

Научные основы сверхвысоковакуумных криогенных средств откачки, охлаждаемых жидкими и твердыми криоагентами / М.П. Ларин // Научное приборостроение. — 1991. — Т. 1. — № 2. — С. 120-160.

Представлены теоретические, экспериментальные и эксплуатационные данные, показывающие эффективность получения и длительного непрерывного автономного поддержания сверхчистого полностью безмасляного вакуума в диапазоне рабочих давлений от 10^5 до 10^{-11} Па в различного назначения камерах объемом от 10^{-3} до 10^2 м³ с помощью сорбционного и конденсационно-сорбционного способов откачки. Приведены несколько новых конструкций и характеристик криогенных заливных насосов и агрегатов на их основе, охлаждаемых жидким, твердым азотом и жидким гелием с рабочими температурами, соответственно, 77.4, 45—50 и 4.2—1.5 К, имеющих высокую экономичность по расходу криоагентов и большое время автономной работы до необходимости дозаливки их (3—5 суток по N₂ и 3—5 месяцев по He). Показана эффективность применения рассматриваемых насосов для проведения научных исследований в области анализа поверхностей твердых тел, масс-спектрометрии, молекулярно-пучковой эпитаксии, ионной литографии, имитации космического пространства, ускорения заряженных частиц, термоядерного синтеза и других, а также для промышленного производства электронных и полупроводниковых приборов, получаемых в сверхвысоком вакууме, либо в условиях плазмохимической обработки в среде аргона, фреонов и других газов, в том числе и химически агрессивных при потоках до 10 м³ Па·с. Библ. — 20 назв. Ил. — 17. Табл. — 3.

II. СОЗДАНИЕ ПРИБОРОВ ДЛЯ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

М.П. Ларин

(Институт аналитического приборостроения АН СССР,
Ленинград)

НАУЧНЫЕ ОСНОВЫ СВЕРХВЫСОКОВАКУУМНЫХ КРИОГЕННЫХ СРЕДСТВ ОТКАЧКИ, ОХЛАЖДАЕМЫХ ЖИДКИМИ И ТВЕРДЫМИ КРИОАГЕНТАМИ

Развитие многих областей науки и техники в последние годы выдвигает задачи создания и длительного поддержания сверхчистого, полностью безмасляного вакуума в широком диапазоне рабочих давлений — от атмосферного до 10^{-10} Па.

Накопленный опыт научных исследований в области криогенного вакуума, опыт длительной эксплуатации разнообразных конструкций крионасосов в промышленности и в науке показывает, что подавляющее большинство современных задач вакуумирования можно успешно решать сорбционным или конденсационно-сорбционным методами с помощью так называемых заливных крионасосов, в которых в качестве криоагентов используются жидкий, твердый азот или жидкий гелий. Такие крионасосы оказываются более эффективными, надежными, долговечными, простыми и более дешевыми в эксплуатации, чем известные насосы других конструкций. Кроме того, заливные крионасосы обладают целым рядом качеств, которые делают их использование, особенно при некоторых уникальных научных исследованиях, единственным возможным (полное отсутствие движущихся частей, вибрации, магнитных и электрических полей, высокого напряжения, полная независимость от сетей электро-, водо- и пневмоснабжения, почти полная автономность работы в течение нескольких месяцев и некоторые другие).

По наиболее оптимальному использованию заливные крионасосы последних разработок можно условно разделить на три типа:

1. Сорбционные, охлаждаемые свободно кипящим жидким азотом с температурой 77.4 К и используемые для создания предварительного вакуума от 10^5 до 10^{-2} Па либо от 10^2 до 10^{-5} Па.

2. Сорбционные, охлаждаемые твердым N_2 с температурой 50 ± 5 К, способные выдерживать большие газовые нагрузки (до 10^3 м³ · Па/с), применяемые для откачки как высоковакуумных, так и плазмохимических установок, и имеющие самый широкий диапазон рабочих давлений (от 10^2 до $5 \cdot 10^{-7}$ Па).

3. Конденсационно-сорбционные насосы, охлаждаемые жидким гелием с $T = 4.2 \text{ К}$ и в исключительных случаях с T от 2.5 до 1.3 К и используемые в диапазоне рабочих давлений от 10^{-4} до 10^{-10} Па .

К настоящему времени в Научно-техническом объединении АН СССР разработаны две модификации первого, три модификации второго типов и восемь модификаций третьего типа, основные параметры которых приведены в табл. 1.

Криосорбционные насосы, охлаждаемые жидким азотом

Анализ экспериментальной кривой изотермы адсорбции N_2 , например, активным углем типа СКТ, приведенной на рис. 1, показывает, что при температуре сорбента 77.4 (кривая 1) можно откачать вакуумную камеру, например, объемом 0.1 м^3 , если она предварительно продута сухим N_2 , от атмосферного давления до $\sim 1 \text{ Па}$ сорбционным насосом, содержащим 1 кг активного угля СКТ. Если затем эту же камеру откачать вторым таким же сорбционным насосом, то теоретически давление в ней станет $\sim 1 \cdot 10^{-5} \text{ Па}$, если не учитывать газовыделение со стенок камеры и откачивать камеру до давления, на 1 порядок более высокого, чем равновесное давление в насосе, которое установится после сорбции им всего объема азота, оставшегося в камере после первого цикла откачки (0.1 $\text{м}^3 \cdot \text{Па}$, или $1 \cdot 10^{-6} \text{ м}^3$ при нормальном атмосферном давлении).

Время первого цикла откачки указанным сорбционным насосом, имеющим, например, быстроту действия 0.05 $\text{м}^3/\text{с}$ будет теоретически около 0.5 мин, но на самом деле этот цикл растягивают на 5-10 мин, чтобы избежать значительного отогрева адсорбента насоса при быстром выделении теплоты адсорбции откачиваемых газов. Время второго цикла откачки, опять же расчетное, будет также около 0.5 мин, но реально оно растягивается на десятки минут в зависимости от газовыделения поверхности камеры, которое зависит от качества обработки внутренней поверхности камеры и ее предыстории.

Такой традиционный способ предварительной двухступенчатой откачки сорбционными насосами не является в настоящее время оптимальным, так как требует частой регенерации насоса первой ступени при частой цикличности вскрытия-откачки рабочей камеры, что приходится делать, например, при промышленном производстве элементов вакуумных приборов, при работе напылительных и других установок.

Гораздо эффективнее, экономичнее и более производительнее в качестве первой ступени использовать обычный форвакуумный механический насос, который запускают на короткое

Заливные крионасосы, охлаждаемые жидкими и твердыми

Параметры крионасосов	Сорбционные насосы				
	охлаждаемые жидким N ₂		охлаждаемые твердым N ₂		
	1	2	3	4	5
1 Ду входного фланца, мм	63	100	100	250	400
2 Быстрота действия по N ₂ , м ³ /с	0.06	0.25	0.20	1	5
3 Предельное давление, Па	$3 \cdot 10^{-5}$		$5 \cdot 10^{-7}$		
4 Диапазон рабочих давлений, Па	$10^5 - 10^{-4}$		$10^2 - 10^{-6}$		
5 Испаряемость, л/сут:	жидкого N ₂	1.1	2.4	2.5	8.0
		-	0.1	0.3	0.8
		жидкого He	-	-	-
6 Время полно-	жидкого N ₂ , ч	65	100	95	75
го испарения	твердого N ₂ , сут	-	30	25	30
после одно- кратной за- ливки	жидкого He, мес	-	-	-	-
7 Сорбционная емкость по Ar, N ₂ при P _p = 10^{-3} Па, м ³ .Па	600	$2 \cdot 10^3$	$4 \cdot 10^4$	$1 \cdot 10^5$	$5 \cdot 10^5$
8 Рабочая температура, К	77.4 ± 0.3		50 ± 5		
9 Температура регенерации, °С					
10 Габаритные размеры, мм:	высота	420	490	700	780
		180	350	300	480
11 Масса, кг		12	28	32	80
					100

время, и он работает только до момента снижения давления в камере от 10^5 до 10^2 –40 Па. Как известно [1], такой режим откачки полностью безопасен от проникновения паров масла в рабочую камеру из-за вязкостного режима течения откачивае-

Таблица 1

криоагентами, сверхвысоковакуумных агрегатов

Конденсационно-сорбционные насосы, охлаждаемые жидким гелием														
с входным фланцем снизу					с входным фланцем сверху									
6	7	8	9	10	11	12	13							
100	160	250	400	630	100	250	400							
0.2	0.5	2.0	5.0	10	0.5	2.0	4.0							
10^{-11}														
$10^{-4} - 10^{-10}$														
1.2	4	7	14	20	5	8	16							
-														
0.04	0.07	0.2	0.5	1.0	0.08	0.3	0.6							
65	65	72	75	80	65	70	75							
-														
1	3													
-														
4.2-1.5														
20±10														
450	800	700	700	900	800	700	700							
160	250	400	650	800	300	480	650							
7	16	25	40	60	20	30	50							

мых газов, которые полностью подавляют миграцию паров масла из форвакуумного механического насоса. Время откачки этим насосом от 10^5 до 10^2 Па, если его производительность около $0.01 \text{ м}^3/\text{с}$, будет около 1 мин.

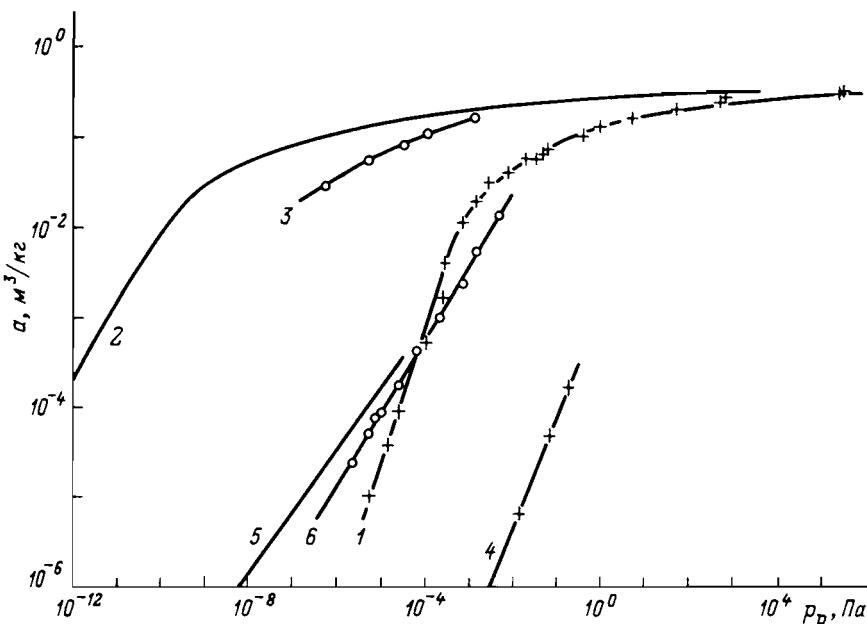


Рис. 1. Изотермы адсорбции N_2 (1-3) и H_2 (4-6) активным углем СКТ при $T_1 = 77.4\text{ К}$ (1, 4) и при $T_2 = 50\text{ К}$ (2, 3, 5, 6). Кривые 1, 3 и 4, 6 — экспериментальные; кривые 2 и 5 — расчетные, построенные, соответственно, по кривым 1 и 4

Дальнейшая откачка сорбционным насосом, содержащим 1 кг активного угля СКТ при $T = 77.4\text{ К}$, при названных выше условиях его работы, обеспечит снижение давления в камере объемом 0.1 м^3 после первого цикла до 10^{-4} Па , после десятого — до 10^{-3} Па , после сотого — до $5 \cdot 10^{-3}\text{ Па}$.

Если же откачуку форвакуумным механическим насосом после первого цикла (от 10^5 до 10^2 Па) продолжить до давления -5 Па , но уже через азотную ловушку, и после этого откачивать сорбционным насосом, то в камере после первого цикла можно достичь давления $2 \cdot 10^{-5}\text{ Па}$, после десятого — $1 \cdot 10^{-4}\text{ Па}$, после сотого — $5 \cdot 10^{-4}\text{ Па}$, после тысячного — $2 \cdot 10^{-3}\text{ Па}$. То есть сорбционный насос, работающий в рассмотренном режиме, можно не регенерировать в течение многих месяцев и даже нескольких лет. Величина давления предварительного вакуума, достигаемого в камере даже после тысячного цикла откачки сорбционным насосом по такой трехступенчатой схеме ($2 \cdot 10^{-3}\text{ Па}$), с большим запасом достаточна для того, чтобы можно было включить другие насосы сверхвысоковакуумной полностью безмасляной системы откачки с более низким предельным давлением, такие как магниторазрядные, сублимационные, гелиевые криогенные, и обеспечить их длительную устойчивую работу.

В связи с этим были разработаны конструкции сорбционных крионасосов, охлаждаемых жидким азотом, предназначенные для предварительной откачки рабочих камер объемом от нескольких dm^3 до нескольких сотен m^3 . Главными целями разработок были высокая удельная быстрота действия, высокая экономичность по расходу жидкого азота, длительность автономной работы до необходимости подзаливки азота (не менее 3 суток), полная защита от пыли адсорбента, наличие встроенной постоянно холодной азотной ловушки паров масла форвакуумного механического насоса.

Разработанные сорбционные насосы должны были заменить малоэффективные и незэкономичные существующие сорбционные насосы как отечественной, так и зарубежной разработок со съемными сосудами для жидкого N_2 и нагревателями для регенерации.

На рис. 2 показан общий вид сорбционного заливного крионасоса (НСЖА-0.15), имеющего быстроту действия по азоту не менее 0.3 m^3/s и диаметр подсоединительного фланца Ду100 "Конфлат". Он содержит следующие основные элементы: корпус 1 с подсоединенными фланцем 2, промежуточный "плавающий" экран 3, сорбирующий элемент, состоящий из сосуда 4 для жидкого N_2 , к крышке которого приварены обечайки-теплопроводы 5, обечайки 6 из пористой меди. Пространство между теплопроводами 5 и обечайками 6 заполнено адсорбентом 7. В верхней части сорбирующих полостей имеются черные кольца-экраны 8, перекрывающие кольцевые пространства 9 от прямого излучения, проникающего из входного патрубка. Выше расположена крышка-экран 10, которая с внутренней стороны также покрыта. Крышка-экран 10 соединена с фланцем 2 тепловым мостом 11 сильфоноподобного вида. Пространство 12 между корпусом 1 с крышкой, днищем, крышкой-экраном 10, наружной поверхностью откачивающего элемента и сосуда 4 образует зону так называемого "охранного вакуума", уровень которого (не хуже 10^{-4} Па) поддерживается адсорбентом, расположенным в полости 13 и перекрытым пористым газопроницаемым экраном 14 из такого же материала, что и обечайки 6. Давление это поддерживается, пока в сосуде 4 имеется жидкий азот.

В полости сосуда 4 расположена азотная ловушка 15 торOIDальной формы, имеющая вход и выход 16, соединенные с фланцами 17 Ду63 тепловыми мостами 18. Один из фланцев 17 соединяется через вакуумный клапан с откачиваемой камерой, второй, так же через клапан, — с форвакуумным механическим насосом.

Для безопасной транспортировки насос содержит верхнюю 19 и нижнюю 20 транспортировочные штанги, которые при приведении насоса в рабочее состояние удаляются. Для заливки жидкого N_2 в сосуд 4 и для выхода его паров имеются две трубы (на рис. не показаны). Одна из них доходит почти до самой

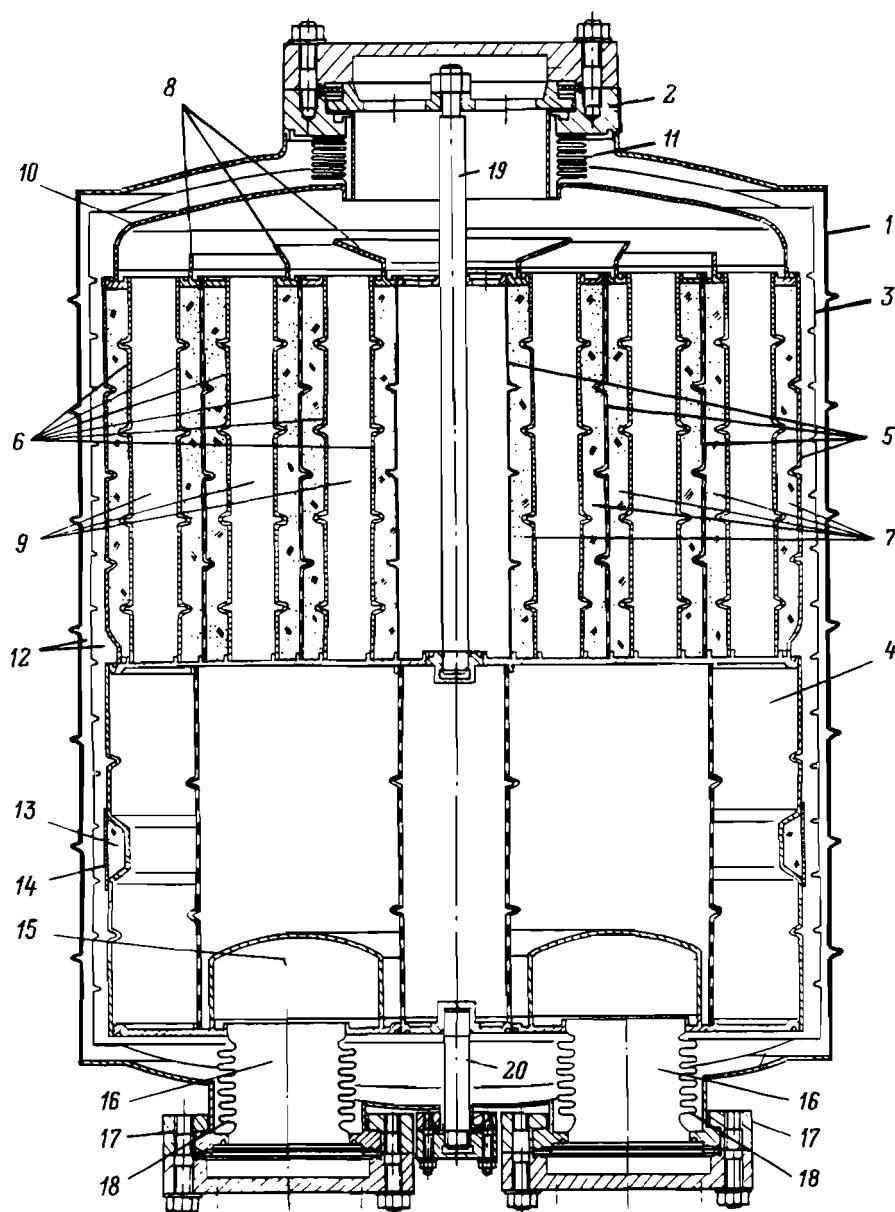


Рис. 2. Общий вид сорбционного крионасоса НСИА-0.15, охлаждаемого жидким N_2

крышки сосуда 4, а вторая, П-образной формы, доходит почти до самого днища сосуда 4.

Конструкция насоса позволяет эксплуатировать его как в положении подсоединительным фланцем сверху, так и в перевернутом положении.

На рис. 3 показана конструкция аналогичного насоса меньшей модификации (НСЖА-0.04), имеющего подсоединительный фланец Ду63, быстроту действия не менее $0.05 \text{ м}^3/\text{с}$, расход жидкого азота 1.1 л/сут.

Отличительными особенностями насосов, показанных на рис. 2 и 3, по сравнению с другими известными сорбционными насосами, являются следующие:

1) не требуют регенерации нагревом (в отличие от цеолитовых); регенерация осуществляется самоотогревом или принудительно до комнатной температуры и откачкой их сорбирующей полости форвакуумным механическим насосом до давлений 130—40 Па;

2) совмещенность в одном корпусе сосуда с жидким азотом и сорбирующего элемента;

3) наличие зоны собственного "охранного вакуума", уровень которого ($<10^{-4}$ Па) автоматически поддерживается в течение нескольких лет;

4) наличие встроенной в азотную ванну насоса ловушки паров масла форвакуумного механического насоса;

5) полная защита от пыли сорбента благодаря наличию газопроницаемых фильтров из пористой меди, перекрывающих сорбент.

Кроме этого, основные элементы рассмотренных насосов и их взаимное расположение высоко оптимизированы, что дало возможность более чем в 5 раз увеличить их удельную быстроту действия и более чем в 10 раз снизить удельный расход жидкого азота по сравнению с известными конструкциями цеолитовых насосов.

На рис. 4 показан график зависимости снижения давления в насосе НСЖА-0.04 от времени при его первоначальной заливке жидким N_2 при запуске "сам на себя" (кривая откачки). Предварительно сорбирующая полость насоса была откачана до давления $P_u = 40$ Па. Нулевой момент времени — начало заливки в насос жидкого N_2 . Первоначальное заполнение насоса жидким N_2 под небольшим избыточном давлением (~0.3 атм) из сосуда Дьюара обычно занимает 5—6 мин. Последующие дозаполнения уже работающего холодного насоса через каждые 2—3 сут проводят за 2—3 мин.

Как видно из графика на рис. 4 уже через 10 мин после начала заливки насоса жидким N_2 равновесное давление в нем снижается с 40 Па до $1 \cdot 10^{-3}$ Па, через 20 мин — до $5 \cdot 10^{-5}$ Па, через 1 ч — до $1 \cdot 10^{-5}$ Па. Предельное давление, которое устанавливается в насосе на следующий день, оказывается $\sim(8-5) \cdot 10^{-6}$ Па.

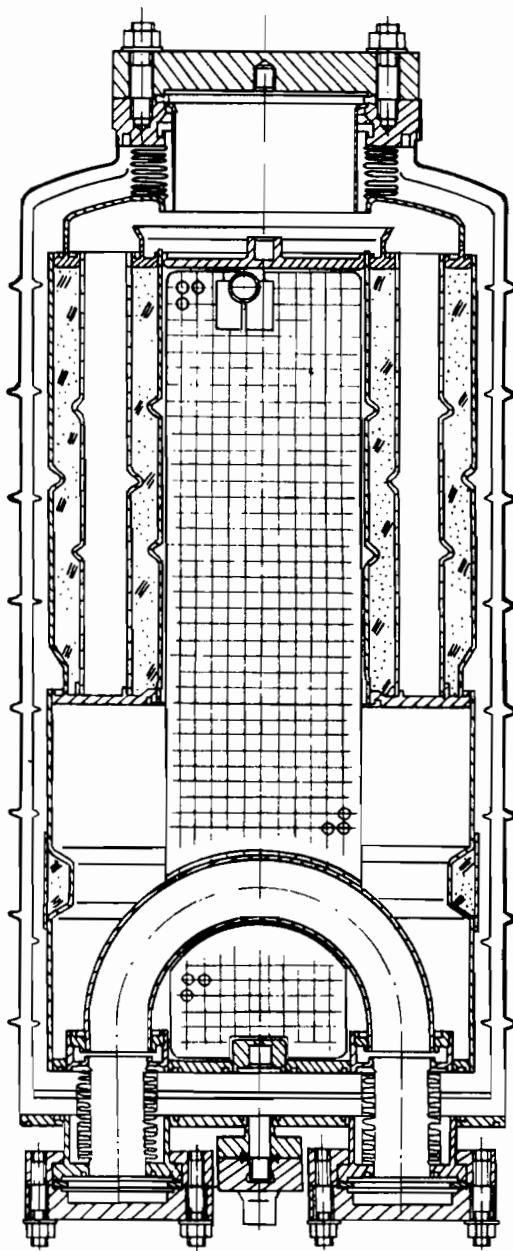


Рис. 3. Общий вид сорбционного крионасоса НСКА-0,04,
охлаждаемого жидким N_2

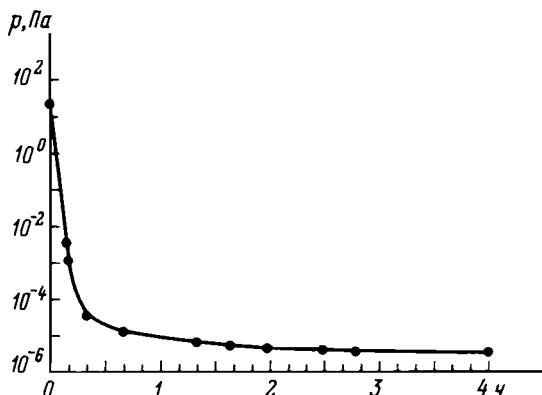


Рис. 4. График снижения давления в насосе НСЖА-0,04 от времени при его первоначальной заливке жидким N_2

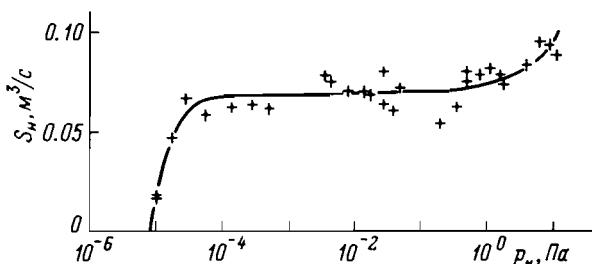


Рис. 5. Зависимость быстроты действия насоса НСЖА-0,04 по N_2 от его давления напуска

На рис. 5 приводится график изменения быстроты действия насоса НСЖА-0,04 по N_2 в зависимости от давления его напуска. В области давлений напуска ~ на 1 порядок большего предельного и до $P \sim 1$ Па быстрота действия по N_2 сохраняется примерно постоянной и в среднем на одном из насосов этой серии оказалась равной $S_{N_2} = 0.065 \text{ м}^3/\text{с}$ непосредственно на входном патрубке насоса. В области давления выше 1 Па, когда наступает молекулярно-вязкостный и вязкостный режим течения газов, быстрота действия насоса возрастает на 30—80 % и более.

В табл. 1 в 1, 2-м столбцах приведены основные параметры криосорбционных насосов, представленных на рис. 2 и 3.

На рис. 6 и 7 показаны агрегаты, созданные на базе рассмотренных насосов с подсоединенными к их входным фланцам соответственно клапанами (1) Ду100 (рис. 6) и Ду63 (рис. 7) с металлическими уплотнениями, датчиками давления типа ПМТ-6-3 (2) и ПММ-46 (3), клапанами Ду16 (4) для байпасной откачки и аварийными клапанами (5).

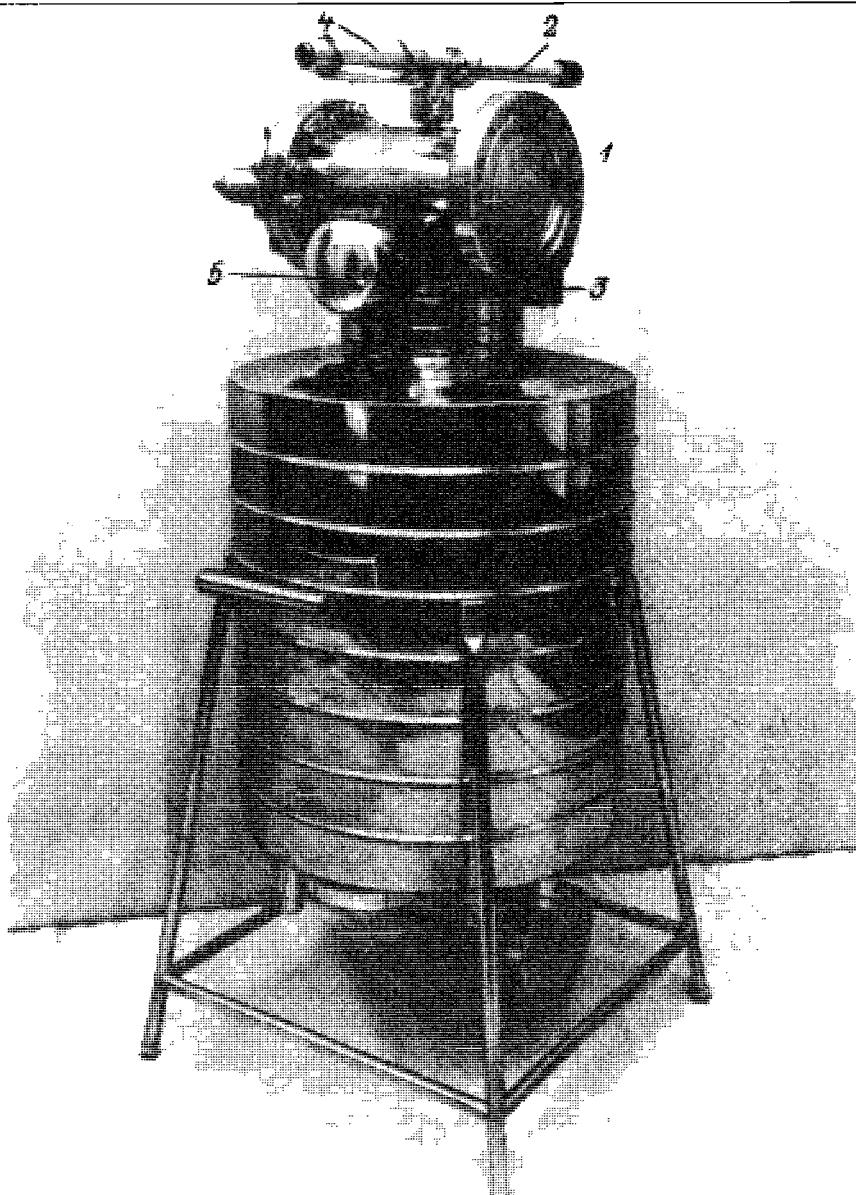


Рис. 6. Сверхвысоковакуумный агрегат на базе крионасоса НСЖА-0,15

На рис. 8 показан испытательный стенд для проверки работоспособности сорбционного насоса, а на рис. 9 — вакуумная схема этого стендса, который состоит из вакуумной камеры CV емкостью 0.3 м^3 , криогенного сорбционного насоса NC модели НСЖА-0.04, подсоединенного к камере через клапан V1 Ду63. Встроенная в сорбционный насос NC азотная ловушка одним концом подсоединенна к камере CV через клапан V2 Ду40, а вторым — через клапан V5, также Ду40, — к форвакуумному

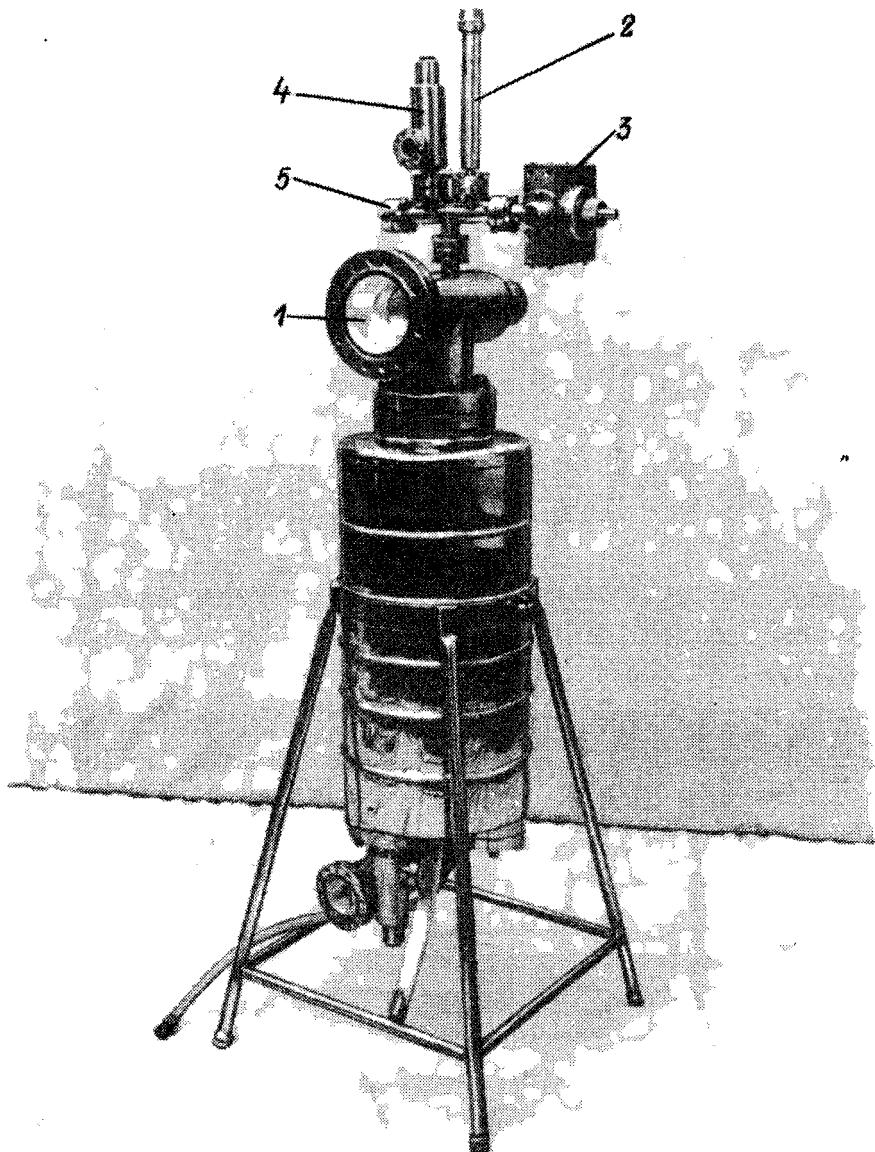


Рис. 7. Сверхвысоковакуумный агрегат на базе крионасоса НСЖА-0,04

механическому насосу NI типа НВПР-066 с производительностью $0.015 \text{ м}^3/\text{с}$. Кроме этого, камера CV соединена через клапаны V3 и V4 Ду40 с насосом NI. На входе сорбционного насоса NC имеется клапан V6 Ду16, служащий для откачки полости насоса NC при его регенерации насосом NI.

Для напуска сухого газообразного азота, газифицированного из жидкой фазы, используется сосуд Дьюара D, в который опущена трубка, соединяемая клапаном V7 с магистралями, со-

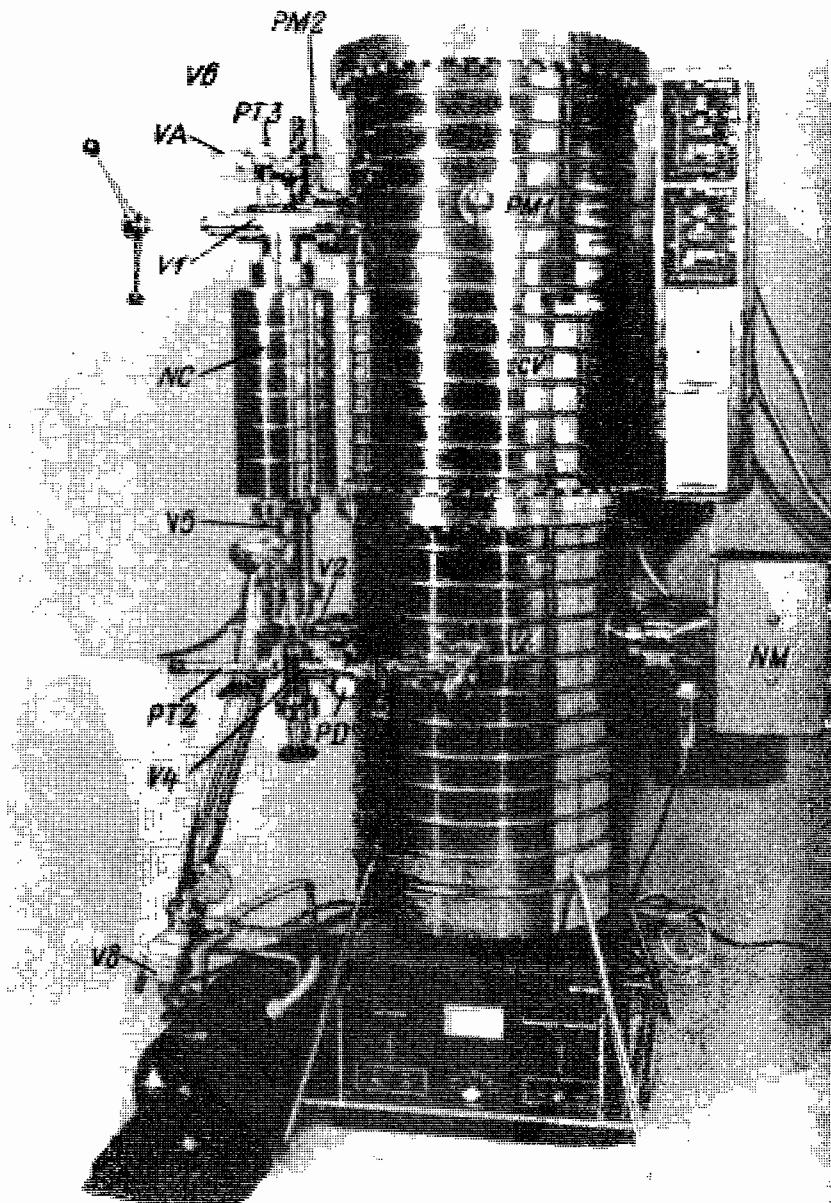


Рис. 8. Испытательная камера с сорбционным насосом НСЖА-0.04 и другими элементами, собранными по схеме, показанной на рис. 9

общающимися либо через клапан V6 со входом сорбционного насоса, либо через V3 с камерой CV.

К камере CV напрямую подсоединенны магниторазрядный насос NM типа НМД-0.063 с быстройкой действия $0.063 \text{ м}^3/\text{с}$ либо НМД-0.025 ($0.025 \text{ м}^3/\text{с}$).

Для контроля за уровнем вакуума в необходимых точках стенда имеются датчики давлений с диапазоном измерений от

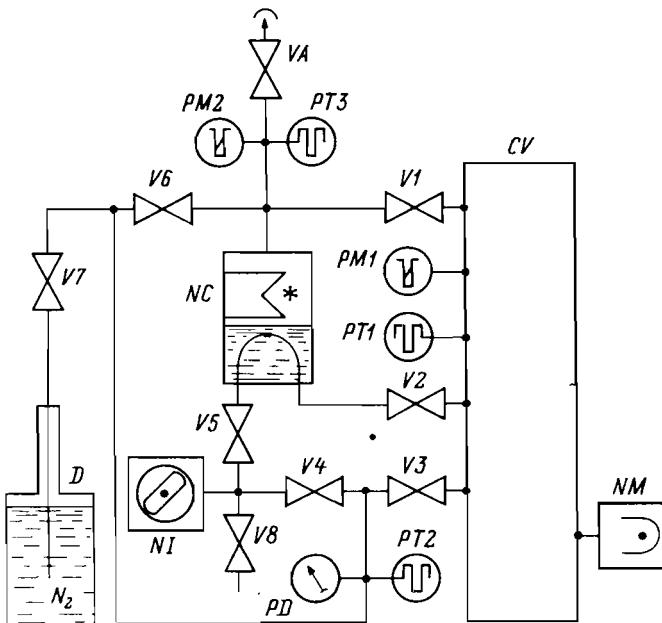


Рис. 9. $V_1 - V_7$ — клапаны с металлическим уплотнением; V_1 — Ду63; $V_2 - V_5$ — Ду40; V_6, V_7 — Ду16; V_8 — клапан напуска; VA — клапан аварийный; CV — камера вакуумная объемом 0.3 м³; NC — насос сорбционный НСЖА-0.04; NI — насос форвакуумный механический НВПР-0.66; NM — магнито-разрядный насос НДМ; D — сосуд Дьюара с жидким N_2 ; $PT1-PT3$ — датчики давления тепловые ПМТ-6-3; $PM1, PM2$ — датчики давления инверсно-магнетронные ПММ-46; PD — мановакуумметр деформационный

10^5 до $2 \cdot 10^{-1}$ Па типа ПМТ-6-3: РТ1, подсоединеный к камере CV , РТ2, подсоединеный к системе байпасной откачки, РТ3, установленный на входе сорбционного насоса, и датчики с диапазоном давления от $3 \cdot 10^{-1}$ до $1 \cdot 10^{-8}$ Па типа ПММ-46, инверсно-магнетронного типа. Последние датчики установлены: РМ1 — на камере CV и РМ2 — на входе сорбционного насоса.

Кроме того, на входе сорбционного насоса NC установлен аварийный клапан VA , а на входе насоса NI клапан $V8$ для напуска воздуха в насос после его выключения. Для четкого и оперативного контроля за снижением или ростом давления в камере CV при байпасной ее откачке насосом NI через клапаны $V3$ и $V4$, либо при напуске азота в нее через клапаны $V7$ и $V3$, служит мановакуумметр деформационный стрелочный PD .

Циклы откачки рабочей камеры сорбционным насосом были уже описаны выше, взаимодействие и последовательность операций легко можно увидеть по приведенной схеме (см. рис. 7).

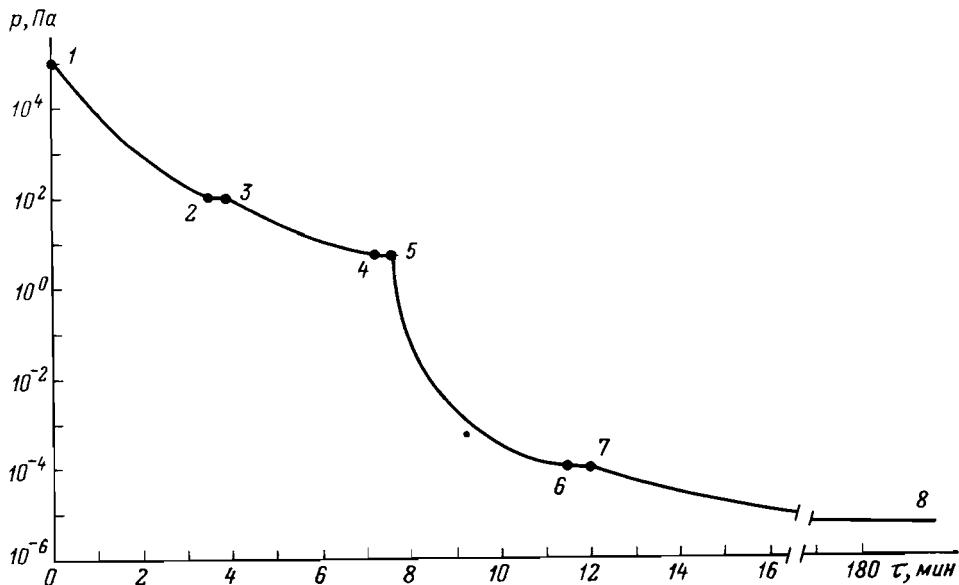


Рис. 10. График изменения давления в камере испытательного стенда от времени в процессе ее откачки: 1-2 — откачка непосредственно форвакуумным механическим насосом; 3-4 — откачка форвакуумным механическим насосом через азотную ловушку, встроенную в сорбционный насос; 5-6 — откачка непосредственно сорбционным насосом; 7-8 — откачка магниторазрядным насосом

На рис. 10 показан график зависимости снижения давления в камере от времени при последовательных операциях работы стенда, показанного на фотографии (см. рис. 8).

Участок кривой 1-2 — откачка форвакуумным механическим насосом NI камеры CV через клапаны V3 и V4 от $P_1 = 10^4$ до $P_2 = 10^2$ Па. Длительность этого этапа — около 3.5 мин.

Кривая 2-3 — момент закрытия клапанов V3 и V4 и открытия клапанов V5 и V2 (~0.5 мин).

Участок 3-4 — период откачки камеры CV насосом NI через азотную ловушку сорбционного насоса NC и через открытые клапаны V5 и V2. Время откачки около 3.2 мин, диапазон снижения давления от 10^2 до 5 Па.

Участок 4-5 — момент закрытия клапанов V2 и V5, отключения насоса NI, открытия и закрытия клапана V8 и открытия клапана V1 (~0.5 мин).

Участок 5-6 кривой — это откачка камеры CV непосредственно сорбирующей полостью насоса NC. Перед этим циклом предельное давление в насосе NC было $5 \cdot 10^{-6}$ Па. За 4 мин

откачки камеры СВ сорбционным насосом Н1 в ней было снижено давление с $P_5 = 5$ до $P_6 = 1 \cdot 10^{-4}$ Па.

Участок 6-7 — включение магниторазрядного насоса НМ и закрытия клапана В1. После этого давление в камере СВ снижалось до $\sim 1 \cdot 10^{-5}$ Па примерно за 4 мин, а дальнейшее снижение до $\sim 4 \cdot 10^{-6}$ Па продолжалось уже несколько часов.

Таким образом, с помощью рассмотренного сорбционного насоса НСЖА-0.04 по трехступенчатой схеме была откачана предварительно обезгаженная и откаченная до $P = 2 \cdot 10^{-6}$ Па камера емкостью 0.3 м³, в которую затем был напущен сухой газообразный азот, газифицированный из жидкой фазы, до $P_1 = 10^5$ Па. Общее время снижения давления от $P_1 = 10^5$ до $P_6 = 10^{-4}$ Па заняло около 12 мин. После этого был включен магниторазрядный насос, который устойчиво работал, продолжая снижение давления в камере.

Криосорбционные насосы, охлаждаемые твердым азотом

Предельные давления, достигаемые криосорбционными насосами при температуре адсорбента 77.4 К, практически не удается снизить ниже $(2-5) \cdot 10^{-6}$ Па. Рабочие же давления таких насосов, эксплуатируемых по предложенной схеме, редко снижаются ниже $P = 10^{-4}$ Па, так как при этом сорбционная способность их невелика (до 10^{-4} м³/кг), и они очень плохо откачивают водород (см. рис. 1, кривая 4). Так, достаточно в сорбционный насос попасть $1-10$ см³ Н₂, как предельное давление, создаваемое таким насосом, возрастает до $3 \cdot 10^{-3}-2 \cdot 10^{-2}$ Па соответственно.

В вакуумной технике на протяжении многих лет ведутся исследования и разработки все новых и новых видов сорбентов с целью в несколько раз увеличить их сорбционную способность как по водороду, так и по другим компонентам воздуха [2, 3]. Для улучшения условий охлаждения сорбентов созданы различные металлокомпозиционные сорбенты, получаемые прессованием, спеканием и при помощи других видов технологий.

Но, оказывается, гораздо проще и эффективнее снизить температуру сорбента с 77.4 К, скажем, до 50 К, путем охлаждения его твердым азотом. Причем, это делается достаточно просто путем откачки паров азота над жидким, затем затвердевшей фазой обычным форвакуумным механическим насосом [4-6].

В работе [5] из уравнения Дубинина—Радушкевича

$$a = a_m \exp[-K_x (RT)^2 (\ln P_0/P_p)^2] \quad (1)$$

выведено соотношение, с помощью которого можно построить изотерму адсорбции при любой температуре адсорбента, если известна, например, экспериментальная изотерма адсорбции при $T = 77.4$ К:

$$P_2 = P_0'' (P_1/P_0')^{T_1/T_2}, \quad (2)$$

где a — количество адсорбированного газа; a_m — максимально возможное количество адсорбированного газа; K_x — постоянный коэффициент, определяющий зависимость теплоты адсорбции от количества поглощенного газа; T — температура адсорбента; P_0 — давление насыщенного пара при T ; P_p — равновесное давление адсорбата над адсорбентом; P_1 , P_2 — при T_1 , T_2 ; P_0' , P_0'' — давление насыщенного пара при T_1 и T_2 откаченного адсорбентом газа.

Для азота при $T_1 = 77.4$ К и $T_2 = 50$ К $P_0' = 1.013 \cdot 10^5$ Па и $P_0'' = 4 \cdot 10^2$ Па [7], тогда из уравнения (2):

$$P_{50} = 7.135 \cdot 10^{-6} \cdot P_{77.4}^{1.548}. \quad (3)$$

Для водорода, у которого из работы [2]

$$P_0 = P_{kp} (T/T_{kp})^2. \quad (4)$$

где P_{kp} — критическое давление H_2 ($P_{kp} = 1.315 \cdot 10^6$ Па); T_{kp} — критическая температура H_2 ($T_{kp} = 33.19$ К) [7] при $T_1 = 77.4$ К и $T_2 = 50$ К из уравнений (2) и (4) будет

$$P_{50} = 7.315 \cdot 10^{-5} \cdot P_{77.4}^{1.548}. \quad (5)$$

На рис. 1 по изотерме адсорбции N_2 активным углем СКТ при $T_1 = 77.4$ К (кривая 1) построена по соотношению (3) кривая 2 — изотерма адсорбции N_2 тем же сорбентом, но уже при $T_2 = 50$ К. Кривая 3 — экспериментально полученная изо-

терма адсорбции N_2 активным углем СКТ при $T_2 = 50$ К. По экспериментальной кривой изотермы адсорбции N_2 при $T_1 = 77.4$ К (кривая 4) по соотношению (5) построена изотерма адсорбции N_2 тем же сорбентом, но при $T_2 = 50$ К (кривая 5). Кривая 6 — экспериментально полученная изотерма адсорбции N_2 углем СКТ при $T_2 = 50$ К.

На графике видно, что экспериментальные кривые 3 и 6 находятся в согласии с расчетными 2 и 5.

Для получения в рабочих камерах, например, промышленных напылительных установок, устойчивого рабочего давления $1 \cdot 10^{-4}$ Па криосорбционным насосом, охлаждаемым твердым N_2 с $T_2 = 50$ К, необходимо, чтобы равновесное давление адсорбированных им газов было не выше $1 \cdot 10^{-5}$ Па. Тогда быстрота действия такого насоса существенно не уменьшится. А это возможно, если каждый килограмм активного угля насоса при $T_2 = 50$ К адсорбирует за все время его работы (см. кривую 3 рис. 1) не более 60 л N_2 при нормальном атмосферном давлении (н.л.). При температуре этого адсорбента $T_1 = 77.4$ К этого же эффекта можно достичь лишь при сорбции им не более $2.5 \cdot 10^{-2}$ н.л N_2 , т.е. в $2.4 \cdot 10^3$ раз меньшего количества, чем он может адсорбировать при $T = 50$ К.

Как показывают расчеты, указанная напылительная установка при рабочем давлении, даже в 5 раз большем ($5 \cdot 10^{-4}$ Па), сорбционным насосом, охлаждаемым твердым N_2 и имеющим быстроту действия $\sim 1 \text{ м}^3/\text{с}$ и 5 кг угля СКТ при $T_2 = 50$ К (конструкция такого насоса показана на рис. 9) может откачиваться без заметного снижения его характеристик в течение > 22 мес непрерывной круглосуточной работы. Если же учесть адсорбируемый насосом газ после каждого цикла вскрытия-откачки рабочей камеры установки, объемом, скажем, 0.1 м^3 с предварительного давления 5 Па, причем, таких циклов за сутки при трехсменной работе будет 10, то срок непрерывной работы упомянутого насоса до необходимости его регенерации сократится лишь до 20 мес.

Анализируя изотермы адсорбции N_2 при $T_1 = 77.4$ К и $T_2 = 50$ К (кривые 4 и 5 рис. 1) можно констатировать, что при $T_2 = 50$ К сорбционная способность N_2 углем СКТ при одном и том же равновесном его давлении возрастает \sim в 10^4 раз по сравнению с сорбционной способностью при $T_1 = 77.4$ К. Или при одном и том же количестве адсорбированного N_2 при $T_2 = 50$ К по сравнению с $T_1 = 77.4$ К равновесное давление его $> 10^4$ раз ниже.

Таким образом, эффективность применения криосорбционных насосов, охлаждаемых твердым азотом, для рассмотренных задач промышленной вакуумной техники очевидна. А благодаря тому, что твердый азот обладает достаточно высокой теплоемкостью, не происходит заметного отогрева и повышения его температуры при значительно более высоких газовых нагрузках (вплоть до 1 м³·Па/с на 1 кг адсорбента насоса). Это дает возможность, как будет показано ниже, использовать криосорбционные насосы, охлаждаемые твердым N₂, для откачки плазмохимических установок в широком диапазоне рабочих давлений (от 10 до 10⁻⁶ Па). При этом такой насос хорошо откачивает все газы, в том числе и инертные, кроме He, химически активные и агрессивные, не корозирует и не требует частой профилактики, чего нельзя сказать про такие насосы, как диффузионные, турбомолекулярные, насосы Рутса, форвакуумные механические, которые при работе в плазмохимических установках с агрессивными газами быстро выходят из строя, требуют частой смены рабочих жидкостей, постоянного контроля операторов.

На рис. 11 показан общий вид одной из конструкций криосорбционного насоса, охлаждаемого твердым N₂ (НСТА-1.0), параметры которого приведены в 4-м столбце табл. 1.

Насос содержит корпус 1 с присоединительным верхним фланцем 2 Ду250 „Конфлат“ и нижним 3 Ду100, которые в транспортном положении насоса перекрыты, соответственно, заглушками 4 и 5.

Внутри корпуса 1 размещен радиационный экран, состоящий из сосуда 6, заполняемого жидким N₂, обечайки-экрана 7, крышки 8 и шевронного экрана 9. Между корпусом и радиационным экраном расположен промежуточный „плавающий“ экран 10.

В пространстве между крышкой сосуда 6, обечайкой-экраном 7 и шевронным экраном 9 размещен откачивающий элемент, состоящий из сосуда 11 для твердого N₂, закрепленных на его крышке 12 сорбирующих элементов в виде сплошных 13 и перфорированных 14 обечаек-теплопроводов, а также газопроницаемых экранов 15 из пористой меди, пространство между которыми заполнено сорбентом 16. Наружная часть крышки 12 вакуумно плотно соединена с верхней частью обечайки-экрана 7 тепловым мостом 17 сильфоноподобного вида, а внутренняя часть крышки 12 также вакуумно плотно соединена с днищем сосуда 6 тонкостенной трубой 18.

На наружной поверхности радиационного экрана размещена полость 19 с адсорбентом, перекрытым газопроницаемым экраном 20 из пористой меди. В обечайке-экране 7 имеется несколько симметрично расположенных отверстий 21, перекрытых кольцом 22, которое имеет столько же отверстий 23, но расположенных в шахматном порядке по отношению к отверстиям 21, причем, внутренняя поверхность кольца 22 покернена.

Рассмотренная выше компоновка узлов насоса обеспечивает создание двух сообщающихся между собой через отверстия 21 и

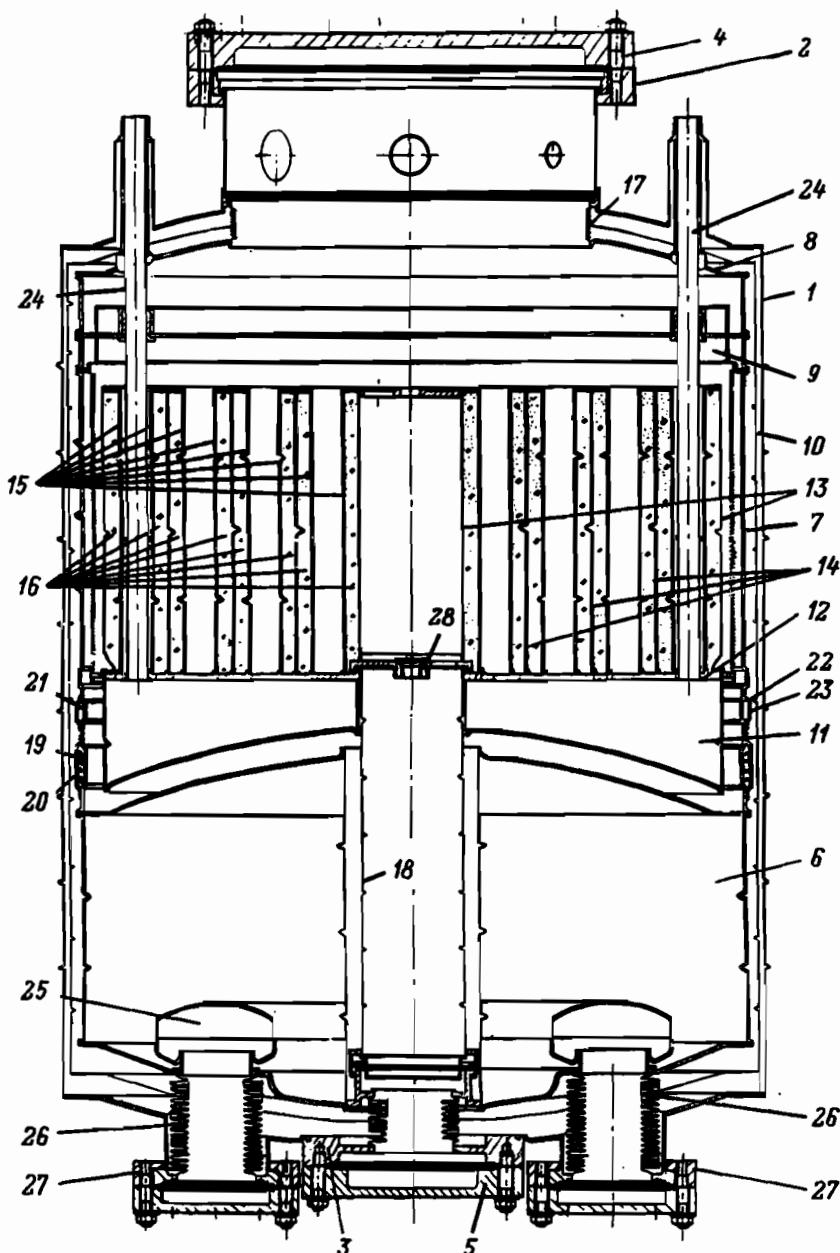


Рис. 11. Общий вид криосорбционного насоса НСТА -1.0 охлаждаемого твердым N_2

23 полостей „охранного вакуума“, первая из которых расположена в пространстве внутренней поверхностью корпуса и наружной поверхностью радиационного экрана, а вторая занимает пространство между наружной поверхностью крышки сосуда 6, внутренней поверхностью обечайки-экрана 7, наружными поверхностями теплового моста 17 и боковой стенки и днища сосуда 11. Необходимый уровень давления в полостях „охранного вакуума“ ($<10^{-4}$ Па) поддерживается полостью с адсорбентом 19 в рабочем режиме, когда в сосуд 6 залит жидкий N_2 , и он не зависит от рабочего давления на входе насоса, поскольку, как видно из конструкции, полости „охранного вакуума“ герметично отделены от зоны откачки, где расположены сорбирующие элементы, тепловым мостом 17 и трубой 18. Благодаря созданию указанных полостей „охранного вакуума“, при рабочих давлениях на входе в насос от 10^{-2} до 10 Па и более высоком, не происходит заметного увеличения испаряемости жидкого N_2 в сосуде из-за молекулярного теплообмена между стенкой корпуса и радиационным экраном, который бы мог быть при отсутствии „охранного вакуума“. По этой же причине не происходит заметного отогрева твердого N_2 в сосуде 11 за счет возможного молекулярного теплообмена между поверхностями обечайки-экрана 7, крышки сосуда 6 и боковой поверхностью и днищем сосуда 11, если бы полости „охранного вакуума“ сообщались с входным пространством насоса.

Сосуд 11 закреплен на крышке корпуса 1 с помощью двух трубок-подвесов 24, через которые производят заливку жидкого N_2 в сосуд 11 и откачуку его паров из него форвакуумным механическим насосом.

Внутри сосуда 6, в нижней его части, размещен сосуд 25 торOIDальной формы, имеющий два выхода наружу через сильфоны 26, приваренные к фланцам 27 Ду63, которые присоединены в свою очередь к днищу корпуса насоса. Этот сосуд 25 выполняет роль азотной ловушки паров масла форвакуумного механического насоса при байпасной откачке через нее рабочей камеры, когда один из этих фланцев 27 через клапан Ду63 пристыкован к рабочей камере, а другой, также через клапан — к форвакуумному механическому насосу. Для заливки в сосуд 6 жидкого N_2 и выхода его паров в его полость встроены одна прямая и одна П-образная трубы аналогичным образом, как и в насосе НСЖА-0.15 (на рис. не показаны).

На крышке корпуса насоса и его входном патрубке имеются подсоединительные фланцы Ду16 и Ду40 длястыковки клапанов Ду16, служащих для откачки полости „охранного вакуума“ и байпасной откачки сорбирующей полости при подготовке насоса к работе или его регенерации, а также для подсоединения датчиков давления и аварийных клапанов.

Для приведения насоса в транспортное положение вдоль его оси ввинчивают в гайку 28 транспортировочную штангу, кото-

рая затем своими верхним и нижним концами закрепляется во фланцах-заглушках 4 и 5.

После приведения насоса в рабочее положение, стыковки его с рабочей камерой, байпасной откачки форвакуумным механическим насосом полостей „охранного вакуума“ и сорбирующей полости до $P = 130 \div 40$ Па, заливки жидкого N_2 в сосуды 6 и 11, откачки паров жидкого, затем твердого N_2 из сосуда 11 по трубкам-подвесам 24, удается достичь температуры твердого N_2 до 44 К и предельного давления до $(3\text{--}5) \cdot 10^{-8}$ Па. Иногда вместо фланца-заглушки 5 к фланцу 3 пристыковывают магниторазрядный насос, например, типа НМД-0.025, который периодически включают при рабочих давлениях $< 1 \cdot 10^{-4}$ Па, и он обеспечивает снижение парциального давления Не, который не сорбируется крионасосом и может накапливаться даже при небольших негерметичностях в узлах рабочей камеры, а также при частых циклах напуска-откачки.

Измерения быстроты действия насоса по N_2 в диапазонах рабочих давлений $5 \cdot 10^{-7} \text{---} 1 \cdot 10^{-2}$ Па методом постоянных давлений показали величину $S_n = 1.3 \pm 0.2 \text{ м}^3/\text{с}$. Быстрота действия насоса по N_2 в молекулярно-вязкостном и вязкостном режиме течения газов в диапазонах давлений 0.1—10 Па оказалась равной $S_n = 2.5 \pm 0.3 \text{ м}^3/\text{с}$. Быстрота действия насоса по парам H_2O оказалась не менее $5 \text{ м}^3/\text{с}$. Расход жидкого N_2 из сосуда 6 — около 8 л/сут, что давало возможность при его объеме около 26 л производить подзаливку его не чаще одного раза в трое суток. При работе насоса при рабочих давлениях $< 10^{-3}$ Па количества твердого азота, однажды сформированного в сосуде 11, хватало ~ на 3 мес непрерывной работы. При работе насоса в плазмохимическом режиме при адсорбции им около 600 н.л Ar однажды сформированного в сосуде 11 твердого N_2 хватало ~ на 1 мес непрерывной работы.

При первоначальном запуске насоса для снижения температуры с 77.4 К сначала жидкого, затем затвердевшего азота до 47 ± 3 К требуется около 8 ч непрерывной откачки его паров форвакуумным механическим насосом. При перерыве откачки паров на нерабочее время при односменной работе (~16 ч) происходит отогрев твердого N_2 от 47 до 50—52 К. Возобновление откачки на 1 ч после этого снова снижает его температуру до 47 К. При прекращении откачки ~ на 65 ч (с вечера пятницы до утра понедельника) твердый N_2 отогревается от 47 до ~55 К. Эта температура может снова быть снижена до 47 К уже через 2 ч после возобновления откачки паров твердого N_2 .

Таким образом, наиболее оптимальный режим поддержания необходимой рабочей температуры твердого N_2 , равной 47

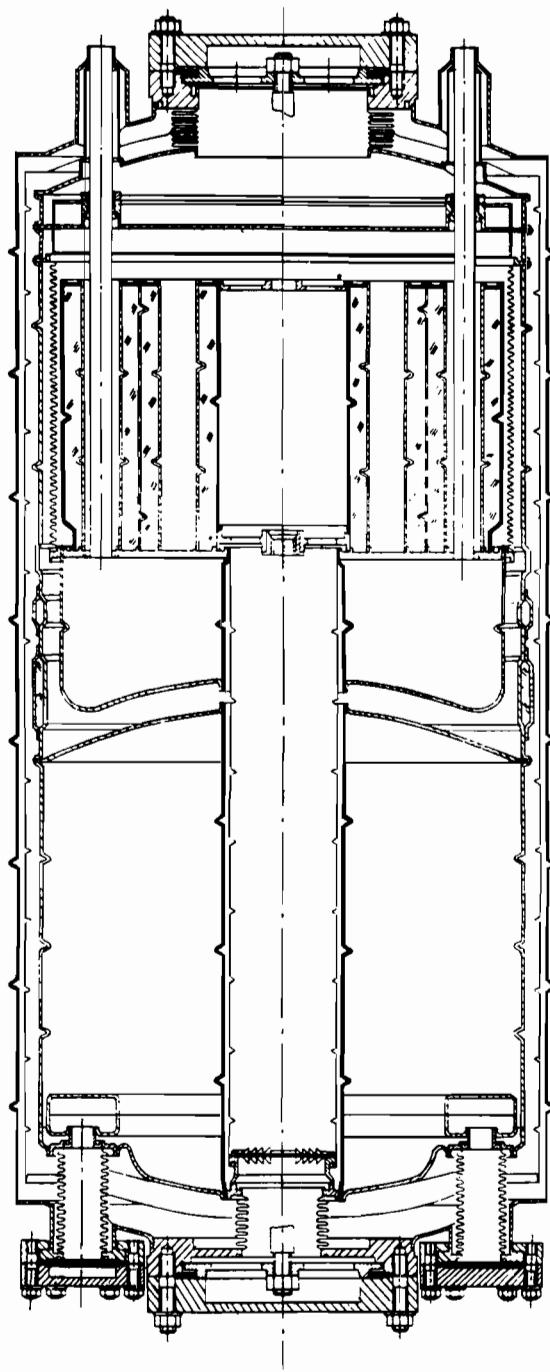


Рис. 12. Общий вид криосорбционного насоса НСТА-0.2, охлаждаемого твердым N_2

± 3 К, после приведения насоса в рабочее состояние — как минимум, одночасовая ежедневная откачка паров N_2 форвакуумным механическим насосом и двухчасовая — после выходных дней.

Описанный выше криосорбционный насос, охлаждаемый твердым N_2 , специально спроектирован для замены паромасляных диффузионных и турбомолекулярных насосов, пока еще работающих на большом числе напылительных и плазмохимических установок, после того, как в электронной промышленности появились требования к переходу на полностью безмасляную их откачуку.

На рис. 12 показан общий вид криосорбционного насоса, охлаждаемого твердым N_2 , марки НСТА-0.2, меньших размеров, но аналогичный по конструкции насосу НСТА-1.0, приведенному на рис. 11. Насос НСТА-0.2 оптимально может быть использован для аналитического приборостроения, в частности, для откачки плазменных масс-спектрометров и других установок, где наряду с повышенными газовыми нагрузками требуется достижение сверхвысокого вакуума вплоть до $1 \cdot 10^{-6}$ Па. В 3-м столбце табл. 1 приведены параметры этого насоса.

Следует отметить, что до настоящего времени в других странах, кроме СССР, пока отсутствуют аналоги разработанных в НТО АН СССР криосорбционных насосов, охлаждаемых твердым N_2 .

Два года назад были проведены исследования по адсорбции одной из первых модификаций криосорбционного насоса, охлаждаемого твердым N_2 , были сняты масс-спектры остаточных газов в насосе после откачки им различных количеств таких газов, как фреон-14 (CF_4), Ar, H_2 , а также масс-спектры непосредственно при откачке при постоянном давлении напуска этих газов. Результаты этих исследований подробно описаны в работе [6].

Конденсационно-сорбционные насосы, охлаждаемые жидким гелием

За последние годы существенно возросли требования к достоверности и качеству научных исследований, к высокой надежности и воспроизводимости параметров ряда сверхчувствительных электронных приборов, интегральных схем, полупроводниковых материалов, к чистоте и длительной стабильности параметров сверхвысокого вакуума в камерах имитаторов космоса, ускорителей заряженных частиц, установок термоядерного синтеза и других.

Известно, что в вакууме при $P = 10^{-4}$ Па при комнатной температуре о поверхность твердого тела ударяется такое количество молекул воздуха, которое, если бы их коэффициент прилипания был равен $\alpha = 1$, образовывало бы на этой поверх-

Расчетные данные парциальных давлений компонентов воздуха
при некоторых

Компо-ненты сухого воздуха	Объемная концентрация, %	Парциальные давления газов при некоторых давлениях воздуха, Па		
		$1.013 \cdot 10^5$	10^2	1
N ₂	78.08	$7.9 \cdot 10^4$	78	0.8
O ₂	20.95	$2.1 \cdot 10^4$	20.7	0.2
Ar	0.93	$9.4 \cdot 10^2$	0.93	$9.3 \cdot 10^{-3}$
CO ₂	0.03	30.3	0.03	$3.0 \cdot 10^{-4}$
Ne	$1.8 \cdot 10^{-3}$	1.86	$1.8 \cdot 10^{-3}$	$1.8 \cdot 10^{-5}$
He	$5.2 \cdot 10^{-4}$	0.53	$5.2 \cdot 10^{-4}$	$5.2 \cdot 10^{-6}$
CH ₄	$1.5 \cdot 10^{-4}$	0.15	$1.5 \cdot 10^{-4}$	$1.5 \cdot 10^{-6}$
Kr	$1.1 \cdot 10^{-4}$	0.12	$1.2 \cdot 10^{-4}$	$1.2 \cdot 10^{-6}$
H ₂	$5.0 \cdot 10^{-5}$	$5.1 \cdot 10^{-2}$	$5.0 \cdot 10^{-5}$	$5.0 \cdot 10^{-7}$
Xe	$8.7 \cdot 10^{-6}$	$8.8 \cdot 10^{-3}$	$8.7 \cdot 10^{-6}$	$8.7 \cdot 10^{-8}$
He + H ₂	$5.7 \cdot 10^{-4}$	0.58	$5.7 \cdot 10^{-4}$	$5.7 \cdot 10^{-6}$

ности мономолекулярный слой в среднем за каждые две секунды [8]. Известно также, что при современных исследованиях, например, поверхности твердого тела, либо при формировании сверхтонких эпитаксиальных структур, либо при создании пленок с высокой чувствительностью к электромагнитному излучению очень малой интенсивности и при других исследованиях и технологических режимах в вакууме совершенно недопустимо образование на подложке, либо в пленках даже 0.1 мономолекулярного слоя адсорбированных газов. Легко оценить, что в вакууме 10^{-8} Па такое количество газовых молекул может быть адсорбировано в течение ~30 мин.

В ряде случаев анализы поверхностей, например, свежих сколов монокристаллов в вакууме, рост эпитаксиальных многослойных структур, формирование слоев полупроводников, сверхчувствительных к инфракрасному излучению проводят в течение нескольких десятков часов и даже нескольких суток. Понятно, что для выполнения таких условий газовой остаточной среды необходим вакуум на уровне $\sim(5-1) \cdot 10^{-9}$ Па.

при различных давлениях и давления их насыщенных паров температурах конденсации

Таблица 2

Давление насыщенного пара, Па, при некоторых T , К				T , К, для $P_p =$ $= 1 \cdot 10^{-11}$ Па
77.4	47	20.4	4.21	
$1.01 \cdot 10^5$	133	$4.4 \cdot 10^{-9}$	$\sim 10^{-75}$	17.3
$2.1 \cdot 10^4$	10.3	$5.3 \cdot 10^{-13}$	$\ll 10^{-100}$	21.0
$3.2 \cdot 10^4$	9.2	$2.9 \cdot 10^{-11}$	$\sim 10^{-88}$	19.6
$3.1 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-17}$	$\sim 10^{-52}$	$\sim 10^{-290}$	59.0
		$4.9 \cdot 10^3$	$5 \cdot 10^{-18}$	5.46
			$1.0 \cdot 10^5$	0.26
$1.3 \cdot 10^3$	$9.3 \cdot 10^{-2}$	$4 \cdot 10^{-15}$	$\sim 10^{-104}$	23.85
$2.5 \cdot 10^2$	$3.9 \cdot 10^{-3}$	$4.3 \cdot 10^{-19}$	$\sim 10^{-48}$	27.8
		$1.0 \cdot 10^5$	$4.7 \cdot 10^{-5}$	2.66
0.25	$2.7 \cdot 10^{-8}$	$2 \cdot 10^{-31}$	$\sim 10^{-190}$	38.3

Естественно, для того, чтобы получить такой уровень давлений в рабочих камерах, необходимы такие насосы, которые бы, справляясь с газовыми нагрузками, не снижали существенно своей быстроты откачки и, следовательно, имели бы свои предельные давления на уровне $1 \cdot 10^{-9} - 10^{-10}$ Па и ниже. Известно, что предельного давления $10^{-8} - 10^{-9}$ Па с трудом удается достичь с помощью сублимационных, орбитронных, геттерных и некоторых других модификаций электрофизических насосов. Но большинство из них, к сожалению, очень избирательно откачивают газы, являются синтезаторами легких углеводородов (в основном группы метана), CO , CO_2 и некоторых других газов, присутствие которых, даже в небольших количествах, не всегда допустимо.

Известно, что только криогенные насосы, охлаждаемые жидким гелием, конденсационные и, особенно, конденсационно-сорбционные, обладают самыми низкими предельными давлениями (10^{-11} Па и ниже), ничего не привносят в вакуумируемый

объем и почти равномерно откачивают все газы [9-13]. Это связано с тем, что по своей физической природе все газы, кроме Не и отчасти H_2 , будучи сконденсированы на поверхность с температурой свободно кипящего жидкого гелия (4.2 К), имеют очень низкое давление насыщенного пара (P_0). Не и H_2 будут иметь достаточно низкое P_0 либо после их конденсации на криопанель с более низкой, чем $T = 4.2$ К, температурой, либо после физической адсорбции их гладкой металлической поверхностью, классическими сорбентами или заранее сконденсированными на криопанель с $T = 4.2$ К газовыми криосорбентами (конденсационно-сорбционный метод).

Рассмотрим, каковы будут равновесные давления газов, откаченных чисто конденсационным путем гладкой металлической криопанелью с $T = 4.2$ К при конденсации на ней от одного до 10^6 мономолекулярных слоев этих газов.

В табл. 2 приведены расчетные данные парциальных давлений газов в воздухе при атмосферном давлении и после равномерной откачки его до различных уровней давлений (левая половина) и давления насыщенных паров этих газов, сконденсированных на криопанель при нескольких фиксированных уровнях температур.

Как видно из цифр, приведенных во 2-м столбце этой таблицы, в атмосферном воздухе довольно большое количество Не ($5.2 \cdot 10^{-4}$ %) и H_2 ($5 \cdot 10^{-5}$ %). Газы, сконденсированные на криопанель с $T = 4.2$ К, кроме Не и H_2 , имеют P_0 , значительно более низкие, чем 10^{-11} Па (см. 9-й столбец табл. 2). Гелий при этой температуре имеет $P_0 = 1 \cdot 10^{-5}$ Па, т.е. атмосферное давление, водород же, сконденсированный при $T = 4.2$ К, имеет $P_0 = 4.7 \cdot 10^{-5}$ Па. Эта величина для сверхвысоковакуумных систем довольно высокая.

Известно, что в тщательно обезгаженных прогревом металлических камерах, откаченных до очень низких давлений (до 10^{-7} — 10^{-10} Па), в спектрах остаточных газов, в основном, присутствует H_2 (до 90 %). В результате многих сверхвысоковакуумных технологических процессов, связанных с работой нагревателей, электронных пушек, молекулярных пучков и аналогичных устройств, происходит обильное газовыделение H_2 . В связи с этим, главные трудности, которые приходится преодолевать, чтобы с помощью крионасосов получить предельные давления в системах $< 10^{-8}$ Па, это откачка H_2 и Не.

Если в рабочей камере создать предварительный вакуум 10^2 Па, откачивав из нее воздух, например, форвакуумным механическим насосом, то в ней парциальные давления Не и H_2 станут, соответственно, около $5 \cdot 10^{-4}$ и $5 \cdot 10^{-5}$ Па (см. 4-й

столбец табл. 2). Очевидно, если последующая откачка будет проводиться сорбционным насосом (рис. 2, 3), то парциальные давления Не и H_2 в камере существенно не уменьшатся, и

именно эти газы при дальнейшей откачке конденсационным насосом, охлаждаемым жидким Не с $T = 4.2$ К, будут определять довольно высокое предельное давление.

После предварительной откачки камеры форвакуумным механическим насосом, но уже через азотную ловушку, например, встроенную в сорбционный насос НСЖА, можно ожидать снижения парциальных давлений Не и H_2 уже до $5 \cdot 10^{-6}$ и $5 \cdot 10^{-7}$ Па, соответственно (см. 5-й столбец табл. 2). Последующая откачка камеры только конденсационным крионасосом, охлаждаемым жидким Не с $T = 4.2$ К, очевидно, также не дает возможности снизить предельное давление в ней ниже $5 \cdot 10^{-6}$ Па.

Для получения в камерах, откачиваемых по рассмотренной схеме, более низких парциальных давлений Не и H_2 можно воспользоваться несколькими способами:

1) использование дополнительной последовательной или параллельной откачки каким-либо электрофизическим насосом, например, магниторазрядным типа НМД или НМДИ [14], которые сравнительно хорошо откачивают Не и H_2 ;

2) снижение температуры криопанели конденсационного насоса, охлаждаемого жидким Не с 4.2 К до $T < 2.5$ К, что существенно уменьшает P_0 , а, значит, и парциальное давление H_2 в камере, но мало снижает P_0 Не.

Как видно из 10-го столбца табл. 2, чтобы получить давление насыщенного пара Не $P_0 = 10^{-11}$ Па, необходимо снизить температуру жидкого Не до $T = 0.26$ К. Как известно, сравнительно легко снизить температуру Не в конденсационном насосе до $T \sim 1.5$ К откачкой его паров до $P \sim 5 \cdot 10^2$ Па обычным форвакуумным механическим насосом. Получить же более низкую T , и особенно на уровне нескольких десятых К, значительно более сложная техническая задача, которая для указанных целей не нашла своего экономически выгодного технического решения.

Третий способ, который дал возможность существенно снизить предельные давления криогенных насосов, охлаждаемых жидким Не, и который нашел широкое применение в области получения сверхвысокого вакуума — это способ конденсационно-сорбционной откачки [10]. Суть этого способа состоит в том, что на криопанели конденсационного крионасоса, охлаждаемого жидким Не, конденсируют при определенных условиях какой-либо газ, который при $T = 4.2$ К обладает достаточно низким P_0 . При конденсации этот газ при давлении напуска $P_n \sim 1 \cdot 10^{-2}$ Па формируется на криопанели в очень мелкопористый твердый криоосадок с довольно высокой сорбционной емкостью,

сравнимой по удельным параметрам с сорбционной емкостью классических сорбентов (активного угля, цеолитов) [13].

Как показали исследования [15], наиболее эффективно в конденсационно-сорбционных насосах, охлаждаемых жидким Не, в качестве газов конденсаторов-криосорбентов имеет практический смысл использовать CO_2 , N_2 и особенно Ar. Ar-конденсат к тому же еще обладает высокой степенью прозрачности для инфракрасного излучения в широком диапазоне длин волн, что особенно важно учитывать при оценке экономичности конденсационно-сорбционных насосов по расходу жидкого гелия, по сравнению с сорбционными. Так, например, Ar-конденсат толщиной $10^5 - 10^6$ монослоев ($\sim 0.04 - 0.4$ мм) увеличивает первоначальную степень черноты тщательно полированной криопанели с нанесенной на нее пленкой Al по технологии, описанной в работе [16], которая равна при $T = 4.2 \text{ K}$ $\epsilon_1 = 2 \cdot 10^{-3}$ [12, 17], до $\epsilon_2 = (2.8 - 4) \cdot 10^{-3}$ соответственно. А такой же слой активного угля увеличивает степень черноты криопанели до $\epsilon = 0.9$.

Немаловажным параметром крионасосов является ресурс их непрерывной работы до необходимости их регенерации.

В табл. 3 приведены некоторые данные для молекул воздуха при $T = 293 \text{ K}$, рассчитанные по формулам, приведенным в работе [8], которые часто оказываются полезными для оценок вакуумных условий в рабочих камерах. Обратим особое внимание на некоторые из них.

Из 6-го столбца табл. 3 видно, что, если необходимо, чтобы за все время эксперимента или технологического процесса подложка или эпитетаксиальная пленка, или какая-либо исследуемая поверхность не успела адсорбировать даже одного мономолекулярного слоя газа в течение нескольких часов, необходимо поддерживать в рабочей камере давление не выше $(5 - 1) \cdot 10^{-8} \text{ Па}$.

Как видно из 7-го столбца табл. 3, наиболее оптимальный режим эксплуатации конденсационных насосов, охлаждаемых жидким Не, оказывается при давлении $< 10^{-5} \text{ Па}$. При этих условиях ресурс непрерывной работы насоса, т.е. время до момента намораживания на его криопанели откачиваемого сухого воздуха слоем толщиной $10^5 - 10^6$ мономолекулярных слоев, определяется от одного месяца до нескольких сотен лет. После конденсации $10^5 - 10^6$ монослоев дальнейшая работа крионасона оказывается нецелесообразной, так как начинает возрастать испаряемость жидкого Не, снижаются откачные характеристики крионасона, и его следует регенерировать. Как показывают эксперименты и опыт длительной промышленной эксплуатации гелиевых заливных крионасосов, в зависимости от рода сконденсированного газа и от начальной степени черноты поверхности криопанели, именно при толщине $10^5 - 10^6$ моно-

Таблица 3

Некоторые параметры молекул воздуха, конденсирующихся на криопанель

Давление, Па	Среднее число молекул в 1 м ³ , N	Средняя длина свободного пробега молекул, λ, м	Среднее число молекул, попадающих о стенку с S=1 м ² за 1 с, n	Масса молекул, попадающая вого монолиста за 1 с, m, кг	Время конденсации первого монолиста	Ресурс криоконденсации переноса
1.01·10 ⁵	2.5·10 ²⁵	6.19·10 ⁻⁸	2.90·10 ²⁷	1.40·10 ⁻²	2.7·10 ⁻⁹ с	10 ⁻² -10 ⁻³ с
1	2.47·10 ²⁰	6.27·10 ⁻³	2.86·10 ²²	1.38·10 ⁻³	2.8·10 ⁻⁴ с	28 с-4.7 мин
10 ⁻²	2.47·10 ¹⁸	6.27·10 ⁻¹	2.86·10 ²⁰	1.28·10 ⁻⁵	2.8·10 ⁻² с	46 мин-7.7 ч
10 ⁻⁵	2.47·10 ¹⁵	6.27·10 ²	2.86·10 ¹⁷	1.38·10 ⁻⁸	2.8 с	38 сут-1 год
10 ⁻⁸	2.47·10 ¹²	6.27·10 ⁵	2.86·10 ¹⁴	1.38·10 ⁻¹¹	7.8 ч	88-878 лет
10 ⁻¹¹	2.47·10 ⁹	6.27·10 ⁸	2.86·10 ¹¹	1.38·10 ⁻¹⁴	10.6 мес	

слоев сконденсированных газов еще не наблюдается заметного градиента температур в толще криосадка, степень черноты его также возрастает до еще допустимой величины, и насос работает устойчиво. Следует отметить, что толщина криосадка 10^5 — 10^6 монослоев — это достаточно большое количество откаченного газа. Так, при площади криопанели крионасоса, например, 0.1 м^2 , такого, конструкция которого показана на рис. 13, слой конденсата воздуха толщиной 10^5 — 10^6 мономолекулярных слоев образуется при конденсации $3.55 \cdot 10^2$ — $3.55 \cdot 10^3 \text{ м}^3 \cdot \text{Па}$, или 3.5 — 35 н.л. воздуха .

Как было отмечено выше, для эффективной откачки H_2 и He наиболее оптимально использовать крионасос, охлаждаемый жидким He , в режиме конденсационно-сорбционной откачки слоем предварительно сконденсированного Ar . Наиболее оптимальный режим конденсации Ar происходит при давлении его напуска $p_{\text{н}} = (1\text{—}5) \cdot 10^{-2} \text{ Па}$ во входном патрубке насоса. Время, затраченное на конденсацию 10^5 — 10^6 монослоев Ar на криопанель указанного насоса с быстрой действия по Ar $S = 2 \text{ м}^3/\text{с}$, как легко подсчитать, при давлении напуска $p_{\text{н}} = 1 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$, будет 5 — 50 ч , а при $p_{\text{н}} = 5 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$, соответственно, 1 — 10 ч .

Ниже будут приведены изотермы адсорбции H_2 и He Ar -конденсатом при температурах жидкого He .

На рис. 13 показан общий вид одной из конструкций заливного криоконденсационно-сорбционного насоса, охлаждаемого жидким He , конструктивно выполненного так, что его подсоединительный фланец расположен снизу. Насос содержит корпус 1 с подсоединительным фланцем 2 Ду400, с помощью которого можно непосредственно стыковаться с ответным фланцем, расположенным вверху на рабочей камере, либо через переходную проставку, содержащую ответный фланец 3 Ду400 и фланец 4 Ду250 „Конфлат“. Корпус 1 содержит фланец 5 Ду100, к которому вместо фланца-заглушки 6 при необходимости стыкуется магниторазрядный насос, например типа НМД-0.025, и фланец 7 Ду63, к которому вместо фланца-заглушки 8 через клапан с металлическим уплотнением стыкуется насос предварительной откачки, например, агрегат на базе сорбционного насоса НСЖА-0.04, показанного на рис. 7. Кроме этого, также на корпусе 1 расположен патрубок с фланцем Ду40 (на рис. не показан), служащий для стыковки через клапан Ду40 с металлическим уплотнением встроенной азотной ловушки насоса НСЖА-0.04, второй конец которой соединен через клапан с форвакуумным механическим насосом.

Внутри корпуса 1 размещен радиационный экран, состоящий из сосуда 9 для жидкого N_2 экрана-теплопровода 10 и шевронного экрана 11. Сосуд 9 в верхней части имеет две трубки-

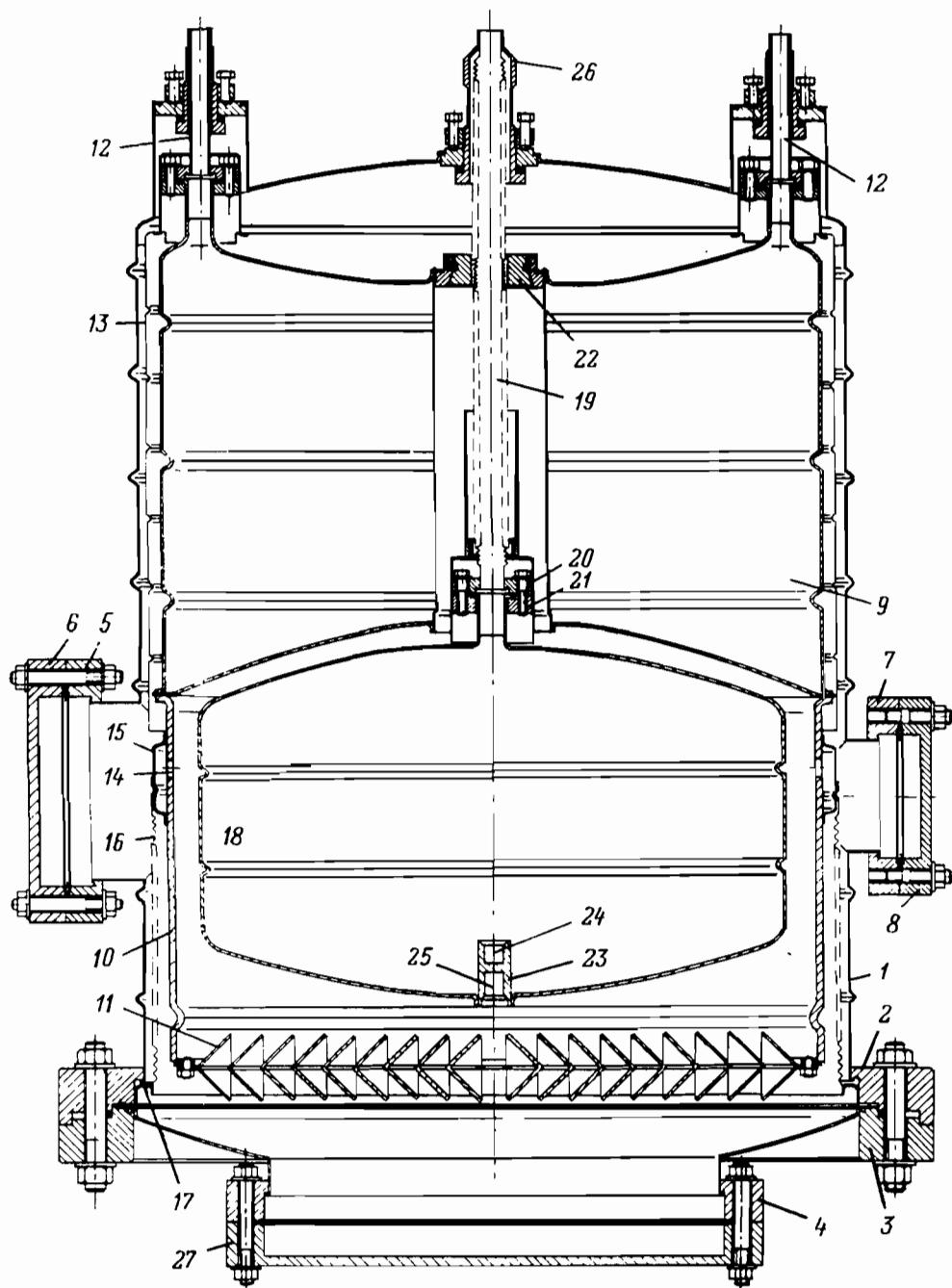


Рис. 13. Общий вид криоконденсационно-сорбционного заливного насоса, охлаждаемого жидким Не, с производительностью по N_2 $S_h = 2 \text{ м}^3/\text{с}$

подвесы 12, служащие для заливки жидкого N_2 выхода его паров, а также для закрепления радиационного экрана к крышке корпуса.

Между корпусом 1 насоса и наружными поверхностями крышки и стенки сосуда 9 размещен промежуточный экран 13. В верхней части экрана-теплопровода 10 имеется несколько симметрично расположенных отверстий 14, перекрытых кольцевым экраном 15, имеющим такое же число отверстий, что и в экране-теплопроводе 10, но смещенных в шахматном порядке относительно отверстий 14. Поверхность кольцевого экрана 15 ниже отверстий плотно охватывается тонкостенным экраном — тепловым мостом 16 сильфоноподобного вида, который через кольцо 17 плотно контактирует с поверхностью фланца 2.

Между днищем сосуда 9, экраном-теплопроводом 10 и шевронным экраном 11 размещен сосуд 18, в который через трубку-подвес 19 заливается жидкий Не. Трубка-подвес 19 выполнена из гофрированного гибкого шланга из нержавеющей стали со спиралевидным профилем гофр, содержит разъемное соединение с сосудом 18 в виде фланцев 20 и 21 и втулку-тепловой мост 22, которая имеет хороший тепловой контакт как с трубкой-подвесом 19, так и с крышкой сосуда 9.

К днищу сосуда 9 приварена втулка 23, имеющая два глухих отверстия 24 и 25, служащих для фиксации концов транспортировочных штанг, верхняя из которых вставляется через трубку-подвес 19 до упора нижним концом в отверстие 24, а нижняя — до упора верхним концом в углубление 25. Противоположные концы указанных штанг закрепляются соответственно на верхнем патрубке 26 и во фланце-заглушке 27 (штанги на рис. не показаны).

Корпус насоса вместе со всеми фланцами выполнен из титана, радиационный экран — из алюминия, промежуточный экран 13, экран — тепловой мост 16 — из ленты из нержавеющей стали толщиной 0.1 мм. Фланцы 20, 21, а также аналогичные им фланцы, стыкующие трубки-подвесы 12 с сосудом 9, и сами трубки 12 выполнены также из нержавеющей стали.

Поверхности шевронного экрана 11, а также внутренняя поверхность кольцевого экрана 15 покрынены (содержат) локрытия из окиси хрома и окиси титана толщиной около 0.2 мм, нанесенные методом плазменного напыления, и имеют степень черноты не менее $\epsilon = 0.99$.

Все остальные поверхности узлов насоса, обращенные в вакуумный объем, тщательно полированы и на них имеют алюминиевые покрытия толщиной 1—3 мкм, нанесенные термическим испарением в протоке Не, испаряемого из жидкой фазы по технологии, описанной в работе [18]. Степень черноты пленки алюминия на сосуде 18 при $T = 4.2$ К равна $\epsilon = 0.002$.

Наличие экрана-теплового моста 16 обеспечивает возможность без обезгаживания прогревом корпуса 1 получать предельный вакуум, создаваемый насосом, $P_{\text{пр}} < 10^{-11}$ Па. Это достигается тем, что десорбируемые с внутренней поверхнос-

ти корпуса газы диффундируют через систему отверстий в кольцевом экране 15 и отверстия 14, с большой степенью вероятности ударяясь о боковую поверхность сосуда 18, конденсируются на ней, и практически при молекулярном режиме течения газов не могут проникнуть непосредственно в область входного патрубка насоса.

Параметры насоса, изображенного на рис. 13, приведены в 6-м столбце табл. 1.

Кроме насоса, приведенного на рис. 13, были спроектированы два других насоса аналогичной конструкции меньших размеров с производительностью $0.5 \text{ м}^3/\text{с}$ (см. 5-й столбец табл. 1) и больших размеров с производительностью $5 \text{ м}^3/\text{с}$ (см. 7-й столбец табл. 1).

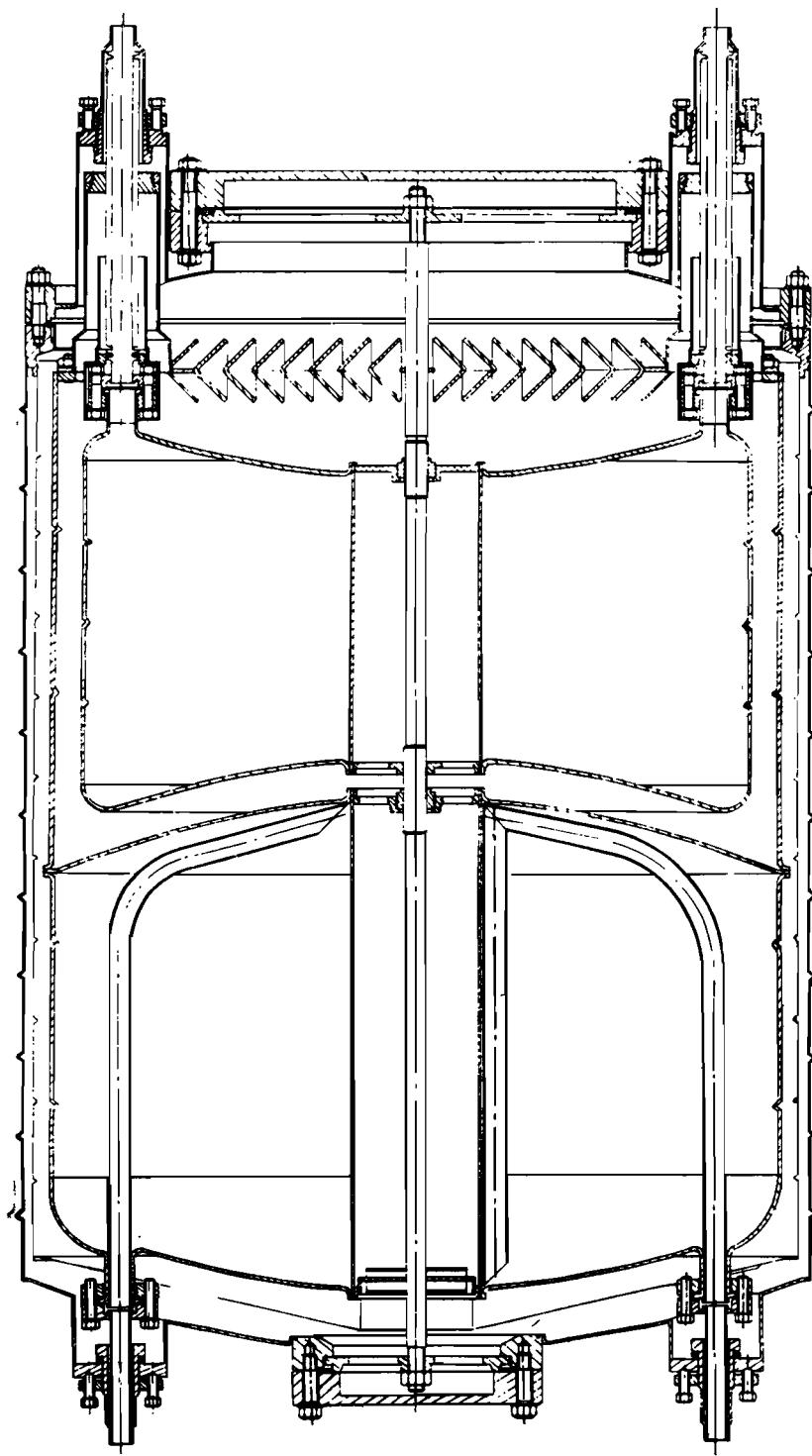
Для ряда установок, которые по компоновке имеют возможность подсоединить средства откачки только в нижней части камеры (напылительные установки, аналитические комплексы и другие), были спроектированы три модификации гелиевых заливных насосов с подсоединительным фланцем сверху с производительностью 0.5 , 2 и $4 \text{ м}^3/\text{с}$, параметры которых приведены соответственно в 9, 10 и 11-м столбцах табл. 1.

На рис. 14 показан общий вид одного из таких насосов с производительностью $2 \text{ м}^3/\text{с}$. Конструктивные отличия этого насоса от насоса, изображенного на рис. 13, лишь в том, что сосуд радиационного экрана для жидкого N_2 расположен внизу, сосуд для жидкого Не — вверху, шевронный экран расположен также вверху между входным фланцем и крышкой Не-сосуда. Кроме того, Не-сосуд имеет две трубы-подвеса, заливка сосуда для жидкого N_2 осуществляется снизу. Насос этот также выполнен из титана и алюминия.

Для специальных задач, где требуется повышенная удельная откачка H_2 и Не, например, для откачки установок термоядерного синтеза, разработан конденсационно-сорбционный насос, охлаждаемый жидким Не, с так называемой „охватываемой зоной откачки”, который имел коэффициент захвата по H_2 и Не больше в 1.7 и 3.1 раза, соответственно, по сравнению с крионасосом с таким же диаметром корпуса и Ду подсоединительного фланца, но выполненного по конструктивной схеме насоса, изображенного на рис. 13.

На рис. 15 приведен общий вид крионасоса с охватываемой зоной откачки, параметры которого приведены в 8-м столбце табл. 1.

Отличительной особенностью этого насоса является то, что откачивающей поверхностью его является не только поверхность днища 1 гелиевого сосуда 2, но и внутренняя поверхность обечайки 3, имеющей хороший тепловой контакт с сосудом 2. Кроме того, шевронный экран состоит из дискового шеврона 4 и цилиндрического шеврона 5, располагаемого coaxialno обечайке 3, что обеспечивает большее проникновение



молекул газов через шевронный экран, прошедших через входное отверстие насоса. Для более эффективного охлаждения шевронов 4 и 5 насос содержит верхнюю 6 и нижнюю 7 кольцевые полости, сообщающиеся с сосудом 8 для жидкого N_2 , с помощью трубок 9 и 10 и постоянно заполненные в рабочем режиме жидким N_2 .

На рис. 16 показан спектр остаточных газов при предельных давлениях насоса, измеренный монополярным массспектрометром АПДМ-1. Основными остаточными газами в спектре являются H_2 (42 %), N_2 (16 %); все газы с массой, большей 44, в спектре отсутствуют.

В режиме конденсационно-сорбционной откачки при известных коэффициентах прилипания H_2 и He на Ar-конденсатах при $T = 4.2$ К соответственно $\alpha_{H_2} = 0.5$ и $\alpha_{He} = 0.1$ [19] коэффициенты захвата H_2 и He у крионасоса с охватываемой зоной откачки соответственно оказались $\gamma_{H_2} = 0.51$ и $\gamma_{He} = 0.41$.

Быстрота действия насоса, изображенного на рис. 15, по Ar, N_2 , H_2 и He, соответственно, оказалась равной 8, 10, 40 и $20 \text{ м}^3/\text{с}$.

При этих же режимах работы заливных криоконденсационно-сорбционных насосов, охлаждаемых жидким He, были получены изотермы адсорбции H_2 и He на Ar-конденсатах толщиной 10^4 монослоев и 10^5 монослоев, первые из которых приведены на рис. 17, где кривая 1 — изотерма адсорбции H_2 при температуре Ar-конденсата 4.2 К, кривые 2 и 3 — изотермы адсорбции He при $T = 4.2$ К и $T = 2$ К, соответственно.

Как видно из этих кривых, для сохранения максимальной быстроты действия насоса по H_2 ($\sim 40 \text{ м}^3/\text{с}$ на входном фланце) при рабочем давлении его, например, 10^{-7} — 10^{-6} Па, соответственно на каждые $2.6 \cdot 10^3$ — 10.8 предварительно сконденсированных при $T_k = 4.2$ К атомов Ar должно быть адсорбировано не более одной молекулы H_2 , или на каждый килограмм аргонового конденсата — не более $2.2 \cdot 10^{-4}$ — $5.2 \cdot 10^{-2}$ н.м. $^3 H_2$. Тогда предельные давления по H_2 , соответственно, окажутся не выше 10^{-8} — 10^{-7} Па. Кроме того, на рис. 17 для сравнения эффективностей конденсационно-сорбционной и сорбционной откачки H_2 приводится изотерма адсорбции H_2 активным углем

Рис. 14. Общий вид криоконденсационно-сорбционного заливного насоса, охлаждаемого жидким He, с подсоединительным фланцем сверху и производительностью по $N_2 S = 2 \text{ м}^3/\text{с}$

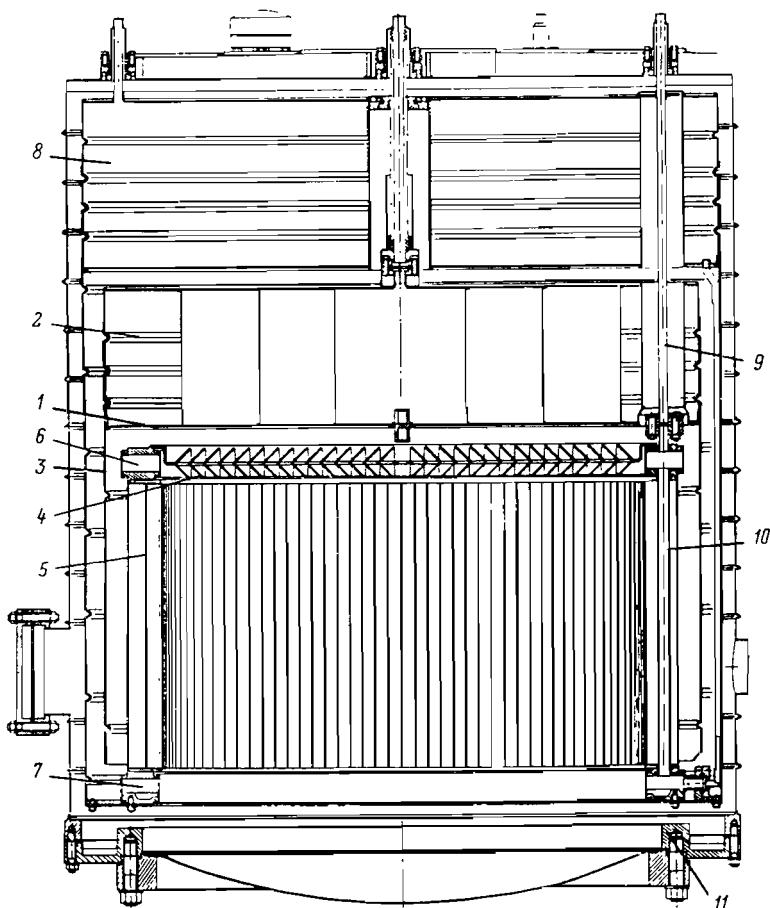


Рис. 15. Общий вид криоконденсационно-сорбционного насоса, охлаждаемого жидким Н₂, с охватываемой зоной откачки

БАУ, охлажденным до $T = 4.2$ К (кривая 4), полученная автором работы [20].

Из сопоставлений кривых 1 и 4 видно, что в области давлений выше 10^{-4} Па сорбционная способность по Н₂ Ar-конденсата в 4–5 раз выше, чем у угля БАУ, на единицу их массы, а в области давлений ниже 10^{-5} Па сорбционная способность Ar-конденсата оказывается на 1.5–2 и более порядков выше сорбционной способности угля БАУ.

Из этого же рис. 17 видно, что с помощью конденсационно-сорбционного насоса, охлаждаемого жидким Н₂, можно на Ar-конденсате сорбировать достаточно большие количества Н₂ при сохранении довольно низких его равновесных давлений. Так, коэффициент сорбции k_s , равный отношению объема сорбируемого газа к объему газа-криосорбента, приведенных к нор-

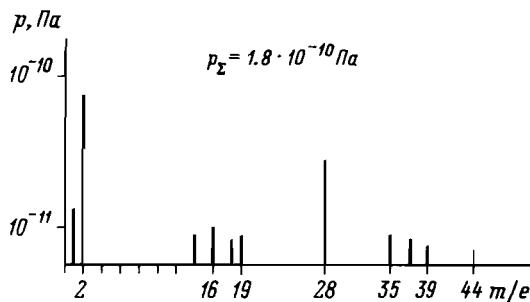


Рис. 16. Спектр остаточных газов, измеренный монополярным масс-спектрометром АПДМ-1, при предельных давлениях насоса

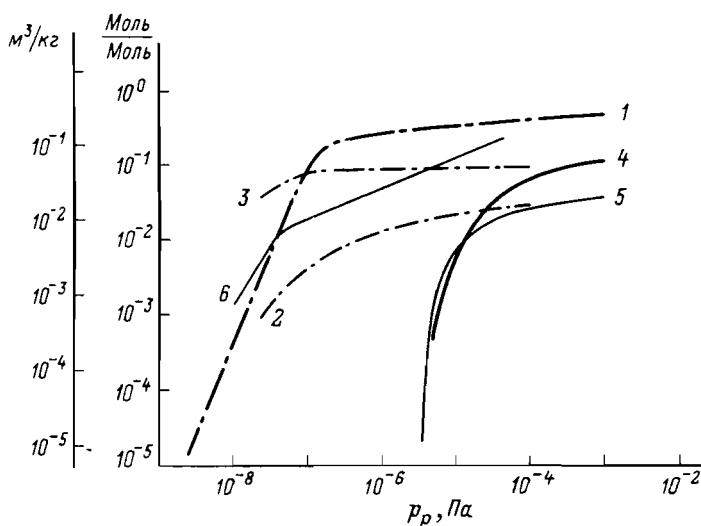


Рис. 17. Изотермы адсорбции на Ar-конденсате при $T = 4.2\text{ К}$ H_2 (1), He (2) и при $T = 2\text{ К}$ He (3); на угле БАУ при $T = 4.2\text{ К}$ H_2 (4), He (5) и на цеолите CaA [20] при $T = 4.2\text{ К}$ He (6)

мальным условиям, оказывается при $T = 4.2\text{ К}$ довольно высоким, а именно $k_s = 0.01 - 0.02$, или 1-2 %, соответственно, при равновесных давлениях Не $p_0 = 1 \cdot 10^{-6} - 1 \cdot 10^{-4}$ Па (кривая 2).

Здесь же на рис. 17 приводятся изотермы адсорбции Не углем БАУ (кривая 5) и цеолитом CaA (кривая 6) при $T_s = 4.2\text{ К}$, построенные в размерности $\text{м}^3/\text{кг}$. Как видно, сорбционная способность по Не угля БАУ, особенно при $P_0 < 10^{-5}$ Па, на несколько порядков ниже сорбционной способ-

ности Ar-конденсата при $T = 4.2$ К. Сорбционная способность же цеолита CaA в области равновесных давлений 10^{-5} — 10^{-7} Па приблизительно в 4 раза выше сорбционной способности Ar-конденсата при $T = 4.2$ К.

Наибольший практический интерес, особенно для откачки установок термоядерного синтеза, представляет режим откачки He крионасосом с предварительно сконденсированным при $T_K = 4.2$ К аргоном, охлажденным затем до $T_s = 2$ К и ниже путем откачки паров жидкого He (рис. 17, кривая 3). При этом Ar-конденсат в количестве 10^4 монослоев обладает коэффициентом сорбции $k_s = 0.08$ — 0.09 , или 8—9 % при равновесных давлениях He $P_0 = 10^{-7}$ — 10^{-5} Па. Если учесть, что и при толщинах конденсатов, на порядок больших (10^6 монослоев и более), k_s при $T = 2$ К не намного уменьшается, то реально конденсационно-сорбционные насосы, охлаждаемые жидким He, при его $T_s = 2$ К могут откачивать несколько н.л He на нескольких десятках н.л предварительно сконденсированного при $T_K = 4.2$ Ar.

В результате проведенных теоретических и экспериментальных исследований, а также накопленного опыта разработки, проектирования, создания и эксплуатации оптимизированных по ряду параметров конструкций заливных сорбционных и конденсационно-сорбционных насосов, охлаждаемых жидким, твердым N и жидким He, можно констатировать, что эти насосы в большинстве случаев при решении самых различных задач вакуумной техники могут быть использованы с гораздо большей эффективностью по сравнению с традиционными средствами откачки. Отсутствие движущихся частей у них делает их высоконадежными в течение срока не менее 10 лет. Почти полная автономность их работы и независимость от источников электроэнергии, воды, пневмосистем, а также высокая экономичность по расходу криоагентов делает их эксплуатацию, особенно в промышленности, намного более рентабельной по сравнению с другими современными средствами откачки.

В настоящее время несколько различных модификаций рассмотренных в данной работе крионасосов успешно работает на ряде промышленных предприятий и в научных организациях АН СССР.

ЛИТЕРАТУРА

1. Фалалеев Л.В., Цейтлин А.Б. Подавление диффузии масляного пара из механических насосов потоком воздуха // Приборы и техника эксперимента. — 1972, № 5. — С. 253.
2. Николаев К.И., Дубинин И.И. Об адсорбционных свойствах углеродных адсорбентов // Известия АН СССР, ОХН. — 1958, № 10. — С. 1165—1174.

3. Кушнир Н.А., Лунев В.М., Романов А.А. Кинетика адсорбции N_2 , Ar и H_2 гранулами различных адсорбентов, охлаждаемых до температуры жидкого азота // ЖТФ. — 1966. — Т. 36, № 11. — С. 2075—2079.
4. Ларин М.П. Получение температур в интервале 29—63К с помощью твердого азота и его использование // Приборы и техника эксперимента. — 1976, № 6. — С. 208—211.
5. Ларин М.П. Получение сверхвысокого вакуума с помощью криогенных систем, охлаждаемых твердым азотом // ЖТФ. — 1985. — Т. 55, № 3. — С. 449—467.
6. Ларин М.П. Конденсационно-сорбционная и сорбционная откачка при температурах твердого азота // ЖТФ. — 1988. — Т. 58, № 10. — С. 2026—2039.
7. Справочник по физико-техническим основам криогеники / Под ред. М.П. Малкова — М.: Энергия, 1973. — 392 с.
8. Дэшман С. Научные основы вакуумной техники. — М.: Мир, 1964. — 715 с.
9. Боровик Е.С., Лазарев Б.К. О предельном вакууме конденсационных насосов // ПТЭ. — 1960, № 1. — С. 115—118.
10. Юферов В.Б., Кобзев П.М. Откачка гелия сконденсированными слоями газов в интервале 10^{-9} — 10^{-13} торр // ЖТФ. — 1969. — Т. 39, № 3. — С. 572—576.
11. Юферов В.Б., Кобзев П.М., Гласов Б.В. Криосорбционная откачка в интервале $760\cdot10^{-13}$ мм. рт. ст. — В кн.: Физика и техника вакуума. — Казань. 1974. — С. 96—102.
12. Ларин М.П. Сверхвысоковакуумный агрегат с гелиевым криогенным насосом // Приборы и техника эксперимента. — 1983, № 6. — С. 128—132.
13. Ларин М.П. Сверхвысоковакуумный гелиевый заливной криогенный заливной криогенный насос повышенной производительности // ЖТФ. — 1988. — Т. 58. — Вып. 4. — С. 744—753.
14. Ларин М.П. Высоковакуумные агрегаты с криогенным и магниторазрядным насосами // Приборы и техника эксперимента. — 1982, № 2. — С. 130—133.
15. Юферов В.Б. Исследование конденсационно-сорбционной откачки и ее применение в термоядерном синтезе. — Дис. ... докт. техн. наук. — Харьков, 1974.
16. Ларин М.П. К вопросу об измерении очень малых значений степени черноты и о поглощении теплового излучения слоями сконденсированного азота с адсорбированным водородом // ЖТФ. — 1980, Т. 50. — Вып. 9. — С. 1955—1966.
17. Ларин М.П. Получение, измерение и использование поверхности с малой степенью черноты при низких температурах // ЖТФ. — 1983. — Т. 53. — Вып. 5. — С. 892—905.
18. Ларин М.П. К вопросу о напылении пленок в парах жидкого гелия // Электронная техника, сер.: Материалы. — 1980. — Вып. 5 — С. 14—16.
19. Юферов В.Б., Коваленко В.А., Кобзев П.М. // ЖТФ. — 1967. — Т. 37. — С. 1726—1728.

20. Юферов В.Б. Конденсационно-сорбционная откачка. — Вопросы атомной науки и техники, сер.: Низкотемпературная адсорбция и криогенный вакуум. — Харьков. — 1971. — С. 125—145.

Рукопись поступила 15.11.90