

Vakuumtechnik: Versuchsanleitung

M. Reber 1996, R. Meier 1993

2. November 2004

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	3
1 Übersicht	4
1.1 Einleitung	4
1.2 Literatur	5
1.3 Einige allgemeine Bemerkungen	5
1.4 Was ist wann zu tun?	6
1.4.1 Vor Versuchsbeginn	6
1.4.2 Während und nach der Versuchsdurchführung	6
2 Theorie und Aufgaben zur Vorbereitung des Vakuumversuches	7
2.1 Ausheizen der Vakuumanlage - eine Abschätzung	7
2.2 Volumenexpansion	7
2.3 Leitwertbestimmung	8
2.3.1 Molekularer Fluss	8
2.3.2 Leitwert F	9
2.3.3 Leitwertbestimmung	13
I Versuchsteil I	16
3 Apparatives zum Versuchsteil I	17
3.1 Übersicht über die Anlage zur Erzeugung eines Ultrahochvakuums (UHV)	17
3.2 Systeme zur Erzeugung und Messung des Vorvakuums	19

3.2.1	<i>Sorptionspumpe „Vac Sorb“</i> der Firma Varian (Betriebsanleitung in der „Vakuum“-Mappe)	19
3.2.2	<i>Hochvakuum-Ventil VRD-25</i> der Firma Vacuum Generators (siehe Prospekt in der „Vakuum-Mappe“) . .	19
3.2.3	<i>Hochvakuum-Ventil CRD-25</i> der Firma Vacuum Generators (siehe Prospekt in der „Vakuum-Mappe“) . .	20
3.2.4	<i>Einlassventil „Hoke“</i>	20
3.2.5	<i>Wärmeleitungsvakuummeter nach Pirani</i> (Typ LKB Autovac; siehe Pupp, Seite 38, sowie Betriebsanleitung) 20	
3.3	Hochvakuumpumpe	21
3.3.1	<i>Hochvakuumpumpe „Vac Ion“</i> (Ionengetterpumpe) der Firma Varian (siehe Pupp, Seite 88, sowie Betriebsanleitung „20 l sec ⁻¹ Noble VacIon Pumpe“)	21
3.4	System zur Messung des Hochvakuums	21
3.4.1	<i>Ionisations-Vakuummeter „Veeco“</i> nach dem Prinzip von Bayard-Alpert (siehe Pupp, Seiten 42 und 43, sowie Betriebsanleitungen)	21
3.5	Quadrupolmassenspektrometer	22
3.5.1	<i>Quadrupolmassenspektrometer „QMG 64“</i> der Firma Balzers (Literaturhinweis: Brunuée-Voshage: Massenspektrometrie, Seiten 47 und folgende (Funktionsweise), Betriebsanleitung QMG 64)	22
4	Erzeugung eines Ultrahochvakuums – Anleitung zum Versuchsteil I	24
4.1	Versuchsanleitung Teil I	24
II	Versuchsteil II	27
5	Apparatives zum Versuchsteil II	28
5.1	Einige allgemeine Bemerkungen	28
5.2	Beschreibung einzelner Geräte	28
5.2.1	System zum Einlass einer gewünschten Gassorte . . .	28
5.2.2	System zur Druck- und Volumenbestimmung der Gase	31
5.2.3	Getterteil	31
5.2.4	Leitwertbestimmung	31

5.3	System zur Erzeugung des Vakuums	32
5.3.1	<i>Rotationspumpen</i> Edwards ED-50 und Alcatel 2005 (siehe Pupp, Seite 68, sowie Betriebsanleitung)	32
5.3.2	<i>Turbomolekularpumpe</i> Pfeiffer-Balzers TPH 040	33
5.3.3	Einschalten der Pumpe	33
5.3.4	Auspumpen	33
5.3.5	Abschalten der Pumpe	33
6	Volumen-, Sorptions- und Leitwertmessung – Anleitung zum Versuchsteil II	34
6.1	Volumenmessung	34
6.1.1	Bestimmen von V_1 und V_2	35
6.2	Sorptionsisotherme für Argon an Aktivkohle bei Trockenei- stemperatur	35
6.3	Bestimmung der Leitwerte	37

Kapitel 1

Übersicht

1.1 Einleitung

Mit dem Versuch „Vakuumtechnik“ werden zwei Ziele verfolgt: Wie aus dem Versuchstitel hervorgeht, soll der Versuch einerseits mit den technischen Möglichkeiten zur Erzeugung und Analyse von technischen Vakua vertraut machen. Andererseits soll der Versuch aber auch eine Einführung in die Physik verdünnter Gase geben. Dabei geht es nicht in erster Linie darum, physikalische Gesetze von Grund auf zu erarbeiten, sondern geeignete Parametrisierungen dieser Gesetze anzuwenden.

Der Versuch ist, was die Versuchsaappatur betrifft, zweigeteilt:

Teil I Mit der ersten Apparatur soll stufenweise ein Ultrahochvakuum (UHV) erzeugt werden. Das Kennenlernen verschiedener Pump- und Druckmesssystemen, sowie die Restgasanalyse mit einem Quadrupol-Massenspektrometer stehen in diesem Versuchsteil im Vordergrund.

Teil II Die zweite Apparatur ist von der ersteren vollständig getrennt und umfasst drei Experimente:

1. Zuerst messen wir das Volumen eines Rohrsystems mit Hilfe eines Referenzvolumens. Diese Messung ist eine einfache Anwendung des Gesetzes von Boyle-Mariotte. Dieser Versuchsteil gibt zugleich auch die Gelegenheit, sich in die recht komplexe UHV-Anlage einzuarbeiten.
2. Dieser Teil soll einen Einblick in das Gebiet der Sorptionstechnik geben. Die Sorptionstechnik findet in vielen Bereichen Anwendung. So ist sie fundamental wichtig für die Trennung und Reinigung von Gasgemischen, Speicherung von Gasen sowie in Pumpsystemen für Ultrahochvakuumanlagen.

3. Der letzte Versuchsteil handelt von Durchflussraten und Leitwerten in Vakuumanlagen. Im Versuch vergleichen wir Leitwerte, die wir aus theoretischen Modellvoraussagen gewonnen haben mit solchen aus effektiven Messungen. Dieser Versuchsteil soll insbesondere zeigen, wie eine Vakuumanlage entsprechend der Vorgaben dimensioniert werden kann. Ebenso können mit der gleichen Methode Abpumpzeiten von Vakuumanlagen abgeschätzt werden.

1.2 Literatur

Als Grundlage dient das Buch *W. Pupp, Vakuumtechnik, Thiemig-Taschenbücher, München, 1972*. Es wird die Kenntnis der Abschnitte 1 bis 15 und 17 bis 21 vorausgesetzt. Im Laufe dieser Anleitung wird auf einzelne Stellen noch spezieller hingewiesen.

Ein weiteres Standardbuch ist das Buch *S. Dushman, Vacuum-Technique, John Wiley and Sons, London, 1962*. Dieses Buch steht in der Bibliothek und im Praktikumsraum zur Verfügung.

Das Buch von Pupp sowie Kopien von diversen Gebrauchsanleitungen etc. werden in einer Sammelmappe leihweise zur Verfügung gestellt. Ausserdem können sämtliche Gebrauchsanweisungen im Original vom Assistenten angefordert werden.

1.3 Einige allgemeine Bemerkungen

Die im Praktikum aufgestellten Anlagen bestehen aus Einzelkomponenten, die von der Industrie und Forschung für ähnliche Aufgaben ebenfalls verwendet werden. Sie sind daher keine „robusten Schulgeräte“, sondern hochempfindliche Apparate, die einen grossen Wert darstellen. Viele der Geräte sind von der Herstellerfirma speziell justiert und geeicht worden. Wahlloses Manipulieren ist deshalb strikte zu unterlassen und das Bedürfnis „Knöpfli zu drehen“ auf die vorgeschriebenen Gelegenheiten zu beschränken. *Jeder Bedienungsschritt soll zuerst überlegt werden*. Dies ist vor allem beim Öffnen von Ventilen wichtig, da ein unkontrolliertes Einströmen von Gas sowohl Pumpen wie Manometer ruinieren kann. Bei Unklarheiten ist der Assistent unbedingt zu konsultieren, und wenn doch einmal etwas schief geht, sofort melden (das rechtzeitige Melden von Defekten erleichtert insbesondere auch die Arbeit der nachfolgenden Gruppen).

1.4 Was ist wann zu tun?

1.4.1 Vor Versuchsbeginn

1. Sorgfältiges Lesen der Anleitung inklusive Anhang. Die in der Leihmappe beigelegten Betriebsanleitungen sowie das beigelegte Vakuumbuch von W. Pupp dienen als Ergänzung und Vertiefung bei Unklarheiten.
2. Die im Kapitel 2 zusammengestellten Aufgaben sind ebenfalls *vor* Versuchsbeginn zu lösen. Sie sind integraler Bestandteil des Versuches, ohne die eine effiziente Versuchsauswertung *nicht* möglich ist.

1.4.2 Während und nach der Versuchsdurchführung

1. Ein gutes Protokoll zum Versuchsteil I. Es soll sowohl der Temperatur- wie auch der Druckverlauf der UHV-Anlage im Laufe des Tages auf das verteilte, halblogarithmische Millimeterpapier aufgetragen werden. Ebenso müssen, der Anleitung folgend, Restgasspektren aufgenommen, beschriftet und interpretiert werden.
2. Mit Hilfe eines Referenzvolumens müssen die Volumina V_1 und V_2 inklusive Fehler bestimmt werden (siehe Abschnitt 6.1).
3. Darstellen der Sorptions-Isotherme von Argon auf doppeltlogarithmischem Millimeterpapier (analog zu Fig. 6.1) und Vergleich mit der Literatur (siehe Abschnitt 6.2).
4. Der Druck über der Pumpe ist als Funktion des Druckes im Rezipienten in Abhängigkeit des Rohres auf Millimeterpapier darzustellen. Für alle drei Rohre wird der Achsenabschnitt und die Steigung der Regressionsgeraden gerechnet. Der Leitwert wird für alle drei Rohre berechnet und mit dem theoretischen Leitwert für die Rohre verglichen (siehe Abschnitt 6.3).

Kapitel 2

Theorie und Aufgaben zur Vorbereitung des Vakuumversuches

Wichtig: Die gestellten Aufgaben sind obligatorisch und müssen *vor* Versuchsbeginn gelöst werden. Sie sind Bestandteil des Versuches, und deren Resultate werden während des Versuches benötigt!

2.1 Ausheizen der Vakuumanlage - eine Abschätzung

(Dieser Abschnitt bezieht sich auf den Versuchsteil I)

Aufgabe 1: Ein würfelförmiges Volumen von 1 Liter Inhalt wird auf $1 \cdot 10^{-6}$ mbar ausgepumpt (Temperatur: 20°C). An den Wänden lagert eine monomolekulare H_2O Gasschicht (H_2O -Durchmesser $\approx 1.9 \text{ \AA}$; in Wirklichkeit umfasst die H_2O -Gasschicht bis zu 60 Schichten). Wie hoch wird der Druck im Würfel, wenn durch Ausheizen $1/100$ der an den Wänden angelagerten H_2O -Moleküle sich von den Wänden löst (Pumpe abgehängt)?

2.2 Volumenexpansion

(Dieser Abschnitt bezieht sich auf den Versuchsteil II, Versuch 1, Volumenexpansion)

Aufgabe 2: Man vergleiche auch mit Fig. 2.1. Im Volumen V_E herrsche ein Anfangsdruck p_1 , die Volumina V_1 und V_2 seien inklusive Zuleitungen

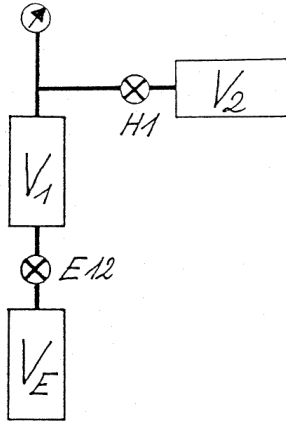


Abbildung 2.1: Schematische Skizze der Volumenmessung

evakuiert. Nun wird das Ventil E_{12} geöffnet (H_1 sei weiterhin geschlossen) und nach der Expansion des Gases der neue Druck p_2 gemessen. Nun wird E_{12} geschlossen, H_1 geöffnet und der Enddruck p_3 bestimmt. Berechne das Volumen V_1 und V_2 als Funktion von p_1 , p_2 , p_3 und V_E .

2.3 Leitwertbestimmung

(Dieser Abschnitt bezieht sich auf den Versuchsteil II, Versuch 3, Leitwertbestimmung)

2.3.1 Molekularer Fluss

Eine molekulare Strömung liegt dann vor, wenn die Zahl der Zusammenstöße zwischen den Molekülen klein ist im Vergleich mit den Kollisionen der Moleküle an den Wänden des Systems. Die Bewegung eines einzelnen Moleküles ist dann unabhängig von der der anderen Moleküle. Zur Berechnung einer Strömung ist dann die Maxwell'sche Geschwindigkeit massgebend.

Wir definieren als „Knudsen-Zahl“ K_n das Verhältnis von mittlerer freier Weglänge ℓ zur charakteristischen Systemdimension d . Falls $K_n \geq 3$, dann sind intermolekulare Stöße selten, und es liegt molekulare Strömung vor. Es gilt also

$$K_n = \frac{\ell}{d} = \frac{V/N}{\frac{\sigma}{d}} = \frac{kT}{\sqrt{2}\pi\delta^2pd} \geq 3 \quad (2.1)$$

ℓ : Mittlere freie Weglänge
 d : Charakteristische Systemgrösse
 V : Volumen
 N : Teilchenzahl
 σ : Stossquerschnitt
 k : Boltzmannkonstante
 T : Temperatur
 δ : Moleküldurchmesser
 p : Druck

Setzt man die Zimmertemperatur ein und wählt als Moleküldurchmesser $3 \cdot 10^{-8}$ cm, so lässt sich mit obiger Relation eine obere Grenze für den Druck

$$p \leq \frac{3.5 \cdot 10^{-3} \text{ mbar cm}}{d} \quad (2.2)$$

als Funktion einer charakteristischen Dimension d des Systems angeben, bei der molekulare Strömung vorliegt.

Aufgabe 3: Für Rohre mit kreisförmigem Durchmesser ist die charakteristische Systemdimension d durch den Rohrdurchmesser gegeben. Man berechne für die Rohrdurchmesser $d_1 = 4.5$ mm, $d_2 = 10$ mm und $d_3 = 20$ mm den maximalen Druck p , bei dem noch molekulare Strömung vorliegt.

2.3.2 Leitwert F

Die Flussrate Q ist definiert als der Volumenfluss durch eine Fläche bei einem Druck p . Sie wird meistens in Torr-Liter/Sekunde angegeben. Aus dem idealen Gasgesetz folgt sofort die Beziehung für die Anzahl Teilchen in diesem Fluss:

$$Q = p \frac{dV}{dt} = kT \frac{dN}{dt} \quad (2.3)$$

Den Leitwert F eines Hindernisses definiert man als Flussrate, dividiert durch die Druckdifferenz über dem Hindernis

$$F = \frac{Q}{p_1 - p_2} \quad (2.4)$$

wobei p_1 der Druck am Eingang und p_2 der Druck am Ausgang des Hindernisses bezeichnet.

Wir betrachten ein System aus zwei Behältern, die durch ein ideales Loch (keine Wanddicke) mit der Fläche A miteinander verbunden sind. Eine solche

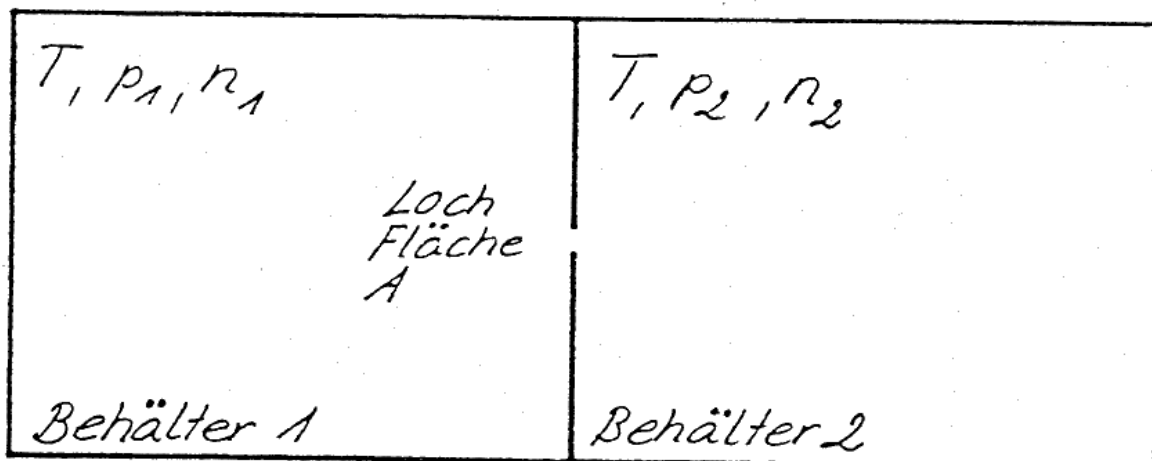


Abbildung 2.2: Zwei Behälter, die über ein Loch miteinander verbunden sind

Anordnung ist in Fig. 2.2 skizziert. Die Dimensionen der Behälter seien so, dass eine molekulare Strömung vorliegt. Es strömt nun Gas von einem Behälter in den anderen und umgekehrt. Diese Prozesse geschehe isotherm.

Die Anzahl der Teilchen, die von 1 nach 2 gehen, ist gegeben durch:

$$\frac{dN}{dt}(1 \rightarrow 2) = \beta_1 A = \frac{1}{4} n_1 v_a A \quad (2.5)$$

Wobei A die Fläche des Loches und β_1 die Zahl der auftreffenden Moleküle pro Zeit- und Flächeneinheit ist. Die Stosszahl β wird aus der Maxwell'schen Geschwindigkeitsverteilung berechnet, wobei n_1 die Teilchendichte im Behälter 1 und v_a die mittlere thermische Geschwindigkeit

$$v_a = \left(\frac{8kT}{\pi m} \right)^{0.5} \quad (2.6)$$

der Moleküle darstellt (m : Molekülmasse).

Aufgabe 4: Berechne die mittlere thermische Geschwindigkeit v_a für N_2 bei Zimmertemperatur.

Mit dieser Überlegung lässt sich die Netto-Flussrate Q_0 vom Behälter 1 in den Behälter 2 durch das ideale Loch berechnen:

$$Q_0 = kT \frac{dN}{dt}(1 \rightarrow 2) - kT \frac{dN}{dt}(2 \rightarrow 1) \quad (2.7)$$

$$Q_0 = \frac{1}{4}v_a A(kTn_1 - kTn_2) = \frac{1}{4}v_a A(p_1 - p_2) \quad (2.8)$$

Aus der Definition des Leitwertes F folgt die Beziehung für den Leitwert F_0 des idealen Loches

$$F_0 = \frac{1}{4}v_a A \quad (2.9)$$

Leitwerte von komplizierteren Systemen können meist nur numerisch berechnet werden. Der Leitwert F wird dabei meist als Produkt des Leitwertes F_0 für ein ideales Loch, das der Eintrittsfläche A des Hindernisses entspricht, mit der Durchlaufwahrscheinlichkeit K dargestellt.

$$F = KF_0 = K\frac{1}{4}v_a A \quad (2.10)$$

Die Angabe des Leitwertes F und die Angabe der Durchlaufwahrscheinlichkeit K und der Eintrittsfläche A eines Systems sind daher gleichwertig.

Für zylindrische Rohre ist die Durchlaufwahrscheinlichkeit K als Funktion des Verhältnisses von Länge ℓ zu Radius a in Fig. 2.3 dargestellt.

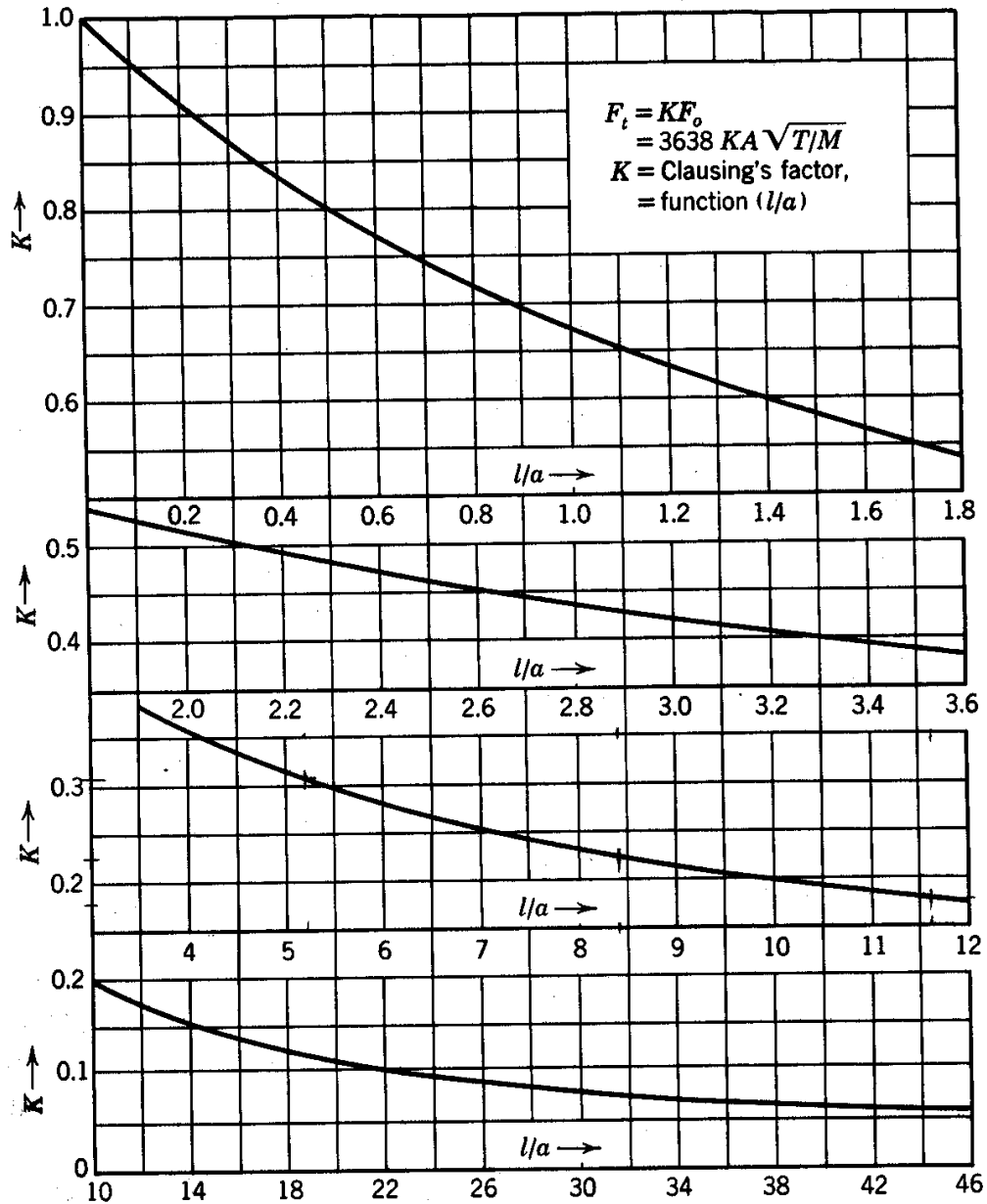
In der Praxis besteht ein System meist aus einer Kombination von Hindernissen mit bekanntem Leitwert. Oatly diskutiert in seiner Publikation „The flow of gas through composite systems at very low pressures, British Journal of Applied Physics, Vol. 8, 15 (1957)“ die Addition der Leitwerte zweier in Serie geschalteter Elemente mit Berücksichtigung des Überganges zwischen den Elementen. Seien K_1 , A_1 , resp. K_2 , A_2 die Durchgangswahrscheinlichkeiten und die Eintrittsflächen der beiden Elemente, so berechnet sich die Durchgangswahrscheinlichkeit K_{12} für beide Elemente wie folgt:

$$\frac{1}{K_{12}} = \frac{1}{K_1} + \frac{1}{gK_2} - \frac{1}{g}, \quad (2.11)$$

wobei $g = A_2/A_1$ das Verhältnis der beiden Eintrittsflächen ist. Diese Formel von Oatly liefert Resultate, die auf wenige Prozent genau sind. Es hat sich bewährt, Ein- und Austrittsflächen bezüglich der Pumprichtung zu definieren (siehe Fig. 2.4).

Die Pumpgeschwindigkeit S einer Pumpe wird üblicherweise in [ℓ/sec] angegeben. Die Pumpgeschwindigkeit S hat somit die gleiche Dimension wie der Leitwert F eines Hindernisses. Wie bei jedem Element einer Vakuumanlage, kann auch der Pumpe eine Durchgangswahrscheinlichkeit K_P zugeordnet werden:

$$S = K_P \times \frac{1}{4}v_a A \quad (2.12)$$



2.2. Plot of Clausing's factor, K , as a function of l/a . Scales for K and l/a are indicated for each curve.

Abbildung 2.3: Durchlaufwahrscheinlichkeit K zylindrischer Rohre als Funktion des Verhältnisses von Länge ℓ zu Radius a . Für grosse ℓ/a -Verhältnisse gilt die Näherungsformel $K = 8/3 \times a/\ell$ (Dushman 1962, Seite 95)

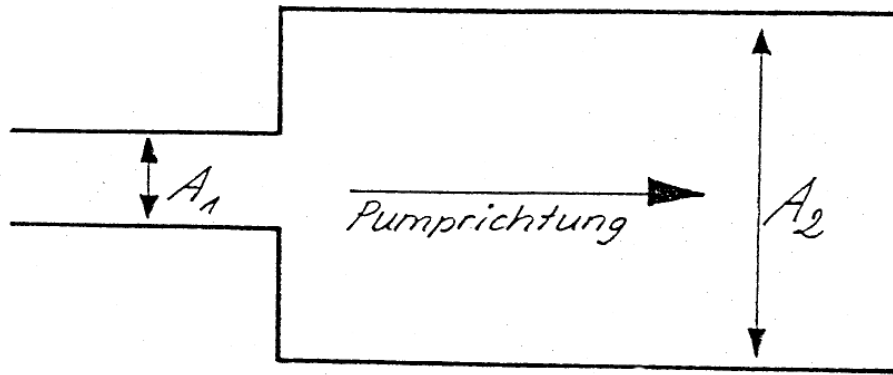


Abbildung 2.4: Illustration, wie „Ein- und Ausgangsflächen“ festgelegt werden. Einfachheit halber definieren wir Ein- und Austrittsflächen in Bezug auf die Pumprichtung (reine Konventionssache, kann auch umgekehrt festgelegt werden)

wobei A die Eintrittsfläche der Pumpe und v_a die mittlere thermische Geschwindigkeit ist.

Aufgabe 5: An einer 50lsec^{-1} Turbomolekularpumpe sei an der Ansaugöffnung ein Rohr der Länge l angebracht (siehe auch Fig. 2.5). Das Rohr habe wie die Ansaugöffnung einen Durchmesser von 50 mm. Man bestimme für die Länge 700 mm die effektive Pumpgeschwindigkeit S_{eff} , die infolge des „Rohrwiderstandes“ kleiner ist als der Nominalwert der Turbopumpe. Beachte, dass der Wert von l der Höhe entspricht, auf der die drei Versuchsrohre Rohr 1-3 über der Turbomolekularpumpe angebracht sind.

2.3.3 Leitwertbestimmung

Ein Vakuumsystem bestehe, wie unten skizziert, aus einem Behälter 1 und einem Behälter 2. Die beiden Behälter sind durch ein Rohr mit dem Leitwert F verbunden. Am Behälter 2 ist eine Pumpe mit der Pumpgeschwindigkeit S angebracht. Unten ist eine solche Anordnung skizziert (siehe Fig. 2.6). Dem Behälter 1 wird Gas mit der konstanten Flussrate Q zugeführt.

Die Druckänderung dp_2/dt im Behälter 2 wird durch folgende Kontinuitätsgleichung bestimmt (siehe Kapitel 6.3):

$$\frac{dp_2}{dt} = -\frac{S}{V}p_2 + \frac{F}{V}(p_1 - p_2) + \frac{L}{V}, \quad (2.13)$$

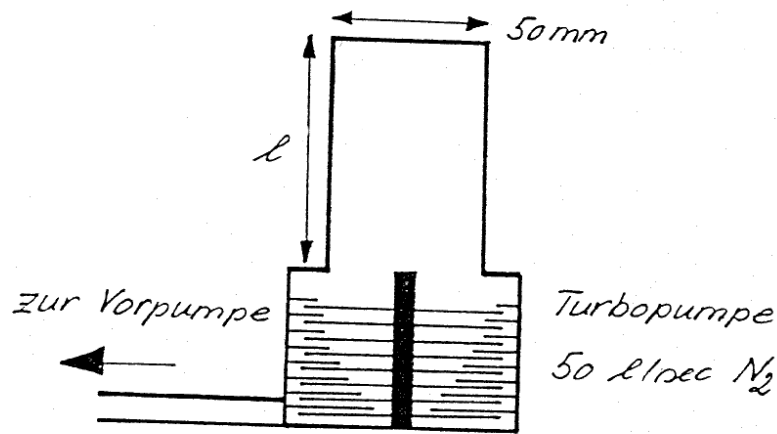


Abbildung 2.5: Figur zur Aufgabe 5: Turbomolekularpumpe mit Rohr der Länge l

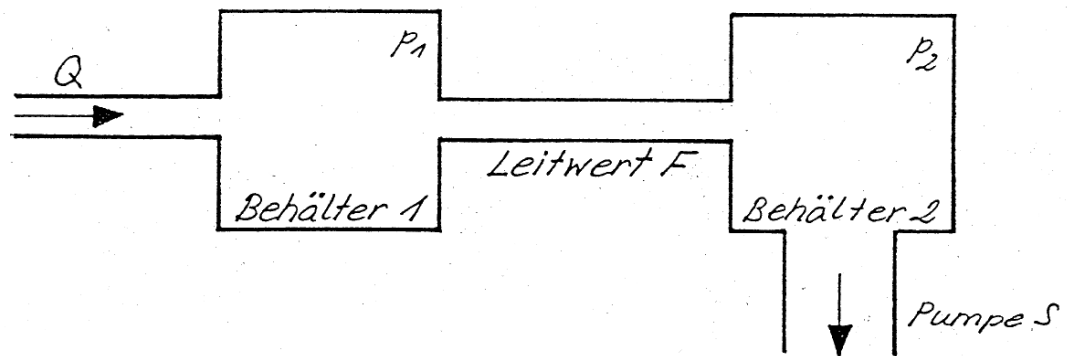


Abbildung 2.6: Versuchsanordnung zur Leitwertbestimmung

wobei L eine Leckrate darstellt, die a priori unbekannter Grösse und Herkunft ist (Desorption, Leaks, ...).

Im stationären Fall ist die Druckänderung gleich Null.

$$Sp_2 = L + F(p_1 - p_2) \quad (2.14)$$

$$p_2 = \frac{L}{S + F} + \frac{F}{S + F}p_1 = b + ap_1 \quad (2.15)$$

Der Druck p_2 hängt also linear von p_1 ab. Die Koeffizienten a und b können experimentell bestimmt werden. Aus dem Koeffizienten a kann der Leitwert F berechnet werden:

$$F = \frac{a}{1 - a}S \quad (2.16)$$

Gleichung (2.16) werden wir im Teil II für den Versuch 3 (Leitwert) verwenden. Wie schon oben gesagt, steht uns eine Versuchsanordnung nach Fig. 2.6 zur Verfügung. Experimentell werden wir die lineare Abhängigkeit des Druckes p_2 vom Druck p_1 , und somit auch die Koeffizienten a und b bestimmen (Gleichung 2.15). Anstelle eines einfachen Rohres zwischen den Behältern werden wir in der realen Versuchsanordnung ein zylindrisches Rohr, gefolgt von einem Ventil verwenden. Man hat also den Leitwert der Kombination dieser beiden Elemente experimentell bestimmt. Damit man den Leitwert des zylindrischen Rohres alleine erhält, muss man die Formel (2.11) zu Hilfe nehmen (Weiter sei darauf hingewiesen, dass für die Pumpgeschwindigkeit S die effektive Pumpgeschwindigkeit S_{eff} verwendet werden muss, wie sie in Aufgabe 5 berechnet wurde (siehe dazu auch Versuchsbeschreibung unter Kapitel 6.3)).

Teil I

Versuchsteil I

Kapitel 3

Apparatives zum Versuchsteil I

3.1 Übersicht über die Anlage zur Erzeugung eines Ultrahochvakuums (UHV)

Im wesentlichen besteht diese Anlage aus einem gasdichten Gehäuse, das über zwei Pumpenstufen auf ein Ultrahochvakuum evakuiert werden soll (Fig. 3.1). Der gewünschte Enddruck von einigen 10^{-9} mbar kann nur erreicht werden, wenn ein wesentlicher Teil der an den Innenwänden des Hochvakuumteils der Anlage adsorbierten Gase (vor allem H_2O) weggelöst und ebenfalls gepumpt werden (Pupp: Seite 12). Dies geschieht durch Ausheizen des Hochvakuumteils auf etwa $200^\circ C$ während einigen Stunden. Zur Messung von Druck und Temperatur stehen verschiedene Systeme zur Verfügung.

Im Zentrum der Anlage befindet sich die eigentliche Vakuumkammer. Sie besteht aus einem Stahlzylinder von ca. 1.5 l Inhalt, der nach dem Einfüllen eines eventuellen Testobjektes mit einem Metalldeckel verschlossen werden kann.

Auf vier Seiten der Vakuumkammer sind folgende Systeme angeschlossen

- *Vorne* an der Vakuumkammer:
 - Sorptionspumpe „Vac Sorb“ der Firma Varian
 - Hochvakuum-Ventil VRD-25 der Firma Vacuum Generators
 - Hochvakuum-Ventil CRD-25 der Firma Vacuum Generators
 - Einlassventil „Hoke“
 - Wärmeleitungsvakuummeter nach Pirani (Typ LKB Autovac)

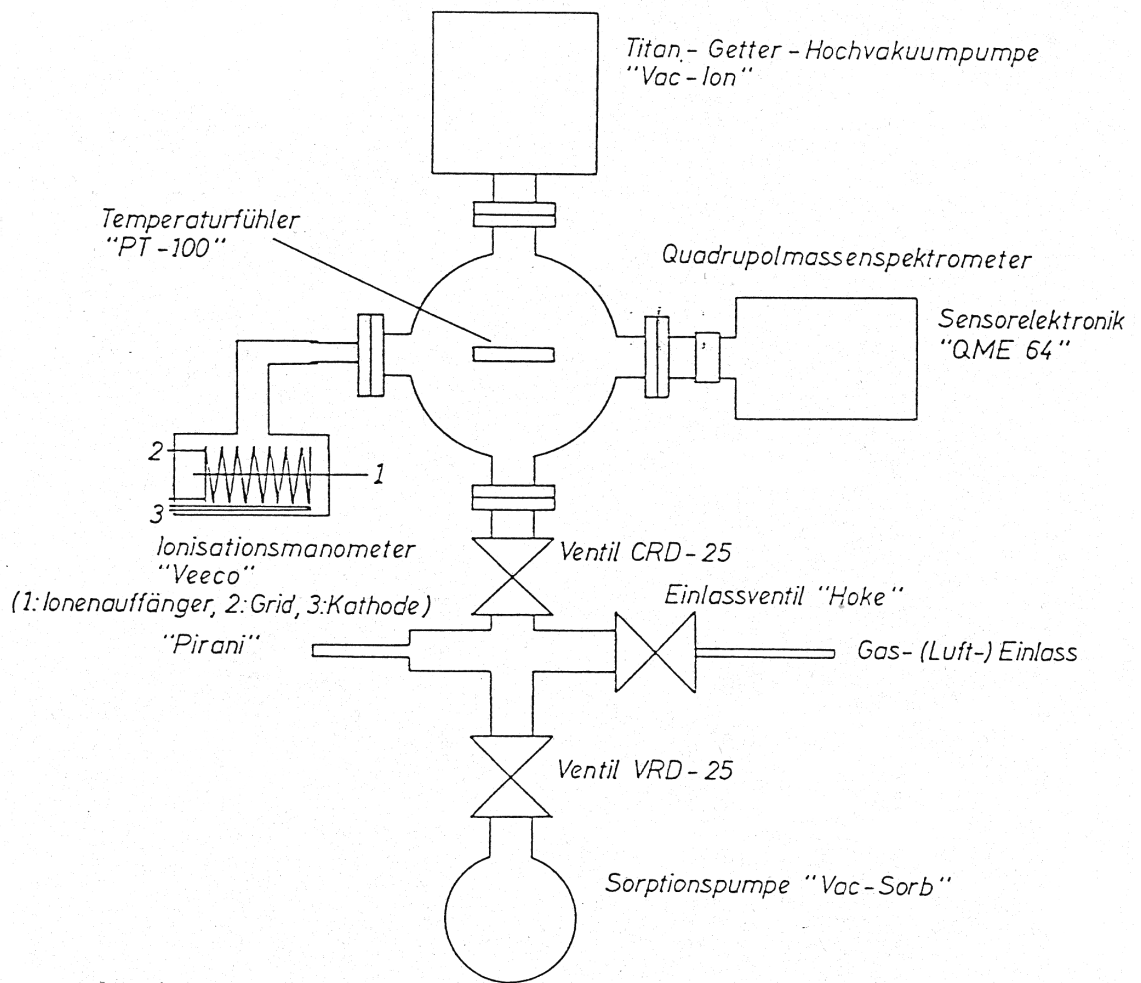


Abbildung 3.1: Schematischer Aufbau der UHV-Anlage des Versuchsteiles 1

- *Hinten* an der Vakuumkammer;
 - Hochvakuumpumpe „Vac Ion“ (Ionengetterpumpe) der Firma Varian
 - Ionisations-Vakuummeter „Veeco“ nach dem Prinzip von Bayard-Alpert
- *Rechts* an der Vakuumkammer:
 - Quadrupolmassenspektrometer „QMG 64“ der Firma Balzers

3.2 Systeme zur Erzeugung und Messung des Vorvakuums

3.2.1 *Sorptionspumpe „Vac Sorb“* der Firma Varian (Betriebsanleitung in der „Vakuum“-Mappe)

Dieser Pumpentypus besitzt den grossen Vorteil, dass er nur auf dem Prinzip der Adsorption ohne Verwendung von Rotoren und Kolben (Verunreinigungen des Systems durch Öldämpfe etc.) arbeitet. Diese Pumpe ist überall dort geeignet, wo nicht kontinuierlich grössere Gasmengen gepumpt werden müssen, sondern nach Erreichen eines Vorvakuums (ca. 10^{-2} mbar) ein weiteres Pumpsystem die Arbeit übernimmt, ein Hochvakuum zu erzeugen und zu erhalten. Dieses weitere Pumpsystem sollte natürlich ein in sich geschlossenes System darstellen (z.B. Ionengetterpumpe), und nicht wie eine Treibmittelpumpe (z.B. Öldiffusionspumpe) oder eine Turbomolekularpumpe dauernd gegen ein Vorvakuum arbeiten müssen.

3.2.2 *Hochvakuum-Ventil VRD-25* der Firma Vacuum Generators (siehe Prospekt in der „Vakuum-Mappe“)

Mit diesem Ventil kann die Sorptionspumpe nach der Erzeugung des Vorvakuums vom übrigen System abgetrennt und wieder regeneriert werden (durch Auftauen/Ausheizen). Der Dichtungsring des Ventils besteht aus Viton, einer chemisch sehr stabilen Kunststoffverbindung, die aber nur Temperaturen bis zu 140° C ausgesetzt werden sollte. Die Elastizität des Vitonringes erlaubt es, das Ventil mit einer vernünftigen Kraft von Hand zu schliessen.

3.2.3 Hochvakuum-Ventil CRD-25 der Firma Vacuum Generators (siehe Prospekt in der „Vakuum-Mappe“)

Um den Vorvakuumteil der Anlage von der Hochvakuumkammer zu trennen, ist ein Ganzmetallventil eingebaut. Da die Dichtung nicht aus Kunststoff, sondern aus einer Metallschneide besteht, kann das Ventil bis auf 450° C ausgeheizt werden. Im Gegensatz zum VRD-Ventil verlangt diese Dichtungsart aber eine sehr präzise Schliessposition des Stempels (geringe Elastizität der Metallschneide !). Ein bestimmtes Drehmoment zur Schliessung des Ventils wird daher von der Firma vorgeschrieben.

3.2.4 Einlassventil „Hoke“

Über das am Vorvakuumteil angebrachte Kleinventil „Hoke“ kann die Anlage nach Beendigung des Versuches wieder mit Luft geflutet werden.

3.2.5 Wärmeleitungsvakuummeter nach Pirani (Typ LKB Autovac; siehe Pupp, Seite 38, sowie Betriebsanleitung)

Dieses Messsystem ist zur Erfassung von Drücken zwischen ca. 100 mbar und 10^{-3} mbar geeignet. Das Gerät besitzt zwei Messbereiche und schaltet unterhalb ca. 0.1 mbar automatisch vom oberen in den unteren Bereich (rote Lampe rechts leuchtet: oberer Bereich). Das System besteht aus einer Messzelle, die am Vorvakuumteil der Anlage (zwischen den beiden „Vacuum-Generators-Ventilen“) angeschlossen ist.

Die Messzelle arbeitet nach dem folgenden Prinzip: Ein Metallfaden wird auf einer Temperatur von 120° C gehalten. Dabei gibt er Wärme über Wärmestrahlung und über konvektive Kühlung durch das ihn umgebende Gas ab. Da die konvektive Kühlung gasdruck- und gasartabhängig ist, ist die zugeführte elektrische Leistung, die den Metallfaden auf konstanter Temperatur hält, ein Mass für den Gasdruck in Abhängigkeit der Gasart um den Faden. Um mit dem Pirani Absolutmessungen durchführen zu können, muss die Messzelle für das zu messende Gas geeicht werden. Die Messzelle ist an einem Steuer- und Anzeigergerät angeschlossen. Über den Umschalter „Gauge“ können separat bis zu vier Messzellen erfasst werden.

3.3 Hochvakuumpumpe

3.3.1 *Hochvakuumpumpe „Vac Ion“ (Ionengetterpumpe) der Firma Varian (siehe Pupp, Seite 88, sowie Betriebsanleitung „20 l sec⁻¹ Noble VacIon Pumpe“)*

Diese Pumpe hat die Aufgabe, den Druck in der Vakuumkammer nach Erreichen eines Vorvakuums weiter zu senken und ein schliesslich erreichtes Hochvakuum zu erhalten. Die „VacIon“-Pumpe arbeitet nach dem Prinzip der Ionengetterpumpen und besitzt gleich wie die Sorptionspumpen den grossen Vorteil, ohne Treibmittel oder Schmiermittel zu arbeiten, d.h. „sauber“ zu sein. Die Ionengetterpumpe ist vom Vorvakuum abgetrennt und „frisst“ die restlichen Gase auf, im Gegensatz zu Rotations- oder Diffusionspumpen, welche die zu pumpenden Gase aus dem Pumpvolumen nach aussen (z.B. ins Vorvakuum) befördern. Dieser „Auffress“-Prozess hat eine Alterung der Pumpe zur Folge und erfordert nach einer gewissen Betriebszeit (einige Jahre, vom Druck und der Gasart abhängig) das Auswechseln bestimmter Pumpenteile.

Die „VacIon“-Pumpe wird über ein Speise- und Kontrollgerät betrieben. Der in der Pumpe erzeugte Ionenstrom ist proportional zur Anzahl der vorhanden Atome und Moleküle, d.h. proportional zum herrschenden Druck. Der Ionenstrom kann daher direkt zur *Druckmessung* benutzt werden (siehe „VacIon-Instructions“, Seite 16). Diese pumpeninterne Druckbestimmung ist jedoch nur bis ca. 10^{-10} mbar brauchbar (Kriechströme in der Pumpe, etc. verfälschen die Ionenstrommessung bei sehr kleinen Strömen). Zur genaueren Druckbestimmung im UHV-Bereich steht das im Folgenden beschriebene Ionisationsmanometer zur Verfügung. Obwohl es sich dabei ebenfalls um eine Druckmessung aufgrund der Ionisierbarkeit eines Gases handelt, erlaubt dieses Manometer dank seiner speziellen Konstruktion eine Ausdehnung des Messbereiches bis auf unter 10^{-10} mbar.

3.4 System zur Messung des Hochvakuums

3.4.1 *Ionisations-Vakuummeter „Veeco“ nach dem Prinzip von Bayard-Alpert (siehe Pupp, Seiten 42 und 43, sowie Betriebsanleitungen)*

Dieser weiterentwickelte Typ eines Ionisationsmanometers erlaubt die Messung von Drücken bis 10^{-10} mbar. Im Prinzip handelt es sich um eine Triode, wobei die von der Glühkathode emittierten Elektronen die Atome und Moleküle der Restgase ionisieren. Die Ausbeute dieses Prozesses ist direkt proportional der Anzahl vorhandener Atome, d.h. vom Druck abhängig. Die

erzeugten Ionen werden von einem spiralförmigen Gitter beschleunigt und auf die fadenförmige Anode im Zentrum der Messröhre gelenkt. Dieser Anodenstrom ist nun direkt ein Maß für den herrschenden Druck. Da die Ionisationswahrscheinlichkeit von der Gassorte abhängt, gilt die Eichung des Ionisationsmanometers nur für *eine* Gasart. In unserem Falle ist das Ionisationsmanometer für Stickstoff geeicht. Da aber die Zusammensetzung eines Gasgemisches meistens nur ungenau bekannt ist, besitzt die Druckmessung hier eine ziemliche Fehlerquelle. Die an der Wand der Messröhre und am Gitter angelagerten Gasmengen werden durch die heisse Kathode teilweise wieder verdampft. Durch die Anwesenheit dieser zusätzlichen Gasmengen in der Messröhre ergibt die Druckmessung jedoch einen gegenüber dem restlichen System erhöhten Wert. Um diese Verfälschung zu verkleinern, kann das Gitter speziell geheizt werden („Degas“) und damit die angelagerten Gasmengen reduziert werden. Die Genauigkeit der Messung eines Hochvakuums mit einem Ionisationsmanometer darf aus obigen (und weiteren) Gründen nicht überschätzt werden, und selbst Optimisten sollten dem abgelesenen Skalenwert eine Unsicherheit von etwa Faktor 2 einräumen.

3.5 Quadrupolmassenspektrometer

3.5.1 *Quadrupolmassenspektrometer „QMG 64“* der Firma Balzers (Literaturhinweis: Brunée-Voshage: Massenspektrometrie, Seiten 47 und folgende (Funktionsweise), Betriebsanleitung QMG 64)

Das Quadrupolmassenspektrometer dient der Restgasanalyse. Das QMG 64 ist ein mikroprozessorgesteuertes Gerät, das die Messung des Totaldruckes, der Partialdrücke von 8 ausgewählten Gasen, sowie die eines Massenspektrums (Massen 1 bis 64 u) ermöglicht. Es besteht aus 3 Hauptkomponenten: Der *Sensor QMG 64* ist rechts an die Vakuumkammer geflanscht. Er enthält eine Elektronenstoss-Ionenquelle, den Massenanalysator und einen Faraday-Auffänger zur Messung des Ionenstromes. Zur Schonung der Glühkathode in der Ionenquelle darf das Spektrometer erst ab einem Druck $p \leq 10^{-3}$ mbar in Betrieb genommen werden (sinnvolle Messungen erst ab $p \leq 10^{-4}$ mbar). Der Sensor ist ausheizbar bis maximal 250° C.

Die *Sensorelektronik QME 64* ist direkt auf den Sensor aufgesteckt und verschraubt. Sie generiert die Spannungen für den Sensor und beinhaltet den Elektrometer-Messverstärker für den auf den Faraday auftreffenden Ionenstrom. Die Sensorelektronik ist nicht ausheizbar. Sie muss daher vor dem Ausheizen *sorgfältig* vom Sensor abgetrennt werden.

Wichtig: An den Steckverbindungen liegt zum Teil Hochspannung. Vor dem Abtrennen muss das Gerät abgeschaltet werden!

Am *Steuergerät QMS 64* können die verschiedenen Betriebsarten gewählt und die Parameter verändert werden. Die digitale Anzeige ermöglicht das Ablesen von Total- resp. Partialdruck, sowie der eingestellten Parameterwerte. Kapitel 4 der Betriebsanleitung („Vakuum-Mappe“) ist eine vollständige Betriebsanleitung, die vor dem Praktikum erarbeitet werden soll. Vor allem die Einstellung der Parameter „RANGE“ und „SPEED“ soll verstanden werden.

Kapitel 4

Erzeugung eines Ultrahochvakuums – Anleitung zum Versuchsteil I

4.1 Versuchsanleitung Teil I

- Die sorgfältige Protokollführung ist ein wichtiges Element in diesem Versuchsteil. Das Protokoll sollte möglichst genau die durchgeführten Manipulationen wiedergeben. Insbesondere soll während des gesamten Versuchsablaufes der Druck wie auch der Temperaturverlauf aufgeführt werden.
- Es ist sicherzustellen, dass das Pumpenventil VRD-25 geschlossen ist. Wenn das Vakuumsystem noch evakuiert ist, wird durch das Einlassventil und das Ventil CRD-25 die Anlage geflutet (ausser Sorptionspumpe!). Der Druck im System kann mit dem Pirani überprüft werden (das Pirani darf auch bei Luftdruck betrieben werden, während das Ionisations-Vakuummeter, damit ein Oxydieren des Glühfadens vermieden werden kann, erst bei Drücken von kleiner als 10^{-3} mbar eingeschaltet werden sollte!).
- Die Sorptionspumpe muss mit flüssigem Stickstoff gekühlt werden. Dazu hängt man den zur Sorptionspumpe zugehörigen Styroporbehälter an die vorgesehene Halterung und giesst anschliessend flüssigen Stickstoff direkt in den Behälter. Mit der Zeit beruhigt sich die Flüssigkeitsoberfläche, so dass der Behälter nach einigen Minuten bis an den Rand gefüllt werden kann.
- Nach ca. 15 Minuten Abkühlzeit kann mit dem Pumpen begonnen werden (Ventile vorher kontrollieren!). Unmittelbar nach dem Öffnen

des VRD-25 Ventiles sollte der Druck am Pirani in möglichst rascher Abfolge abgelesen werden. Es ist zu beachten, dass der Druck sehr rasch abfällt.

- Wenn der Druck unter 10^{-2} mbar gesunken ist, kann die Ionengetterpumpe in Betrieb genommen werden. Die Ionengetterpumpe schaltet bei Drücken schlechter als 10^{-4} mbar automatisch aus, da ein längerer Betrieb bei hohem Druck schädlich wäre. Da aber dieser Druck zuerst erreicht werden muss, können die Automatik überbrückt (Taste „START“) und die Pumpen kurzzeitig auch bei höherem Druck betrieben werden. *Zuerst* also Taste „START“ und *erst dann* Taste „ON“. Nach Erreichen von 10^{-4} mbar, oder falls die Betriebsspannung der Pumpe ca. 5 kV erreicht hat, soll die Taste „START“ wieder ausgeschaltet werden. Beide Hochvakuumventile müssen nach der Inbetriebnahme der Ionengetterpumpe geschlossen werden. Beim CRD-25 muss die Marke an der Drehschraube mit der Marke auf der Unterlagsscheibe zur Deckung gebracht werden. Den Druck kann man am Steuergerät der Ionengetterpumpe ablesen. Regelmässig den Druck notieren!
- Das Ionisationsmanometer wird in Betrieb genommen. Zuerst „POWER“ ein, dann „LOG“-Skala wählen (da Druckbereich noch nicht gut bekannt) und schliesslich „FILAMENT“ (Glühkathode) ein (Schalter einige Sekunden drücken!). Wenn der Bereichsschalter in der „LOG“-Stellung ist, gilt die blaue Skala auf dem Anzeigefeld. Steht der Bereichsschalter in einer der Stellungen „ 10^{-x} “ ($x = 3, \dots 10$), so ist der schwarze Bereich gültig. Unabhängig vom gewählten Bereich schaltet das Ionisationsmanometer den Filamentstrom aus Sicherheitsgründen aus, sobald der Zeiger im Anzeigefeld den Vollausschlag erreicht hat.
- Vergleiche die Druckanzeige der Ionengetterpumpe mit dem Ionisationsmanometer und mit der Totaldruckanzeige des QMG 64. Die Ionengetterpumpe zeigt einen tieferen Wert als das Ionisationsmanometer. Diskussion!
- „DEGAS“ der Messröhre. Dieser Vorgang sollte zwei- bis dreimal im Laufe des Tages durchgeführt werden. „DEGAS“-Dauer ca. *zwei Minuten*. Die Spitze in der Druckanzeige registrieren. Man beachte, dass beim Ionisationsmanometer ein sinnvoller Druckbereich gewählt wurde, damit die Spitze nicht über dem Vollausschlag liegt (sonst schaltet das Ionisationsmanometer automatisch aus).
- Nach Erreichen eines Totaldruckes von ca. 10^{-6} mbar sind alle programmierbaren Partialdrucke aufzunotieren. Anschliessend ist ein Gesamtspektrum (1 - 64 u) aufzunehmen, und zwar erst in dem Range, wo der höchste Peak noch kleiner als Vollausschlag ist, und nachher mit zehnmal höherer Empfindlichkeit, damit auch die kleinen Peaks

gut ablesbar sind. „SPEED“ im „SCAN-Mode“ soll 5 s sein. Papier-vorschub am Recorder 240“ h. 0 - 64 u: „MASS“ = 0, „WIDTH“ = 63.31. Die Bruchteile von Masseneinheiten gibt das QMG 64 in 1/32 u an!

- Nach Erreichen eines Hochvakuums (ca. 10^{-6} mbar) können durch Ausheizen der Anlage die an den Wänden angelagerten Gase und Verunreinigungen ausgetrieben werden. QME 64 abmontieren! Deckel des Isolationsgehäuses schliessen. Die Heizung besteht aus zwei Heizspira-len, wobei die erste direkt mit 220 Volt und die zweite über eine regel-bare Spannungsquelle („VARIAC“) von 0 bis 260 Volt betrieben wird. Die UHV-Anlage sollte nicht heisser als ca. 220° C werden (Kabel von „VacIon-Pumpe“!), aber auch nicht wesentlich darunter liegen (sonst ist Ausheizeffekt ungenügend). Man stellt den „VARIAC“ anfangs auf 100 Volt und erhöht sukzessive unter Beobachtung der Temperatur.
- Druckwerte (Ionengetterpumper sowie „Veeco“) und Temperaturen noch alle 15 Minute registrieren. Nach einigen Stunden Ausheizen wer-den die Heizspiralen abgestellt und der Druckverlauf wird bis Prakti-kumsende weiterverfolgt. Deckel des Isolationsgehäuses öffnen (ohne den Tisch zu versengen)! Es gilt bei der Zeitplanung zu berücksich-tigen, dass das Abkühlen mindestens 2 Stunden in Anspruch nimmt. Gleichzeitig zum laufenden Versuch kann nun mit dem Versuchsteil II begonnen werden.
- Bei einem Totaldruck von $\approx 1 - 3 \cdot 10^{-8}$ mbar ist das QME 64 wieder sorgfältig zu montieren, und die Partialdrücke sind aufzunotieren. An-schliessend sind wieder zwei Restgasspektren aufzunehmen.
- Interpretiere und diskutiere die Spektren vor und nach dem Ausheizen.

Teil II

Versuchsteil II

Kapitel 5

Apparatives zum Versuchsteil II

5.1 Einige allgemeine Bemerkungen

Die zweite, etwas komplexere UHV-Anlage dient drei Versuchen: Zur Messung von Volumina, der Sorptionseigenschaft von Aktivkohle und zur Bestimmung von Leitwerten verschieden dicker Rohre. Die Anlage besteht im wesentlichen aus einem System von drei Pumpen zur Erzeugung eines Vakuums, einem Gaseinlassteil und einem Getterteil (als „Getter“ wird ein mit einem Sorptionsmittel gefüllter Behälter bezeichnet). Nach dem Evakuieren der Anlage kann eine gewünschte Gasmenge über mehrere Reduzier- und Dosierventile aus den Vorratsflaschen ins System eingelassen werden. Zur Messung sowohl der Qualität des Vakuums als auch der Menge der eingelassenen Gase stehen diverse Manometer zur Verfügung (der schematische Aufbau der Anlage ist in Fig. 5.1 ersichtlich).

5.2 Beschreibung einzelner Geräte

5.2.1 System zum Einlass einer gewünschten Gassorte

In Stahlflaschen zu 3.8ℓ sind die Gase Stickstoff und Argon bei einem Druck von bis zu 200 atm gelagert. Reduzierventile an den Stahlflaschen ermöglichen es, kleine Mengen des betreffenden Gases in die evakuierte Anlage einzulassen. Ein *Über-Unterdruckmanometer* (Rohrfedermanometer) dient der groben Kontrolle der einströmenden Gasmenge und umfasst den Bereich von -1 atü (d.h. 0 mbar Absolutdruck) bis +0.6 atü. Da die Versuchsanlage *nicht* für Drücke über 1 atm konzipiert ist, und gewisse Elemente (vor allem das Präzisionsmanometer) schweren Schaden bei Überdruck erleiden würden, ist

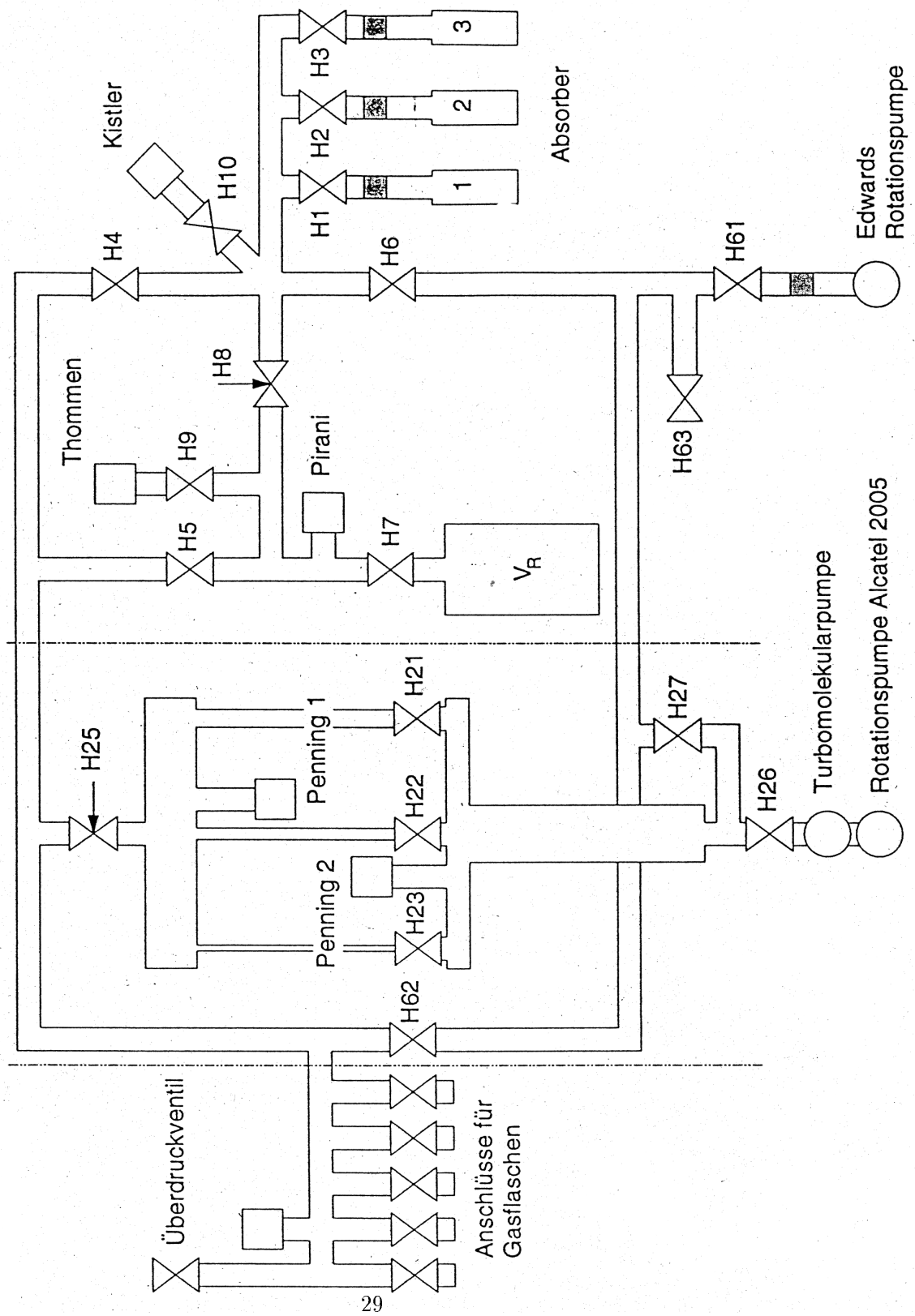


Abbildung 5.1: Schematischer Aufbau der Anlage zum Versuchsteil II

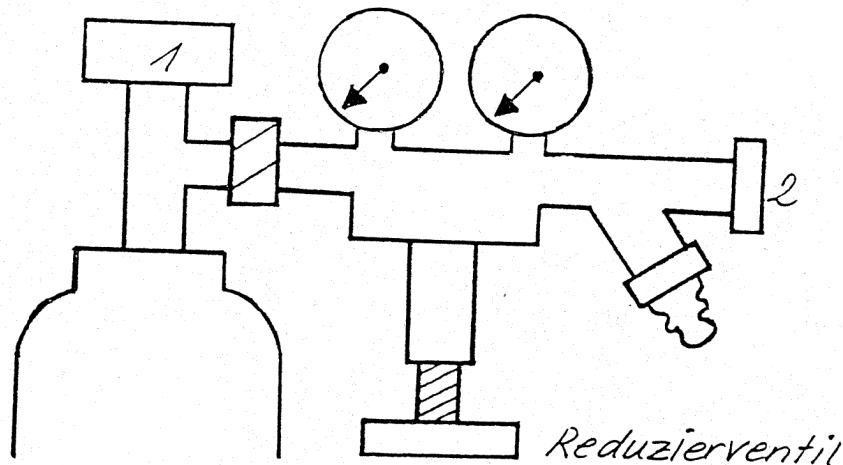


Abbildung 5.2: Druckreduzierventile

im Einlassteil zusätzlich ein *Sicherheitsventil* eingebaut. Die Ventildfeder ist so eingestellt, dass das Ventil bei ca. 0.3 atü ansprechen sollte. Die Funktion des Ventiles kann durch Anheben des Knopfes am obersten Ventiltteil kontrolliert werden.

Wer die Handhabung von Druckreduzierventilen kennt, kann den folgenden Abschnitt überspringen.

Druckreduzierventile: Am Anfang sollten Ventile 1 und 2 und das Reduzierventil geschlossen, d.h. die Flügelschraube *herausgeschraubt* und die Manometer auf 0 gestellt sein (vgl. Fig. 5.2). Nach Öffnen des Ventiles 1 kann der Druck in der Flasche auf dem ersten Manometer abgelesen werden. Durch Öffnen des Reduzierventiles kann dann am zweiten Manometer der gewünschte Druck (in atü) im System eingestellt werden. Nach Öffnen des zweiten Ventils stellt sich dieser Druck im System ein.

Am Ende des Experimentes:

1. Ventil 1 schliessen (d.h. Gasflasche schliessen).
2. Reduzierventil und Ventil 2 öffnen. Dadurch entweicht der Überdruck und die Manometer zeigen Null an.
3. Reduzierventil schliessen (d.h. Flügelschraube *herausdrehen*) und Ventil 2 schliessen.

Beachte: Die Hochdruck-Gasflaschen müssen immer gut gesichert werden, damit sie nicht umfallen können. Für den Transport muss das Druckreduzierventil abgeschraubt werden.

5.2.2 System zur Druck- und Volumenbestimmung der Gase

Damit das Sorptionsverhalten von Gasen quantitativ studiert werden kann, muss die Absolutmenge eines adsorbierenden Gases bekannt sein. Diese Mengenbestimmung geschieht durch Messung des Druckabfalles in einem bekannten Volumen. Die diversen vorhandenen Druckmessgeräte und Volumina müssen zuerst aber noch geeicht werden. Dafür stehen ein *Referenzvolumen* (1576 cc) und ein *Präzisionsmanometer* (Dosenmanometer von „Thommen“, 0 bis 800 mbar) sowie eine *Kistlersonde* zur Verfügung. Der Inhalt des Referenzvolumens wurde durch Einfüllen einer Flüssigkeit bestimmt, während das Präzisionsmanometer von der Firma eine Eichkurve mitgeliefert bekam. Mit einem Dosenbarometer misst man eine Kraft pro Fläche, also direkt den Druck. Deshalb ist dieser Gerätetyp als Referenzmessgerät geeignet.

Nachteil: Die Messung ist träge, da der Gaszufluss zum Manometer nur durch ein kleines Loch mit geringem Leitwert erfolgt, um die empfindliche Mechanik vor plötzlichen Druckänderungen zu schützen.

5.2.3 Getterteil

Die Getterbehälter sind mit *Aktivkohle* gefüllt, welche man mit je einem *Ganzmetallventil* „Nupro“ vom restlichen System abschliessen kann.

Das gesamte Gettersystem ist mit „Nupro“-Ganzmetallventilen versehen. Daher kann dieser Teil der Anlage ausgeheizt werden. Die Ganzmetallventile erfordern aber ein sehr genaues Schliessmoment und sollten daher mit Gefühl behandelt werden. Allzu starkes Zudrehen macht die Ventile kaputt. Die Ventile sind ganz offen, wenn beim Aufdrehen kein Widerstand mehr spürbar wird.

5.2.4 Leitwertbestimmung

Der Teil der Anlage zur Bestimmung der Leitwerte besteht aus einem Rezipienten, dessen Druck p_V über das Nadelventil H25 reguliert werden kann, drei je 30 cm langen Rohren mit unterschiedlichen Durchmessern und einem Volumen mit dem Druck p_P über der Pumpe. Die drei Rohre mit den Innendurchmessern von 20 mm, 10 mm und 4.5 mm können mit den Ventilen H21 bis H23 gegen das Pumpvolumen mit Druck p_P abgeschlossen werden. Mit den Penningmanometern P1 und P2 können die Drücke im Rezipienten und im Pumpvolumen gemessen werden.

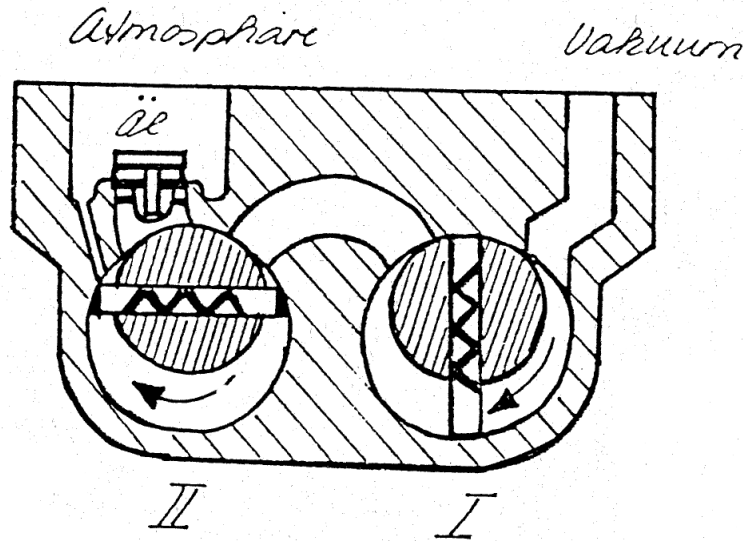


Abbildung 5.3: Zweistufige Drehschieberpumpe

5.3 System zur Erzeugung des Vakuums

Im Gegensatz zur UHV-Anlage des Versuchteiles I werden hier drei Pumpentypen verwendet, welche die zu pumpenden Gase von einer Pumpenseite auf die andere befördern, also nicht in einem geschlossenen System arbeiten.

5.3.1 *Rotationspumpen* Edwards ED-50 und Alcatel 2005 (siehe Pupp, Seite 68, sowie Betriebsanleitung)

Diese Pumpen haben die Aufgabe, die Vakuumanlage von Luftdruck auf ein Vorvakuum von 10^{-1} bis 10^{-3} mbar zu bringen. Sie arbeiten nach folgendem Prinzip (Fig. 5.3):

Die Luft, die aus einem Vakuumsystem abgesaugt werden soll, tritt durch den Vakuumanschluss in den sichelförmigen Schöpfraum der ersten Stufe (Hochvakuumstufe) ein, der durch die exzentrische Lage des Rotors im Gehäuse gebildet wird. Zwei federgelagerte Schieber im Rotor erfassen das eingeschlossene Luftvolumen und drücken die Luft zur Ansaugöffnung der zweiten Stufe. Dort wird sie komprimiert bis auf einen Druck, der etwas mehr als eine Atmosphäre beträgt. Dies genügt, um das Auspuffventil zu öffnen und die Luft durch das abdichtende Ölbad in die Atmosphäre auszustossen. Das System der Umlaufschmierung ist so gestaltet, dass die erste Stufe nur Öl enthält, das vorher durch die zweite Stufe entgast wurde. Hierdurch wird ein relativ gutes Endvakuum erzielt.

5.3.2 Turbomolekularpumpe Pfeiffer-Balzors TPH 040

Die Funktionsweise von Turbomolekularpumpen ist im Skript zur Praktikums-Vorlesung und bei Pupp (Seite 78) beschrieben. In der Leihmappe zum Versuch ist ein Auszug aus der Betriebsanleitung mit technischen Daten vorhanden.

Wichtig: Wird mit der Turbomolekularpumpe gepumpt, so muss das Ventil H61 gegen die Vorpumpe Alcatel 2005 geschlossen sein. Die Turbo dreht mit $90'000 \text{ U min}^{-1}$! **KEINE GROSSE GASLAST SCHLAG-ARTIG ZUFÜHREN!**

5.3.3 Einschalten der Pumpe

Der Schieber H26 wird geöffnet, das Ventil H61 geschlossen. Die beiden Pumpen können nun am Knopf „PUMPING UNIT“ eingeschaltet werden. Der Hochlauf der Turbopumpe erfolgt nun automatisch und erreicht nach ca. drei Minuten die volle Drehzahl. Dies kann am Zeiger der Kontrolleinheit verfolgt werden. Im Normalbetrieb sollte die Pumpe mit eingeschalteter „STAND BY“-Taste betrieben werden. Im „STAND BY“-Modus regelt die Pumpensteuerung die Pumpe auf ungefähr 60 % der Maximalpumpleistung.

5.3.4 Auspumpen

Gas unter erhöhtem Druck (p_{Pirani} oder Kistlersonde $\geq 0.5 \text{ mbar}$) im Einlassteil oder Getterteil wird mit der Rotationspumpe Alcatel 2005 abgepumpt. Dabei wird der Schieber H26 geschlossen (**keine Last an die Turbopumpe!**). H61, H27, H62, H6 und H4 werden geöffnet. Sobald der Druck an der entsprechenden Kistlersonde $\leq 0.5 \text{ mbar}$ zeigt, kann H61 und H27 geschlossen werden.

Das restliche Abpumpen mit der Turbomolekularpumpe beginnt indem man jetzt H26 wieder öffnet.

5.3.5 Abschalten der Pumpe

H26 schliessen. Nun können die Pumpen am Knopf „PUMPING UNIT“ abgestellt werden. Die Turbo wird mit Verzögerung automatisch belüftet. Das Vorkvakuum wird durch Ventil H63 belüftet. Die Alcatel 2005 muss separat ausgeschaltet werden.

Kapitel 6

Volumen-, Sorptions- und Leitwertmessung – Anleitung zum Versuchsteil II

6.1 Volumenmessung

Nach dem Ausheizbeginn der UHV-Anlage (Teil I) kann mit dem Auspumpen der Anlage II begonnen werden. *Achtung:* Die Getter (Ventile H1 bis H3) sind schon ausgeheizt und evakuiert und dürfen nicht mehr geöffnet werden.

Für die nachfolgende Sorptionsmessung ist es nötig, das Volumen bestimmter Anlageteile möglichst genau zu kennen. In einem ersten Schritt ermitteln wir daher mit Hilfe des Referenzvolumens V_R und des Präzisionsmanometers (Thommen) die Volumina V_1 und V_2 , die wie folgt definiert sind (siehe auch Fig. 5.1).

V_R : Referenzvolumen ($1576 \pm 3 \text{ cm}^3$), Ventil H7.

V_1 : Volumen im Vorvakuumteil zwischen den Ventilen H5, H7, H8 und H9.

V_2 : Volumen im Hochvakuumteil zwischen den Ventilen H1, H2, H3, H4, H6 und H8.

V_T : Volumen des Präzisionsmanometers (Thommen)

V_G : Gettervolumen ($38.2 \pm 2 \text{ cm}^3$ für V_{G1}) ($41.9 \pm 2 \text{ cm}^3$ für V_{G2})

Für unser Experiment müssen wir die Volumina V_1 und V_2 bestimmen.

6.1.1 Bestimmen von V_1 und V_2

i

1. Wir lassen einige hundert mbar Stickstoff in V_R und V_1 strömen. Mit dem Thommen-Manometer bestimmen wir nun den Druck p_1 . Dann schliessen wir das Ventil H7 und pumpen die Volumina V_1 und V_2 leer (≤ 0.1 mbar genügt!). Danach wird das Gas aus dem Referenzvolumen in V_1 expandiert und der Druck p_2 gemessen. Aus dem Verhältnis p_1/p_2 und dem bekannten Referenzvolumen kann das Volumen V_1 berechnet werden.
2. Wir schliessen nun H7 und lassen das Gas aus dem Volumen V_1 in das (vorher leergepumpte) Volumen V_2 durch H8 expandieren. Mit dem Thommen-Manometer wird der Enddruck p_3 gemessen. Aus dem Druckverhältnis p_2/p_3 und dem unter dem obigen Punkt bestimmten Volumen V_1 kann V_2 ermittelt werden.

Diese Eichungen werden viermal durchgeführt. Anschliessend kann der Mittelwert für diese Volumina V_1 und V_2 berechnet, inklusive Fehler.

6.2 Sorptionsisotherme für Argon an Aktivkohle bei Trockeneistemperatur

- Ein Aktivkohlegetter wird mit Trockeneis und Isopropanol gekühlt (frühzeitig mit Kühlen beginnen, sonst hat man Temperaturfluktuationen, die die Messresultate verfälschen). Die Leitung zur Gasflasche (bis zum Druckreduzierventil) wird während einigen Minuten gründlich leergepumpt. Dann wird in V_1 Argon (ca. 100 bis 200 mbar) eingefüllt.
- Die von einem Getter bei konstanter Temperatur adsorbierte Gasmenge ist eine Funktion des Gleichgewichtsdruckes. Um nun eine Reihe von Punkten auf der Sorptionsisothermen aufzunehmen, sollte bei kleinen Mengen begonnen und sukzessive zu grösseren Mengen übergegangen werden. Auf diese Art und Weise können die vom Getter aufgenommenen Mengen laufend aufaddiert werden, und ein Ausheizen des Getters nach jedem Messpunkt ist nicht nötig.
- Durch das Dosierventil H8 werden nun ca. 5 mbar Argon in das Volumen V_2 eingelassen. *Nach* dem Schliessen von H8 wird der Anfangsdruck p_A an der Kistlersonde abgelesen, und dann das Getterventil (H1 bzw. H2) geöffnet (mindestens 10 Minuten seit dem Kühlen des Getters). Warten, bis sich der Gleichgewichtsdruck p_E eingestellt hat.

- Die adsorbierte Gasmenge kann nun aus den zwei Druckmessungen p_A , p_E und den verwendeten Volumina berechnet werden, indem die folgenden Kontinuitätsgleichung aufgestellt wird:

$$p_A(V_2 + p_G V_G) = p_E(V_2 + V_G) + n_{ad}RT \quad (6.1)$$

p_A : Anfangsdruck (im Volumen V_2).

p_E : Enddruck (Gleichgewichtsdruck) nach der Adsorption.

p_G : Anfangsdruck im Getter (= Gleichgewichtsdruck der vorangehenden Messung)

V_2 : Geeichte Volumina im Getterteil der Anlage

V_G : Gettervolumen. Beachte: Da das Getter auf Trockeneistemperatur ist, hat es ein scheinbar grösseres Volumen (bspw. für V_{G1}):

$$V_G = 38.2\text{cm}^3 \times \frac{293\text{K}}{193\text{K}} = 58.0\text{cm}^3 \quad (6.2)$$

n_{ad} : Anzahl adsorbierte Mol

Rechnet man die adsorbierte Gasmenge n_{ad} auf das Volumen V um, das sie unter Normalbedingungen (STP: standard temperature and pressure) einnimmt, so ergibt sich die folgende Beziehung:

$$\frac{V}{m} = \frac{p_A V_2 + p_G V_G - p_E (V_2 + V_G)}{m p_0 \frac{T}{T_0}} \quad (6.3)$$

V/m : Adsorbierte Gasmenge pro Gramm Gettermaterial (cm^3 STP/g)

p_0 : 1013 mbar

m : V_{G1} : 4.9 Gramm Aktivkohle V_{G2} : 3.0 Gramm Aktivkohle V_{G3} : leer

T : Zimmertemperatur

T_0 : 273 K

- Nun wird das Ventil H1 bzw. H2 geschlossen und durch das Dosierventil H8 7 mbar Argon in V_2 eingefüllt. Das Ventil H8 schliessen, Anfangsdruck messen, Getterventil öffnen und zweiten Messpunkt ermitteln.
- Weitere Messpunkte für folgende Anfangsdrücke messen: 9, 12, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 60, 80, 100, 200 und 250 mbar.

Wichtig: Nach jeder Messung soll die adsorbierte Gasmenge sofort berechnet und im doppeltlogarithmischen Diagramm eingetragen werden.

- Empirisch wurde folgende Relation gefunden (siehe auch Fig. 6.1):

$$\left(\frac{V}{m}\right) = k p_E^{\frac{1}{n}} \quad (6.4)$$

wobei k und n Konstanten sind, die vom Adsorbiermaterial und von der Temperatur abhängt (siehe dazu in S. Dushman, Vacuum Technique, 1962, Seite 384ff).

Obige Beziehung lässt sich in logarithmische Form bringen:

$$\log\left(\frac{V}{m}\right) = \log(k) + \frac{1}{n}\log(p_E) \quad (6.5)$$

Die Steigung $d(\log(V/m)) / d(\log p_E) = 1/n$ soll graphisch aus dem doppeltlogarithmischen Diagramm bestimmt (p_E in mbar; V/m in cm^3 STP/g) und mit dem theoretischen Wert verglichen werden ($1/n = 0.950$, für Argon an Aktivkohle bei Trockeneistemperatur; Dushman, 1962, Seite 385). Diskussion!

6.3 Bestimmung der Leitwerte

- Zuerst wird die ganze Anlage (ohne V_1 , d.h. H5 und H8 geschlossen) auf einen Druck von 0,1 mbar oder besser abgepumpt.
- Durch das Schliessen von H25 und H27 wird die Anlage zur Messung der Leitwerte vom übrigen System abgetrennt.
- Über das Ventil H43 lässt man nun ca. 20 mbar Stickstoff in die Volumen V_V und V_2 .
- Als erstes soll der Leitwert des Rohres 1 gemessen werden. Über das Dosierventil H25 wird nun schrittweise Gas eingelassen. Bis zum Maximaldruck für molekularen Fluss sollen die dynamischen Gleichgewichtsdrücke p_V im Rezipienten und p_P über der Pumpe (siehe Fig. 6.2) bei mindestens sechs verschiedenen Einstellungen des Dosierventils H25 gemessen werden. Man nütze den dynamischen Bereich möglichst gut aus.
- Wiederhole die Messreihe für die Rohre 2 und 3.
- Für die drei Rohre soll p_P als Funktion von p_V in einem Diagramm aufgetragen werden. Berechne die Steigung für die drei Geraden mit linearer Regression und bestimme daraus je den kombinierten Leitwert von Rohr und Ventil (man vergleiche auch mit dem Kapitel 2). Mit Hilfe der Methoden aus den Aufgaben berechne man den Leitwert der

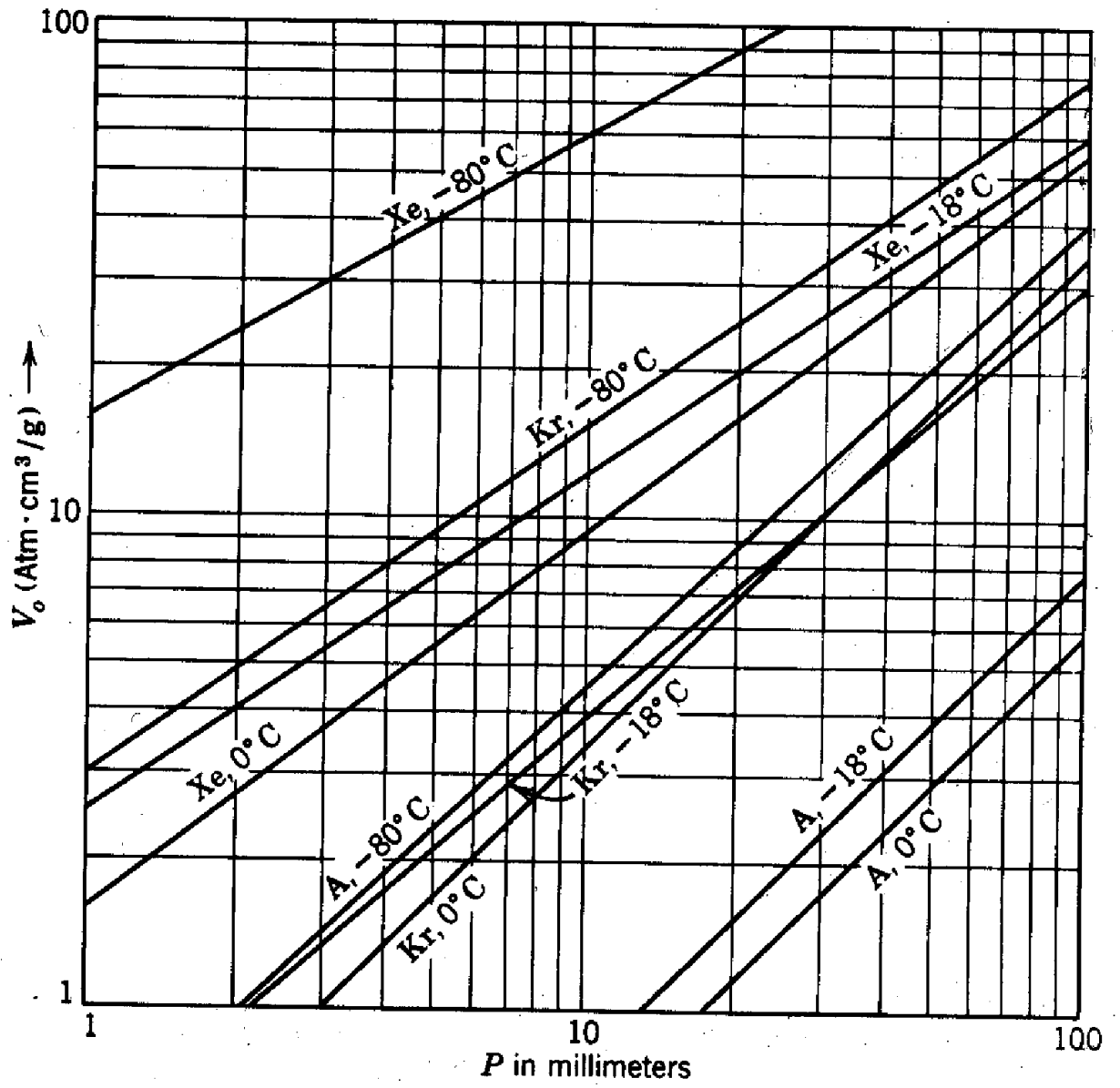


Abbildung 6.1: Sorptionsthermen für Edelgase (aus Dushman, 1962, Seite 387)

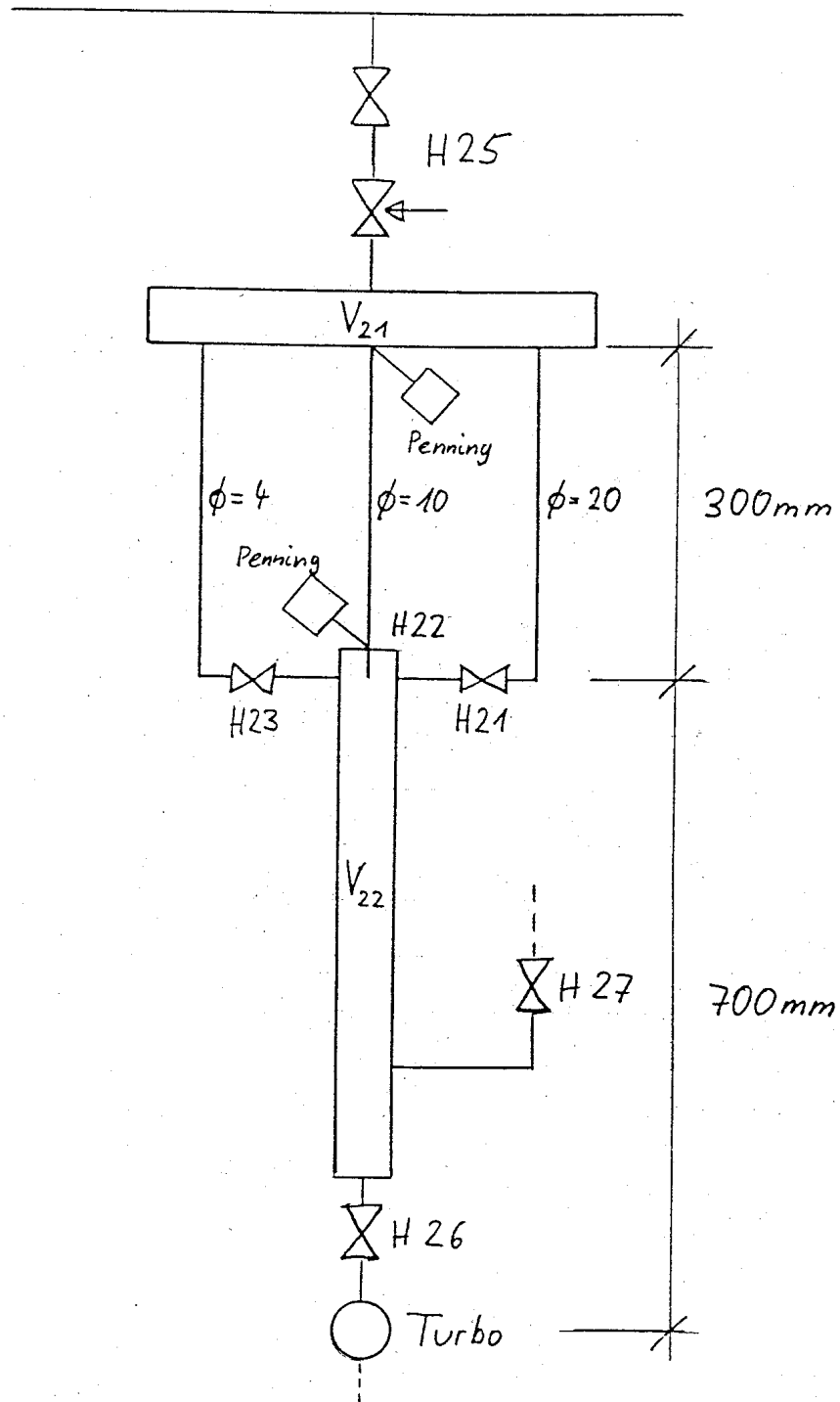


Abbildung 6.2: Schematischer Aufbau des Leitwert-Versuches. Die Masse sind in Millimetern angegeben

Rohre alleine. Vom Hersteller ist für das Balzers Ventil Eva 025 der Leitwert $F_V = 10 \text{ l sec}^{-1}$ experimentell bestimmt worden, wobei der Durchmesser des Ventils am Ein- und Ausgang $d_V = 25 \text{ mm}$ beträgt.

- Vergleiche die gemessenen mit den theoretischen Leitwerten, und diskutiere das Ergebnis. *Achtung: Für die Leitwertmessung bei der Turbopumpe „STAND BY“ herausnehmen, sonst ist die Pumpleistung reduziert und die Resultate entsprechend!*