a spon)
- kalibrovaný kombinovaný Pirani a piezo manometr
- nekalibrovaný Piraniho manometr. **Proud manometrem nesmí překročit 140 mA. Vyhřívané vlákno manometru nesmí viditelně žhnout!**
- stabilizovaný zdroj stejnosměrného napětí, vodiče, multimetry
- termočlánekový teploměr
- kádinky
- kapalný dusík

Druhy proudění plynu

Za velmi nízkého tlaku je plyn tak řídký, že se molekuly plynu vzájemně téměř nesráží a mnohem častěji se srážejí se stěnami aparatury a jinými pevnými povrchy. Proudění plynu za takovýchto podmínek nazýváme molekulárním a dochází k němu, pokud je tzv. Knudsenovo číslo $K_n = \lambda/L$ (λ je střední volná dráha molekul plynu a L je charakteristická vzdálenost stěn aparatury) menší než jedna. V čistě molekulárním proudění ($K_n \gg 1$) se setkáváme např. s tím, že ze směsi více plynů je každý plyn odčerpáván vývěvou jinak rychle, přenos tepla mezi dvěma povrchy prakticky nezávisí na vzdálenosti povrchů nebo s tím, že tření plynu a pevného povrchu nezávisí na vnitřní viskozitě plynu.

Pro $K_n \ll 1$ mluvíme o viskózním proudění. Kinetické procesy v plynu (proudění, difúze, vedení tepla...) jsou řízeny vzájemnými srážkami molekul plynu, směs plynů proudí jako jeden

celek, rychlost proudění závisí na viskozitě plynu. Při nízké rychlosti je proudění laminární, nedochází tedy k tvorbě vírů, při vysoké rychlosti proudění přechází do turbulentního režimu. Hranici mezi laminárním a turbulentním prouděním určuje Reynoldsovo číslo $R_e = vL/\nu$ (v je rychlost proudění, L je charakteristický rozměr proudu či obtékané překážky, ν je kinematická viskozita plynu), při nízkých hodnotách Reynoldsova čísla je proudění laminární, pro $R_e \gg 1$ se proudění stává turbulentním. Turbulence mívají velký vliv na proudění plynu za atmosférického tlaku, ve vakuové fyzice je ale jejich vliv často zanedbatelný.

Zkusíte si před přečtením následující kapitoly odhadnout, jak bude tepelná vodivost plynu záviset na tlaku v molekulárním a jak v laminárním režimu proudění plynu?

Tepelná vodivost plynu

Představme si v plynu dvě rovnoběžné roviny (může jít o myšlené roviny nebo např. o povrchy dvou rovnoběžných desek), přičemž v místě první roviny má plyn teplotu T_1 a v místě druhé roviny teplotu T_2 . V následujícím textu ukážeme, jaký bude tok tepla mezi rovinami, pokud proudění plynu mezi rovinami bude mít molekulární charakter.

Hustotu toku tepla od první roviny směrem ke druhé rovině můžeme popsat rovnicí

$$\Gamma_1 = \int_0^{\infty} \frac{1}{4} f(v) v E(v) dv, \quad (1)$$

kde v je velikost rychlosti molekul plynu, $f(v)$ je rozdělovací funkce velikosti rychlosti molekul plynu a $E(v)$ je energie, kterou nese jedna molekula plynu. V případě jednoatomového plynu platí

$$E = \frac{1}{2}mv^2,$$

víceatomové molekuly mohou přenášet energii i ve formě rotací a vibrací. Člen $\frac{1}{4}vf(v)dv$ vyjadřuje hustotu toku molekul plynu od první ke druhé rovině pro molekuly s rychlostmi v intervalu $\langle v, v+dv \rangle$ ¹. Vynásobením tohoto členu energií, kterou každá molekula nese, a následnou integrací přes všechny rychlosti dostáváme hustotu toku energie, kterou molekuly plynu v místě první roviny odnášejí směrem ke druhé rovině, tedy vztah (1). Protože proudění je molekulární a molekuly se během letu směrem k druhé rovině nesráží, bude tato energie beze změny přenesena až k druhé rovině.

Pro jednoduchost spočítáme hustotu toku energie pro jednoatomový plyn. Pokud za rozdělovací funkci dosadíme Maxwellovo rozdělení velikosti rychlosti

$$f(v) = N4\pi \left(\frac{m}{2\pi kT} \right)^{\frac{3}{2}} v^2 e^{-\frac{mv^2}{2kT}} \quad (2)$$

(N je koncentrace molekul plynu, m je hmotnost molekul a k Boltzmannova konstanta), dostáváme integrál

$$\Gamma_1 = N \frac{m}{8} 4\pi \left(\frac{m}{2\pi kT} \right)^{\frac{3}{2}} \int_0^{\infty} v^5 e^{-\frac{mv^2}{2kT}} dv$$

¹ Tíše jsme předpokládali, že rozdělovací funkce rychlosti je izotropní, tj. že nezávisí na směru rychlosti, což samozřejmě není stoprocentně přesné. Hustotu toku částic s koncentrací N a izotropně rozloženou rychlostí o velikosti v lze spočítat např. integrálem

$$\frac{\int_0^{\frac{\pi}{2}} N v \cos(\vartheta) 2\pi v^2 \sin(\vartheta) d\vartheta}{\int_0^{\pi} 2\pi v^2 \sin(\vartheta) d\vartheta} = \frac{1}{4}Nv,$$

kde $v \cos(\vartheta)$ je složka rychlosti ve směru osy z (viz obr. 1) a $2\pi v^2 \sin(\vartheta)d\vartheta$ je velikost infinitezimální plochy zvýrazněné na obr. 1 pro molekuly letící pod úhlem $\vartheta \in \langle \vartheta; \vartheta+d\vartheta \rangle$. V čitateli zlomku se integruje pouze do $\pi/2$, protože molekuly letící pod úhlem $\vartheta > \pi/2$ letí na opačnou stranu. Pokud jsou rovnoběžné roviny reprezentovány pevnými povrchy, od kterých se molekuly plynu odráží, je na místě vynásobit výsledek dvěma.

což s využitím

$$\int_0^{\infty} x^5 e^{-ax^2} dx = \frac{1}{a^3}$$

vede ke

$$\Gamma_1 = N \sqrt{\frac{2}{\pi m}} (kT_1)^{3/2} = p \sqrt{\frac{2kT}{\pi m}}, \quad (3)$$

kde p je tlak plynu.

Kromě molekul letících od první roviny ale energii nesou i molekuly letící opačným směrem (hustotu toku energie nesenou molekulami od druhé roviny označíme Γ_2), takže výslednou hustotu toku tepla musíme počítat jako rozdíl $\Gamma = \Gamma_1 - \Gamma_2$. Pro malý rozdíl teplot $\Delta T = T_1 - T_2$ dostaneme diferencováním

$$\Gamma = p \sqrt{\frac{k}{2\pi m T}} \Delta T. \quad (4)$$

Pro víceatomové molekuly musíme do výpočtu zahrnout i energii rotací a vibrací², což vede k výsledku

$$\Gamma = p \sqrt{\frac{k}{2\pi m T}} \frac{\gamma + 1}{4(\gamma - 1)} \Delta T, \quad (5)$$

γ je Poissonova konstanta. Pokud se počítá tepelná vodivost mezi dvěma pevnými povrchy, je třeba pravou stranu vztahu (5) vynásobit faktorem $2a$:

$$\Gamma = p a \sqrt{\frac{2k}{\pi m T}} \frac{\gamma + 1}{4(\gamma - 1)} \Delta T. \quad (6)$$

Jak je zmíněno v poznámce¹, faktor 2 je způsoben tím, že po odrazu od povrchu k přenosu tepla přispějí i molekuly letící původně opačným směrem. a se nazývá koeficient akomodace a vyjadřuje skutečnost, že molekuly plynu se při odrazu od pevného povrchu nemusí dostat do úplné tepelné rovnováhy s povrchem a že jejich rozdělení rychlosti po odrazu bývá neizotropní. Molekuly se mohou jednoduše odrazit nebo na povrchu po nějakou dobu ulpět, což má na koeficient akomodace samozřejmě vliv.

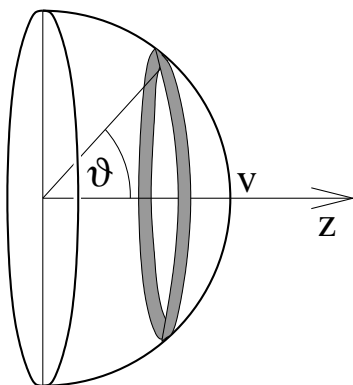
Vidíme tedy, že tepelná vodivost plynu v molekulárním režimu je přímo úměrná tlaku plynu, klesá s hmotností molekul a závisí také na Poissonově konstantě plynu. Výsledek je to logický, protože s rostoucím tlakem roste počet molekul přenášejících energii, zatímco s rostoucí hmotností molekul klesá jejich rychlost a tedy i rychlost přenosu tepla. Stojí za povšimnutí, že v čistě molekulárním režimu nezávisí přenos tepla mezi dvěma deskami na jejich vzdálenosti.

Když se ale s růstem tlaku dostaneme do laminárního režimu proudění, začnou tepelnou vodivost omezovat vzájemné srážky molekul plynu. S rostoucím tlakem sice bude stále narůstat počet nosičů energie, jejich střední volná dráha ale bude nepřímo úměrná tlaku, takže pokud proudění plynu není ovlivněno konvekcí, tak výsledná tepelná vodivost v laminárním režimu na tlaku nezávisí. Platnost vztahu (5) je možné rozšířit do přechodové oblasti mezi molekulárním a laminárním prouděním tak, že tlak p nahradíme funkcí

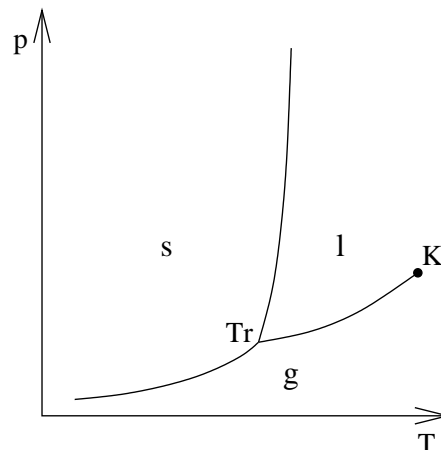
$$F(p) = \frac{\Psi p}{\Psi + p},$$

kde Ψ je konstanta vyjadřující přibližný tlak, při kterém dochází k přechodu mezi režimy proudění.

² Toto přibližné započítání vlivu vibrací a rotací je založeno na úvaze, že vnitřní energie plynu je $\frac{NkT}{\gamma-1}$ a protože kinetické energii translačního pohybu molekul odpovídá $\frac{3}{2}NkT$, připadá průměrně na vibrace a rotace jedné molekuly energie $kT \frac{5-3\gamma}{2(\gamma-1)}$.



Obrázek 1: Náčrtek k odvození hustoty toku částic.



Obrázek 2: Jednoduchý fázový diagram. *s* značí pevnou fází, *l* kapalnou a *g* plynou, *Tr* je trojný bod, *K* je kritický bod. *T* je teplota, *p* tlak.

Tepelné manometry, Piraniho měrka

Závislost tepelné vodivosti plynu na tlaku se dá použít k měření tlaku pomocí tepelných manometrů. Srdcem tepelných manometrů je element vyhříváný elektrickým proudem na teplotu podstatně vyšší než je teplota okolí a pomocí rychlosti odvodu tepla z vyhříváného elementu se stanoví tlak plynu. Nejčastěji se používají zapojení, kdy je citlivý element vyhříváný na konstantní teplotu (často v můstkovém zapojení) a měří se výkon potřebný k vyhřívání elementu, nebo kdy manometrem prochází konstantní proud či je na manometr připojeno konstantní napětí a měří se teplota elementu. Podle způsobu měření teploty se tepelné manometry dělí na odporové, termočláňkové, termistorové a manometry s bimetalovým prvkem. Tepelné manometry se většinou používají v rozsahu tlaků 0.01 Pa až 10^4 Pa. Dolní hranice je daná tlakem, při kterém odvod tepla plynem z vyhříváného elementu je zanedbatelný ve srovnání s ostatními mechanizmy odvodu tepla. Horní hranice je daná tlakem, při kterém tepelná vodivost plynu přestává záviset na tlaku. Díky vlivu konvekce je ale možné měřit i poměrně vysoké tlaky, někdy až do blízkosti jedné atmosféry. Nevýhodami tepelných manometrů je nízká přesnost a skutečnost, že tepelná vodivost plynu závisí na druhu plynu a proto musí být pro různé plyny použity různé kalibrační křivky. Odvod tepla z citlivého elementu je dále závislý i na teplotě aparatury a vakuové historii manometru.

Piraniho manometr je odporový tepelný manometr, kde funkci vyhříváného elementu má tenké kovové vlákno vyhříváné průchodem elektrického proudu. Vlákno je vyhříváné na teplotu T výkonem

$$P_{dod} = UI$$

(U je napětí I el. proud). Z vlákna je teplo odváděno zejména třemi mechanizmy:

- Odvod tepla plynem: Odváděný výkon $P_p = K_p F(p) (T - T_0)$, kde T_0 je teplota okolí a K_p je konstanta. Za nízkých tlaků (v molekulárním proudění) je $F(p) = p$.
- Vedení tepla kontakty: $P_k = K_k (T - T_0)$
- Odvod tepla zářením: $P_z = K_z (T^4 - T_0^4)$.

Teplota vlákna se měří pomocí jeho odporu, který závisí na teplotě podle vztahu $R = R_1 [1 + \alpha(T - T_1)]$, α je teplotní součinitel elektrického odporu. V rovnováze platí

$$P_{dod} = P_p + P_k + P_z,$$

což po kalibraci manometru umožňuje spočítat hodnotu funkce F a tedy i kýžený tlak.

Clausiova-Clapeyronova rovnice

Při snižování tlaku dochází ke změně teploty fázových přechodů, což je dobře vidět na tzv. fázovém diagramu, viz obr. 2. Diagram je tvořený křivkami fázových rozhraní. Na těchto křivkách jsou dvě různé fáze téže látky v termodynamické rovnováze. To znamená, že Gibbsova energie $G = U + pV - TS$ vztážená na jednu částici látky (nebo na jeden mol či jiné množství) musí být na křivce fázového rozhraní pro obě fáze stejná. Tato skutečnost umožňuje jednoduše spočítat tvar křivek. Pro diferenciál Gibbsovy energie platí

$$dG = Vdp - SdT,$$

a protože na křivkách fázových rozhraní musí být tento diferenciál pro obě příslušné fáze látky stejný, musí platit

$$V_1 dp - S_1 dT = V_2 dp - S_2 dT,$$

kde V_1 a V_2 jsou objemy obou fází, S_1 a S_2 jsou entropie obou fází, všechny čtyři veličiny jsou vztážené na nějaký počet částic látky, může jít např. o molární objemy a molární entropie. Pokud označíme $\Delta V = V_1 - V_2$ a $\Delta S = S_1 - S_2$, dostáváme pro tvar křivky fázového rozhraní tzv. Clausiovu-Clapeyronovu rovnici

$$\frac{dp}{dT} = \frac{\Delta S}{\Delta V} = \frac{L}{T \Delta V}, \quad (7)$$

kde L označuje (molární) skupenské teplo fázového přechodu.

Clausiova-Clapeyronova rovnice umožňuje lehce vysvětlit, proč má křivka tání mnohem prudší sklon než křivka vypařování nebo proč skutečnost, že molární objem ledu je větší než molární objem kapalné vody, vede k tzv. regulaci ledu, tj. jeho tání při zvýšení tlaku. Naopak z tvaru křivky fázového přechodu lze díky Clausiově-Clapeyronově rovnici u neznámé fáze látky stanovit změnu entropie fázového přechodu a z té odhadnout strukturu neznámé fáze. Např. tvar fázových rozhraní mezi různými fázemi ledu napovídá, zda u nízkoteplotní fáze došlo k pravidelnému uspořádání vodíkových atomů a pod.

Jednoduché řešení má Clausiova-Clapeyronova rovnice pro křivku vypařování. Protože objem plynu je většinou mnohem větší než objem kapaliny, je možné rozdíl objemů ΔV nahradit objemem plynu a pomocí stavové rovnice ideálního plynu $pV = nkT$ dostaneme

$$\frac{dp}{dT} = \frac{L_1 p}{k T^2} \quad (8)$$

$$p = K e^{-\frac{L_1}{kT}}, \quad (9)$$

kde L_1 je skupenské teplo varu vztážené na jednu částici a K je konstanta. Získaná rovnice (9) umožňuje předpovědět např. jaká bude teplota varu vody na horách nebo jak nízké teploty lze dosáhnout odpařováním kapalného helia.

Zpětnovazební regulace teploty Piraniho manometru

Při studiu Piraniho měrky je vhodné mít možnost rychle nastavovat teplotu (tj. odpor) jejího vlákna. Pokud bychom pouze nastavili napětí na manometru a čekali, až se proud manometrem ustálí, bylo by měření nepříjemně vleklé: např. skokové zvýšení napětí by sice vedlo k okamžitému nárůstu proudu, postupným ohřevem vlákna by ale rostl jeho odpor, což by vedlo k plynulému poklesu proudu. Díky konstantnímu napětí by byl v tomto případě ohřev vlákna relativně pomalý a ustalování rovnováhy zdlouhavé.

Při nastavování odporu Piraniho měrky proto budete mít možnost použít počítačem řízenou zpětnovazební regulaci napětí na manometru, konkrétně tzv. PID regulaci, při které je aktuální hodnota napětí nastavena na hodnotu

$$U(t) = P e(t) + I \left(\int_0^t e(t') dt' + a_0 \right) + D \frac{de(t)}{dt}, \quad (10)$$

kde e je tzv. „regulační odchylka“, tj. rozdíl mezi požadovanou a měřenou hodnotou odporu, P , I a D jsou parametry regulátoru, které je potřeba nastavit tak, aby regulace dobře fungovala. Ia_0 je počáteční hodnota napětí na manometru. V praxi bývá tato počáteční hodnota řízené „akční veličiny“ často nulová.

Význam prvního členu na pravé straně rovnice (10), tzv. proporcionální složky regulátoru (Pe), je zřejmý: Čím víc se měřený odpor vlákna odchyluje od požadované hodnoty, tím silněji na soustavu působíme akční veličinou (nastavovaným napětím). Je ovšem zřejmé, že pouze s proporcionální složkou by regulace prakticky nikdy trvale nedosáhla požadované hodnoty odporu – i kdyby bylo v některé chvíli požadované hodnoty dosaženo, napětí by se nastavilo na nulovou hodnotu a systém by optimální stav rychle opustil. Vyšší hodnota parametru P vede k rychlejšímu průběhu regulace. Ovšem příliš vysoká hodnota P vede u systémů s časovým zpožděním k rozkmitání soustavy. (Názorným příkladem může být vytápění místnosti: Při nízké teplotě v místnosti by kotel řízený pouze P -regulátorem s příliš vysokou hodnotou parametru P silně ohříval vodu v topení. Protože ale vytopení místnosti je zpožděné za zvýšením výkonu kotle, došlo by před dosažením požadované teploty místnosti ke zbytečnému přehřátí vody v topení, i po dosažení vhodné teploty by tedy do topení proudila příliš teplá voda a místnost by se přetopila. Kotel by následně silně omezil výkon a teplota místnosti by časem začala klesat. K výraznému zvýšení výkonu kotle by ale došlo až po vychladnutí místnosti pod požadovanou teplotu a vlivem zmíněného zpoždění by na nějaký čas místnost příliš vychladla. Děj by se opakoval a teplota v místnosti by nepřijemně oscillovala.)

Další člen PID regulace ($I \int_0^t e(t) dt$), tzv. integrační složka regulátoru, je narozdíl od P -složky schopen zajistit, aby teplota vlákna trvale dosáhla požadované hodnoty. (Tato složka regulátoru je velmi přirozená – představme si například, že naléváme čaj do hrnku a v prvním momentu se střelíme doleva od středu hrnku. Pozice ruky s konvičkou zde má význam akční veličiny, regulační odchylkou je vzdálenost místa dopadu čaje od středu hrnku. Přirozeně budeme posouvat ruku směrem doprava, přičemž rychlost posunu budeme snižovat s tím, jak se pozice dopadu čaje bude přibližovat středu hrničku. Stejně se chová i I -regulátor.) Samotný I -regulátor (bez ostatních složek) je ovšem relativně pomalý a při vysoké hodnotě parametru I snadno vede k nežádoucím oscilacím. Kombinace proporcionální a integrační složky (PI -regulátor) už ale dobře zvládá regulovat velké množství situací.

Derivační složka regulátoru ($D de(t)/dt$) umožňuje vyhodnocovat, jak rychle se systém blíží požadované hodnotě (a zabránit překmitu), nebo zda se od ní nezačíná vzdalovat. D -složka umožňuje předvídat vývoj regulované veličiny a rychle reagovat na vnější vlivy, které mohou systém vychýlit z dosažené rovnováhy (např. otevření okna optimálně vytopené místnosti). (Příkladem funkce D -složky je reakce řidiče, který jede nedaleko za jiným autem a kontroluje si vzdálenost mezi auty. Jestliže řidič prvního auta šlápne na brzdou, začne se vzdálenost aut rychle zkracovat a řidič druhého auta tedy zpozoruje velkou hodnotu derivace regulované veličiny. Ihned také sníží rychlost, a to i kdyby aktuální vzdálenost aut byla ještě o něco větší než běžně udržovaná vzdálenost.) D -složka se nepoužívá k regulaci samostatně, vždy je spojená s alespoň jednou z výše popsaných složek regulátoru. Praktickou nevýhodou derivační složky je její citlivost na šum.

Dobře nastavený PID regulátor, který může využívat všechny 3 popsané složky, je schopen uspokojivě regulovat i poměrně komplikované systémy. Nalezení optimálních hodnot regulátoru může být ale obtížné. Abyste si proto před vlastním praktikem mohli vyzkoušet regulaci Piraniho měřky, je ve studijních materiálech k dispozici funkce „pirani_PID_odpor.m“, která v prostředí Matlab nebo Octave simuluje průběh PID regulace odporu manometru podobného tomu, se kterým budete pracovat.