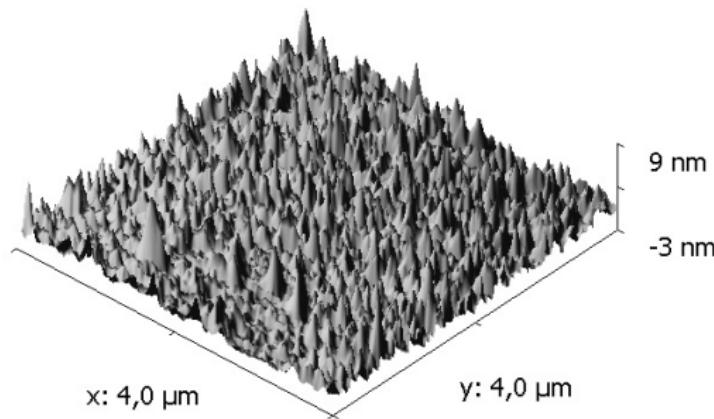


# Geometrický a skutečný povrch

Table 4.6.  
Ratio of physical (true) surface  $A_p$ , to geometric (apparent) surface  $A_g$

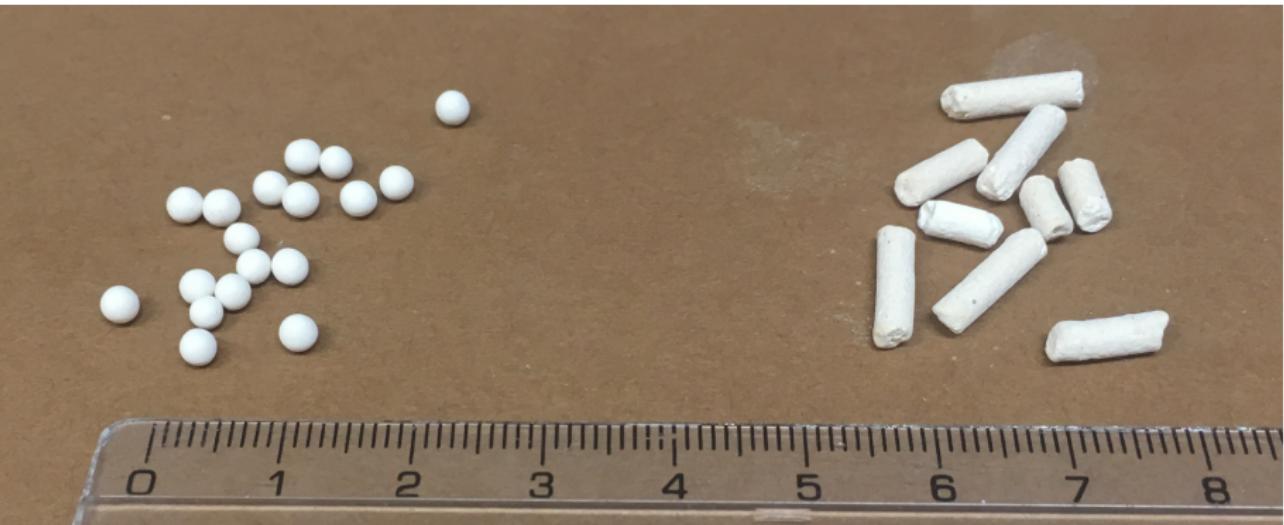
| Metal           | Surface/shape                     | $A_p/A_g$ | Reference                 |
|-----------------|-----------------------------------|-----------|---------------------------|
| Pt              | Bright foil                       | 2.2       | 1830                      |
|                 | Bright foil, acid cleaned, flame  | 3.3       |                           |
|                 | Platinized                        |           |                           |
| Ni              | Polished, new                     | 75        | Dushman (1949)            |
|                 | Polished, old                     | 9.7       |                           |
|                 | Oxidized and reduced              | 46        |                           |
|                 | Rolled, new                       | 5.8       |                           |
| Ag              | Freshly etched dilute nitric acid | 51        |                           |
|                 | Etched, after 20 hr.              | 37        |                           |
|                 | Finely sandpapered                | 16        |                           |
| Al              | Very thin foil                    | 6         | 900                       |
|                 | Anodically oxidized (20 $\mu$ )   |           |                           |
| Cu              | Plate (1 mm)                      | 14        | Schram (1963)             |
| Steel           | —                                 | 16        |                           |
| Stainless steel | Plate (1 mm)                      | 8         |                           |
| Mo              | Foil                              | 173       | Brennan and Graham (1965) |
| Ta              | Foil                              | 38        |                           |
| W               | Foil                              | 40        |                           |
| Ti              | Foil                              | 15        |                           |

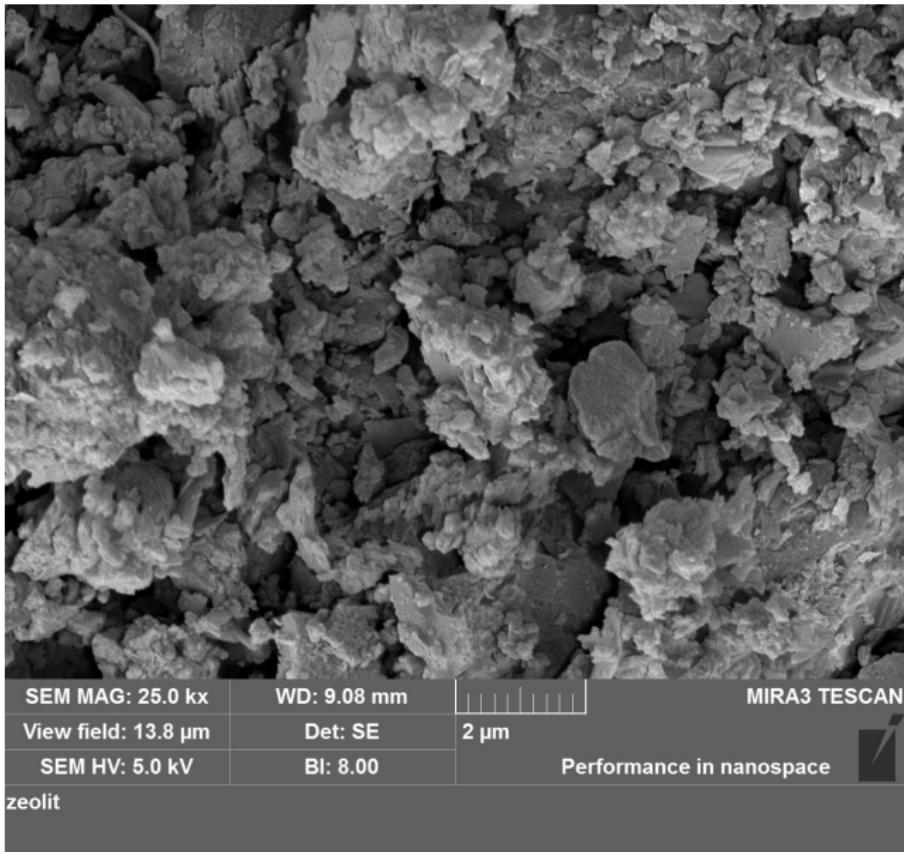
# Geometrický a skutečný povrch



# Sorbenty

- zeolity, molekulová síta - přírodní, umělé (až  $1000 \text{ m}^2/\text{g}$ )
- mikroporézní sklo
- aktivní uhlí ( $400 - 1500 \text{ m}^2/\text{g}$ )





SEM MAG: 25.0 kx

WD: 9.08 mm



MIRA3 TESCAN

View field: 13.8  $\mu\text{m}$

Det: SE

2  $\mu\text{m}$

SEM HV: 5.0 kV

Bl: 8.00

Performance in nanospace

zeolit

Tab. 4.14. Některé důležitější charakteristiky zeolitů a aktivních sorbentů

| Průměr kanálků (nm)           | 0,38   | 0,4         | 0,5        | 0,7                  | 0,9          | 1            | 1,8                  |
|-------------------------------|--|-------------|------------|----------------------|--------------|--------------|----------------------|
| Označení podle Lindeho        | 3,8A<br>(NaA)  | 4A<br>(NaA) | 5<br>(CaA) | mikroporézní<br>sklo | 10X<br>(CaX) | 13X<br>(nAX) | mikroporézní<br>sklo |
| Měrný sorpční povrch          | 700 – 800  |             |            | 100 – 200            | 1 050        |              | 100 – 200            |
| Zrnitost                      | granule o průměru 1,5<br>nebo 3 mm ( $0,7 \text{ kg l}^{-1}$ ) |             |            |                      |              |              |                      |
| Hustota (g cm <sup>-3</sup> ) | odplyněný 1,55,<br>vodou nasycený 2,0                          |             |            |                      |              |              |                      |
| Porozita (obj.%)              | 45   |             |            |                      | 51           |              |                      |

J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981

průměr kanálku udává max. průměr molekuly, která může přes mol. síto projít

| <b>plyn</b>      | <b>krit. průměr pórů [Å]</b> |
|------------------|------------------------------|
| H <sub>2</sub> O | 2,7                          |
| N <sub>2</sub>   | 3,6                          |
| O <sub>2</sub>   | 3,5                          |
| Ar               | 3,4                          |
| Kr               | 3,6                          |
| SF <sub>6</sub>  | 5,5                          |

| <b>typ mol. síta</b> | <b>H<sub>2</sub>O</b> | <b>vzduch</b> | <b>Ar/Kr</b> | <b>SF<sub>6</sub></b> |
|----------------------|-----------------------|---------------|--------------|-----------------------|
| 3 Å                  | ano                   | ne            | ne           | ne                    |
| 4 Å                  | ano                   | ano           | ano          | ne                    |
| 10 Å                 | ano                   | ano           | ano          | ano                   |

# Využití sorbentů

- vysušování: léky, přístroje,...
- vysušování: okna ( $3 \text{ \AA}$ )
- čištění plynů
- generátory dusíku
- ...

# Zeolitové vývěvy

- zeolity, molekulová síta - přírodní, umělé (až 1000 m<sup>2</sup>/g)
- typické chlazení pomocí LN<sub>2</sub>
- Přírodní zeolit:  
 $\text{CaNa}_2\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{12}\cdot 6\text{H}_2\text{O}$

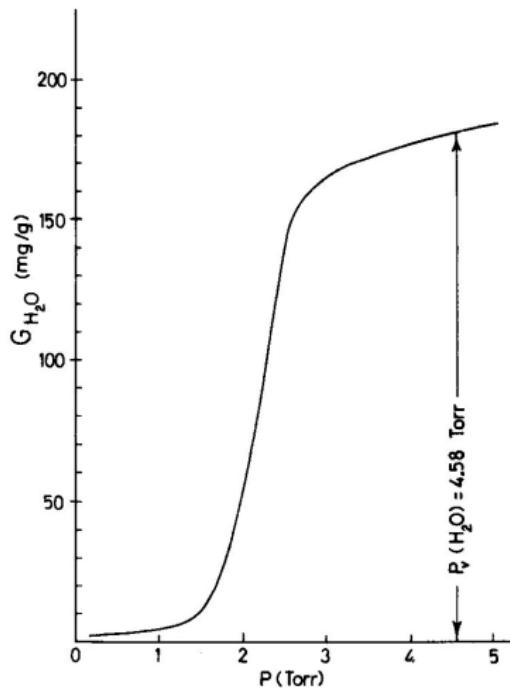


Fig. 4.25 Sorption of water vapour on charcoal at 0°C,  $G_{H_2O}$  —mg of water vapour, sorbed per gram of charcoal. After Dushman (1949).

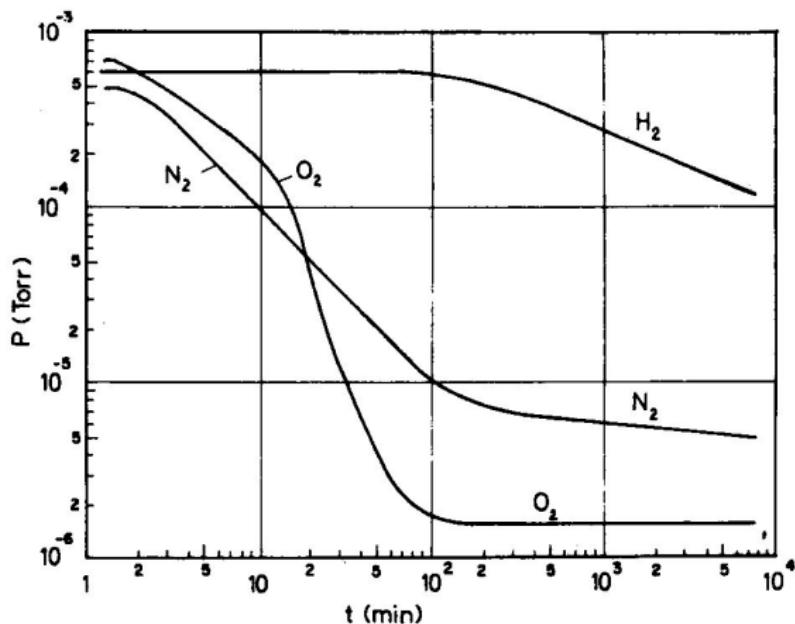


Fig. 4.26 Pressure against time curves on pumping  $H_2$ ,  $N_2$ ,  $O_2$  by a liquid air cooled charcoal trap. After Espe (1955).

A. Roth: Vacuum technology, Elsevier, 1990

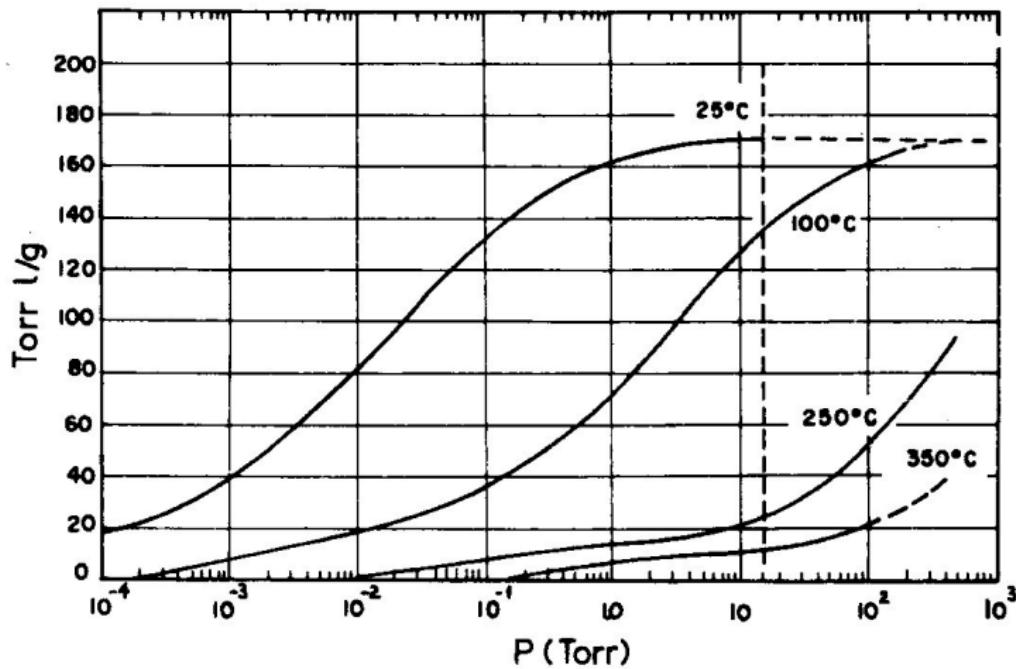
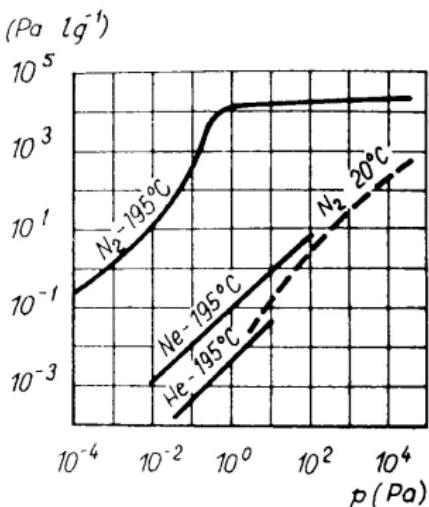
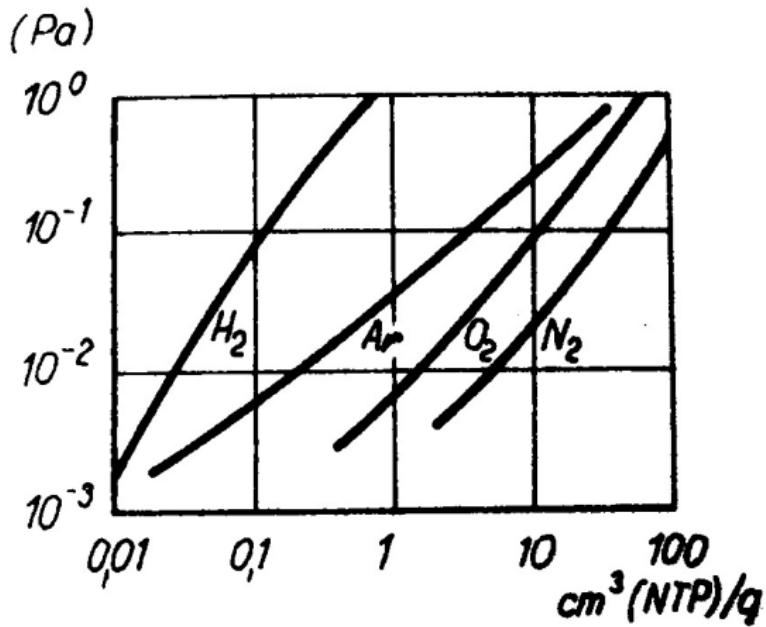


Fig. 4.27 Water vapour sorption by molecular sieve 5A.

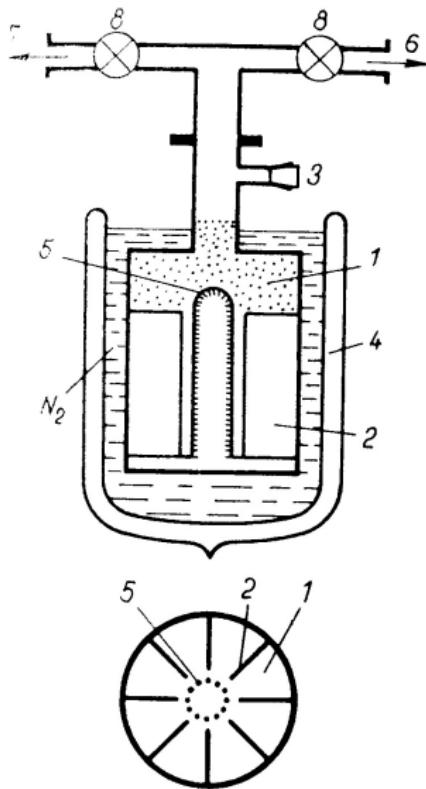


Obr. 4.106. Závislost množství plynů adsorbovaného na zeolitu typu 5A na pracovním tlaku  $p$  (podle Turnera a Feinleba, 1961): 293 K (čárkováně), 78 K (plně)

J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981



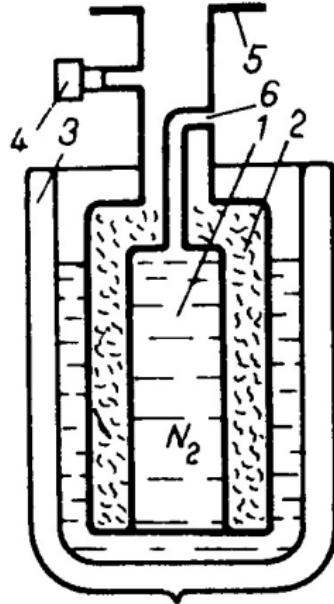
J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981  
 Závislost rovnovážného tlaku na množství adsorbovaného plynu,  
 zeolit 5A při teplotě 77 K



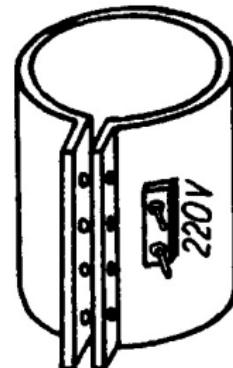
Obr. 4.108. Zeolitová vývěva  
 1 – zeolit; 2 – přepážky; 3 – přetlakový ventil; 4 – Dewarova nádoba; 5 – síška; 6 – potrubí k rotační vývěvě; 7 – potrubí k vakuovému systému; 8 – ventily; 9 – hrátko vývěvy z materiálu s malou tepelnou vodivostí (např. z nerezavějící oceli)

J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981

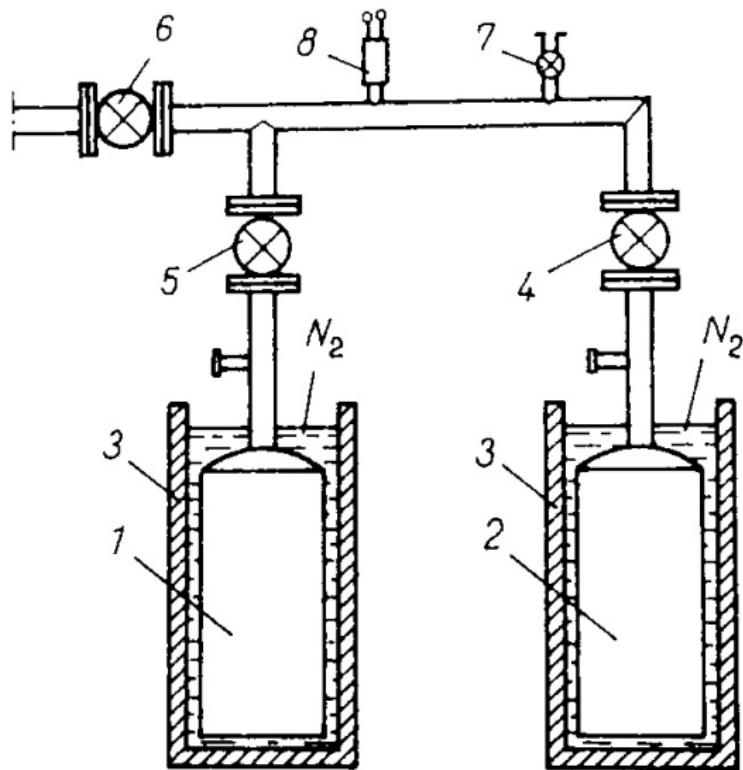
a)



b)



J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981

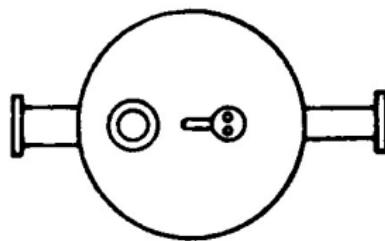
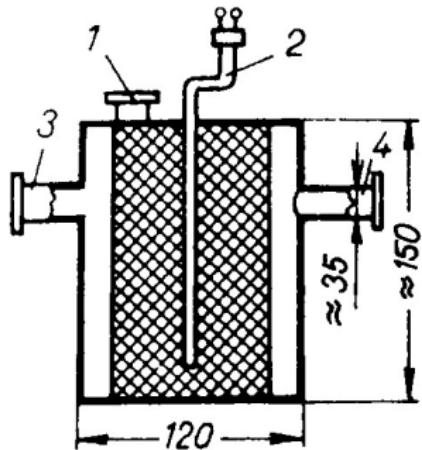


J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981

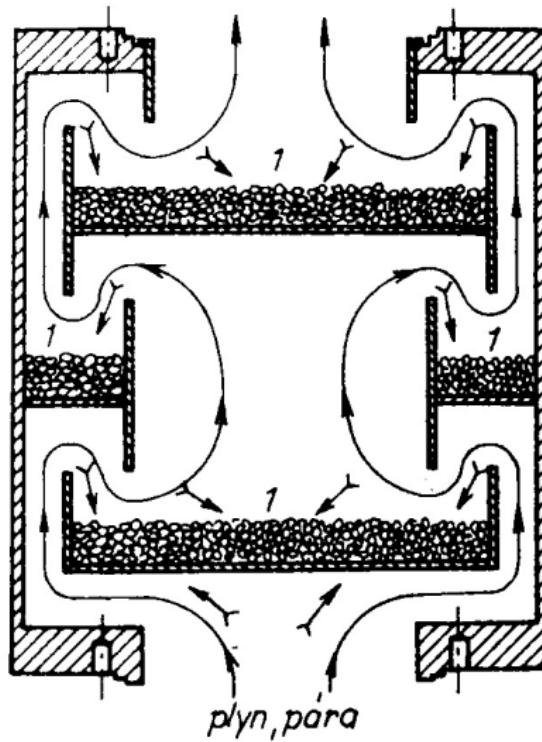
Tab. 4.15. Parciální tlaky plynů a par (v procentech celkového tlaku) při čerpání jednou, dvěma a třemi zeolitovými vývěvami a systémem dvou zeolitových vývěv a olejové rotační vývěvy (Magielko, 1970)

| Plyn<br>(pára)      | Zeolitové vývěvy (počet) |                     |                     | Zeolitová a olejová<br>rotační vývěva |
|---------------------|--------------------------|---------------------|---------------------|---------------------------------------|
|                     | 1                        | 2                   | 3                   |                                       |
| CO <sub>2</sub>     | 0,5                      | 0,1                 | 0,1                 | 0,2                                   |
| Ar                  | 0,5                      | 0,1                 | 0,2                 | 0,1                                   |
| O <sub>2</sub>      | 1                        | 1                   | 4                   | 0,6                                   |
| N <sub>2</sub> + CO | 0,5                      | 1                   | 2                   | 1                                     |
| Ne                  | 58                       | 64                  | 53                  | 57                                    |
| H <sub>2</sub> O    | 6                        | 4                   | 7                   | 28                                    |
| He                  | 28                       | 22                  | 26                  | 0,1                                   |
| H <sub>2</sub>      | 5,5                      | 8                   | 8                   | 13                                    |
| $p_{cel}$ (Pa)      | 1,4                      | $3,7 \cdot 10^{-1}$ | $9,3 \cdot 10^{-2}$ | $5,3 \cdot 10^{-2}$                   |

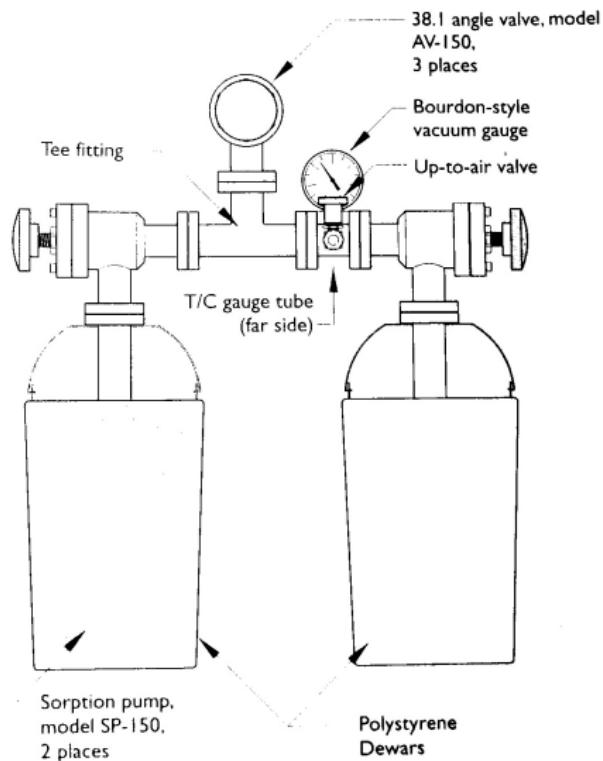
Náplň každé zeolitové vývěvy byla tvořena 450 g zeolitu 5A. Tento zeolit dobře čerpá různé plyny, zejména vodní páru, dusík, kyslík a kysličník uhličitý, méně čerpá argon; neon, helium, vodík nečerpá vůbec, takže jejich tlak zůstává v systému po čerpání týž jako v atmosféře

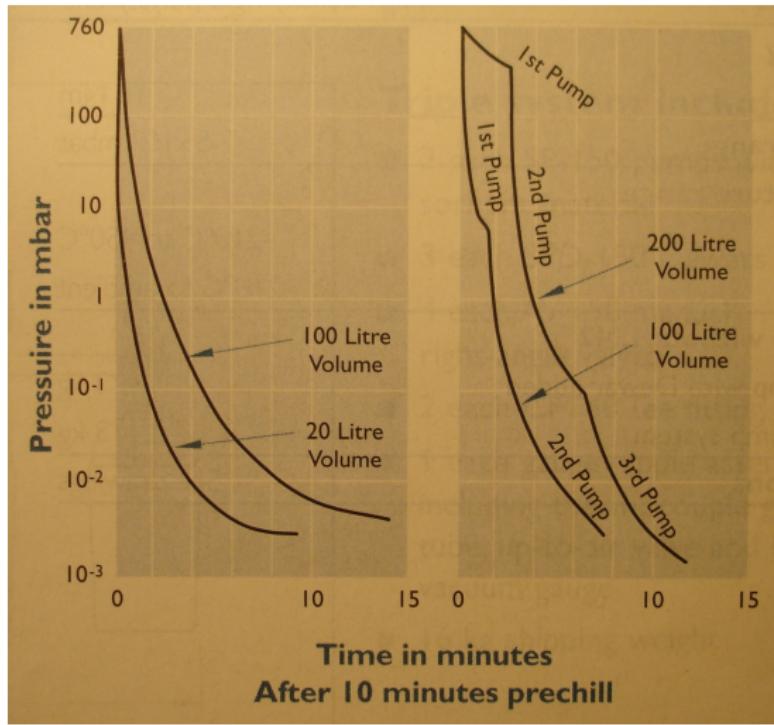


J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981



J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981





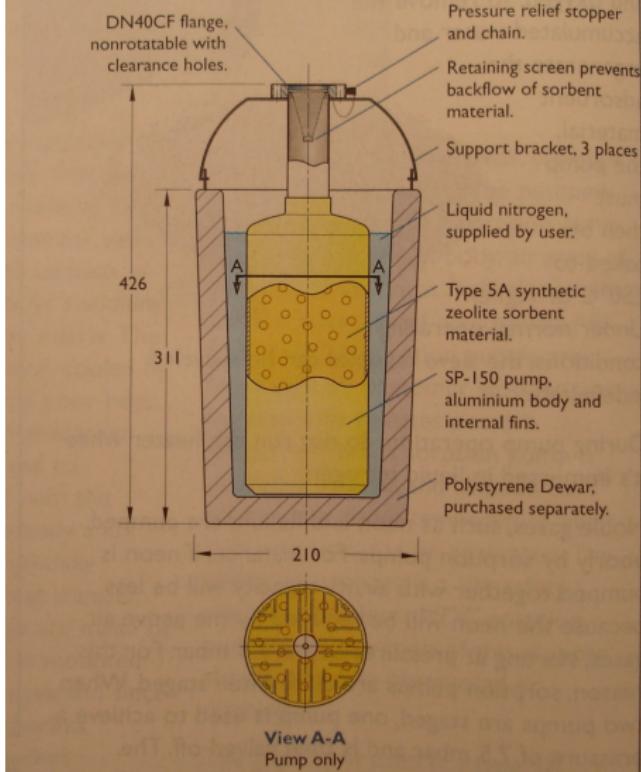
katalog firmy Caburn



katalog firmy Caburn

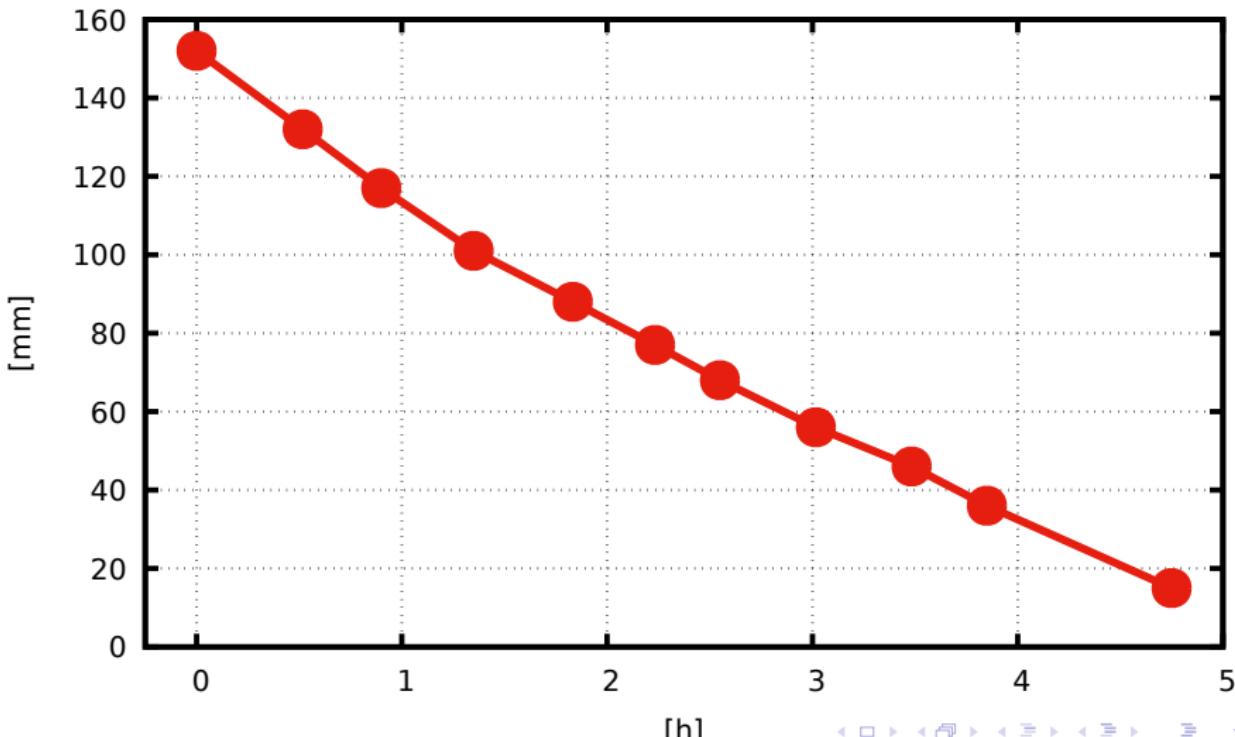
### Sorption pump model SP-150

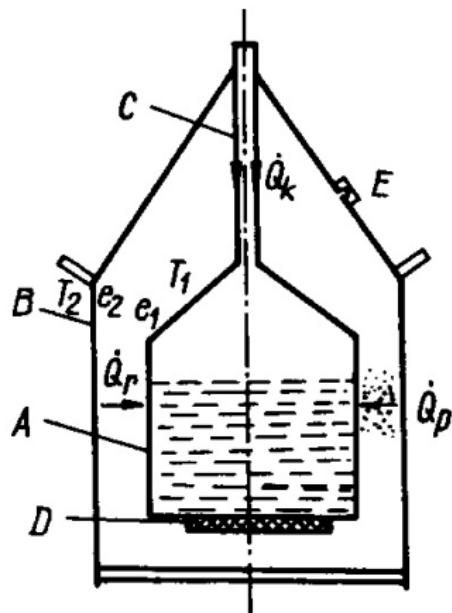
Shown installed in polystyrene Dewar



# Polystyrenový kalíšek - $\text{LN}_2$ , stěna 20 mm, objem 1,5 L

reálné měření, na ose y změna výšky hladiny





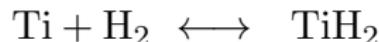
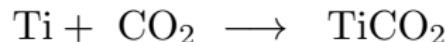
Obr. 67. Jednoduchá  
Dewarova nádoba pro  
přechovávání  $\text{LN}_2$

- dominantní proces je fyzisorbce
- dobře čerpá  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{O}_2$ , uhlovodíky
- špatně čerpá  $\text{Ne}, \text{He}, \text{H}_2, \dots$
- velký povrch, 1 g  $\sim 1000 \text{ m}^2$ , pracuje od  $\sim 10^5 \text{ Pa}$
- dutiny a kanálky  $\sim 1 \text{ nm}$
- dá se regenerovat při vysoké teplotě
- zvětšení účinnosti snížením teploty zeolitu (tekutý dusík 77 K)
- žádné vibrace

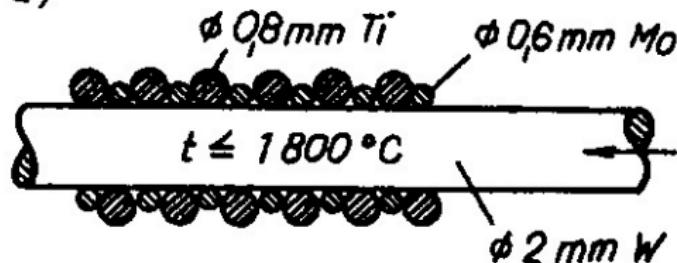
# Sublimační vývěvy

Princip - opakované vytváření povrchu čistého kovu (napařování, naprašování,...), nejčastěji se používá Ti.

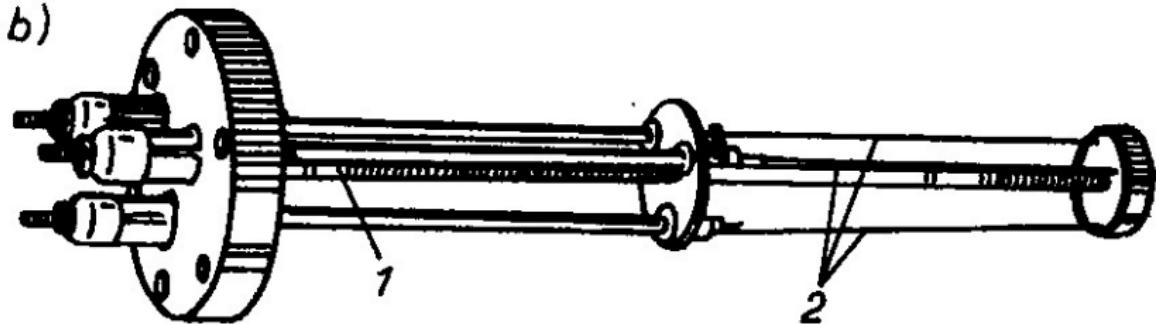
Teoreticky mohou pracovat od atmosférického tlaku,  
prakticky asi od  $10^{-4}$  Pa.



a)

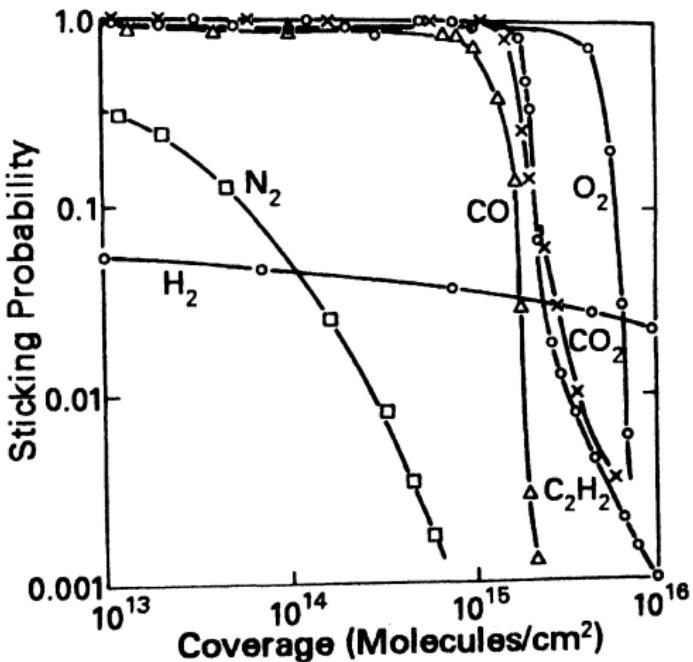


b)



J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981

Teploty tání: Mo:  $2623^\circ\text{C}$ , Ti:  $1668^\circ\text{C}$ , W:  $3422^\circ\text{C}$



**Fig. 14.2** Room-temperature sorption characteristics for pure gases on batch evaporated clean titanium films. Reprinted with permission from *Vacuum*, 25, p. 362, A. K. Gupta and J. H. Leck. Copyright 1975, Pergamon Press, Ltd.

Tab. 4.17. Čerpací rychlosť (měrná) čistého titanového povrchu

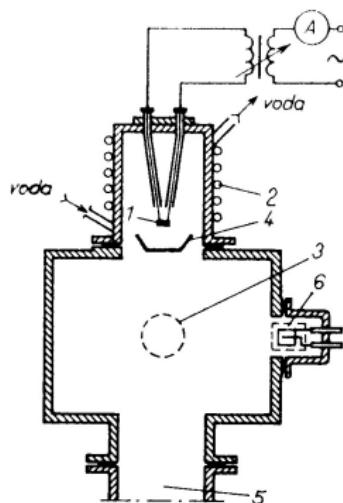
| $S$<br>$(\text{1 s}^{-1} \text{ cm}^{-2})$ | Plyn (pára) |               |              |                      |              |              |                       |
|--|-------------|---------------|--------------|----------------------|--------------|--------------|-----------------------|
|  | CO          | $\text{CO}_2$ | $\text{H}_2$ | $\text{H}_2\text{O}$ | $\text{N}_2$ | $\text{O}_2$ | Ar, He, $\text{CH}_4$ |
| při $20^\circ\text{C}$                     | 6           | 5             | 3            | 3                    | 2,5          | 1,5          | 0                     |
| při $-196^\circ\text{C}$                   | 11          | 10            | 6            | 15                   | 6            | 6            | 0                     |

J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981

Tab. 4.18. Prodleva při rozprašování titanu 90sekundovými pulsy v sublimační vývěvě  
v závislosti na tlaku

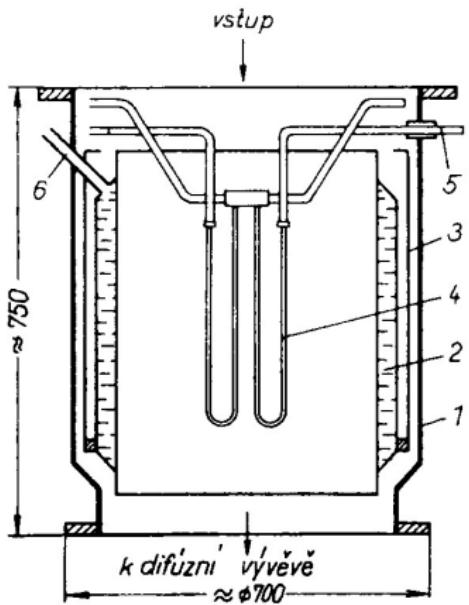
| $p$ (Pa) | $10^{-3}$ | $10^{-4}$ | $10^{-5}$ | $10^{-6}$ | $10^{-7}$ | $10^{-8}$ | $10^{-8}$ |
|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Prodleva | 0         | 5 min     | 15 min    | 30 min    | 1 h       | 8 h       | 24 h      |

J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981



Obr. 4.120. Sublimační vývěva  
 1 – zdroj titanových par (sublimační element); 2 – plášť vývěvy chlazený vodou; 3 – zdroj plynu; 4 – stínění; 5 – potrubí k difúzní vývěvě čerpající netočné plyny; 6 – ionizační vakuometr (částečně stíněný)

J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981



Obr. 4.122. Velká kryogenní sublimační vývěva s čerpací rychlosí  $S_{H_2} = 150\,000 \text{ l s}^{-1}$  (podle Prévota a Sledziewského, 1964)  
 1 – plášť; 2 – chlazení kapalným dusíkem; 3 – stínění pro tepelnou izolaci; 4 – zdroj par titanu; 5 – přívod proudu; 6 – otvor pro plnění dusíkem

J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981

**Table 14.2 Initial Sticking Coefficient and Quantity Sorbed for Various Gases on Titanium**

| Gas              | Initial Sticking Coefficient |        | Quantity Sorbed <sup>a</sup><br>( $\times 10^{15}$ molecules/cm $^2$ ) |        |
|------------------|------------------------------|--------|--|--------|
|                  | (300 K)                      | (78 K) | (300 K)  | (78K)  |
| H <sub>2</sub>   | 0.06                         | 0.4    | 8-230 <sup>b</sup>   | 7-70   |
| D <sub>2</sub>   | 0.1                          | 0.2    | 6-11 <sup>b</sup>  | —      |
| H <sub>2</sub> O | 0.5                          | —      | 30   | —      |
| CO               | 0.7                          | 0.95   | 5-23   | 50-160 |
| N <sub>2</sub>   | 0.3                          | 0.7    | 0.3-12   | 3-60   |
| O <sub>2</sub>   | 0.8                          | 1.0    | 24   | —      |
| CO <sub>2</sub>  | 0.5                          | —      | 4-24   | —      |
| He               | 0                            | 0      |  |        |
| Ar               | 0                            | 0      |  |        |
| CH <sub>4</sub>  | 0                            | 0.05   |  |        |

*Source.* Reprinted with permission from *J. Vac. Sci. Technol.*, 13, p. 471, D. J. Harra. Copyright 1976, The American Vacuum Society.

<sup>a</sup> For fresh film thickness of  $10^{15}$  Ti atoms/cm $^2$ .

<sup>b</sup> The quantity of hydrogen or deuterium sorbed at saturation may exceed the number of Ti atoms/cm $^2$  in the fresh film through diffusion into the underlying films at 300 K.

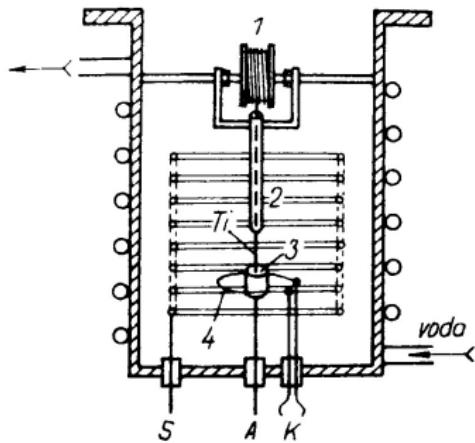
- dominantní proces je chemisorbce
- dobře čerpá  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{O}_2$
- nečerpá inertní plyny např.  $\text{Ne}$ ,  $\text{Ar}, \dots$
- opakované vytváření čistého povrchu kovu, pracuje od  $\sim 10^{-4}$  Pa
- získávání vysokého a extrémně vysokého vakua
- zvětšení účinnosti snížením teploty pohlcujícího povrchu

# Iontové vývěvy

- Iontové vývěvy se žhavenou katodou
- Iontové vývěvy se studenou katodou

vrstva s čistým povrchem (Ti, Ta),  
ionizace plynu - čerpá i inertní plyny, ale s malou čerpací rychlostí

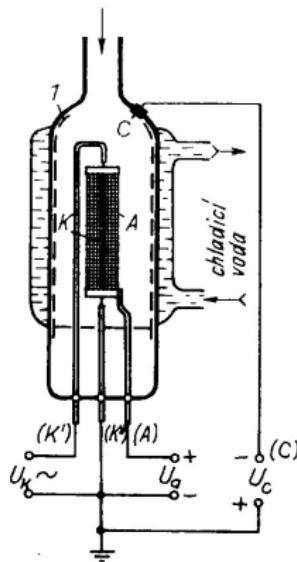
# Iontové vývěvy se žhavenou katodou



Obr. 4.123. Iontová sublimační vývěva

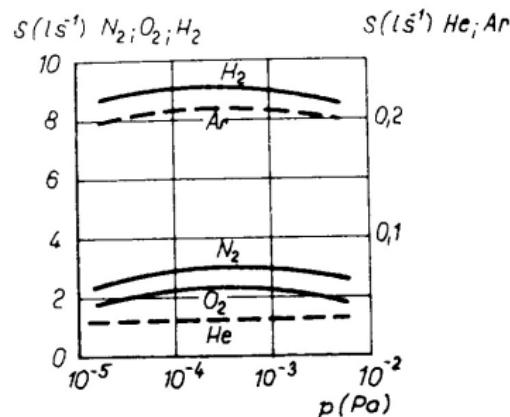
1 – cívka s titanovým drátem; 2 – trubička;  
3 – tygliková anoda; K – katoda; S – mřížka;  
A – přívod anody

J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981

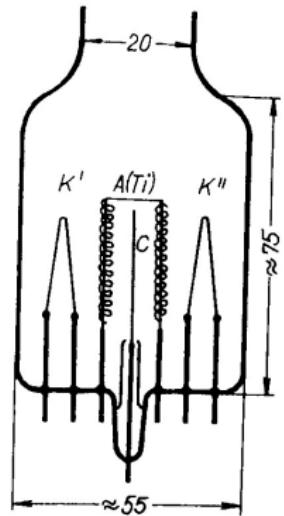


Obr. 4.124. Schéma skleněné iontové sublimační vývěvy

C – kolektor (vrstva naprášeného titanu je znázorněna čárkovaně); A – anoda pokrytá vrstvou titanu; K – katoda



Obr. 4.125. Závislost čerpací rychlosti na tlaku pro různé plyny



Obr. 4.126. Malá skleněná iontová sublimační vývěva  
 $K'$ ,  $K''$  katody;  $C$  – kolektor;  $A$  (Ti) –  
anoda z wolframu ovinutá titanovým  
vlákнем

J. Groszkowski: Technika vysokého vakua, SNTL, Praha 1981