

F70/71: Mechanik und Vakuum

Anleitung zum Praktikumsversuch

Zuletzt verändert: November 2023

Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg
Im Neuenheimer Feld 501, 69120 Heidelberg

Einleitung

Heutzutage ist es für physikalische Labore gewöhnlich einzelne Geräte oder ganze Aufbauten zu haben, welche mit durch Pumpen erzeugtem Vakuum arbeiten. Das Ziel dieses Versuchs ist es, den Studierenden einen Einblick in die Pumpen- und Vakuumtechnik zu geben. Dazu werden die gängigen Pumpenarten vorgestellt und erklärt sowie einige Versuche mit einem Vakuumsystem durchgeführt, um ein besseres Gefühl für verschiedene Parameter des Vakuums in einem geschlossenen System zu entwickeln. Abschließend haben die Studierende die Möglichkeit, nicht nur die Lecksuche kennenzulernen, sondern auch einen groben Einblick in die Glasbläserei zu bekommen.

Die Studierenden sollen sich vor der Durchführung des Experiments mit den Kapiteln 1 bis 4 anvertrauen. Dabei sollen die theoretischen Grundlagen der im Experiment verwendeten Pumpen, Messgeräte und der relevanten Parameter im Vordergrund der Vorbereitung stehen. Diese werden im Kapitel 1 vorgestellt und erklärt. Im Kapitel 2 wird der Versuchsaufbau und dessen Funktionsweise eingeführt. Das Kapitel 3 erklärt zusätzliche und für die Durchführung des Versuchs nötigen Sachverhalte. Das Kapitel 4 beinhaltet Vorbereitungsfragen, welche als eine Orientierung für das Ausmaß der Vorbereitung dienen und **vor** der Durchführung beantwortet werden sollen.

Das letzte fünfte Kapitel beinhaltet die Versuchsdurchführung. Gleichzeitig gibt dieses Kapitel vor, was in der Auswertung und Abschlussdiskussion vorhanden sein sollte.

Diese Anleitung wird stets bearbeitet und ergänzt. Hinweise auf Fehler, Wünsche für Erweiterungen oder allgemeine Anmerkungen sind willkommen.

Inhaltsverzeichnis

1	Allgemeines zur Vakuumtechnik	1
1.1	Vakuum	1
1.2	Druck p und Druckbereiche	1
1.3	Mittlere freie Weglänge \bar{l}	2
1.4	Saugvermögen S	2
1.5	Saugleistung Q	3
1.6	Leitwert L	3
1.7	Pumpentypen	5
1.8	Vakuummessgeräte	5
1.9	Vakuum-Apparaturen	10
1.10	Symbole in der Vakuumtechnik	10
2	Versuchsaufbau	11
2.1	Anmerkungen zur Sicherheit und Wartung	11
2.2	Pumpstation	11
2.3	Drehschieberpumpe (DSP)	11
2.4	Molekular- und Turbomolekularpumpe (TMP)	12
3	Methoden	16
3.1	Gasballast	16
3.2	Pumpstand hoch- oder unterfahren	16
3.3	Lecksuche	17
3.4	Glasbläserei	17
4	Vorbereitungsfragen	20
5	Versuchsdurchführung	22
5.1	Allgemeines	22
5.2	Vorversuche	22
5.2.1	Erste Evakuierung mit der Drehschieberpumpe	22
5.2.2	Abpumpen kondensierbarer Dämpfe	23
5.2.3	Evakuierung mit der TMP	23
5.3	Saugvermögen der TMP	24
5.4	Leitwert und Widerstand von Rohr und Blende	26
5.5	Lecksuche an der zweiten Vakuumkammer	27
	Literaturverzeichnis	28

1 Allgemeines zur Vakuumtechnik

Dieses Kapitel gibt eine kurze Einführung in die Welt der Vakuumtechnik. Es soll keineswegs als eine vollständige Zusammenfassung, sondern lediglich als ein grober Einblick in die Thematik gesehen werden. Für eine vollständigere Diskussion des Themas können und sollen weitere Quellen - wie diejenigen, welche im Folgenden erwähnt werden - verwendet werden.

Dieses Kapitel lehnt sich größtenteils an einschlägige Literatur wie [1], gängige Lehrbücher zur Experimentalphysik wie z.B. [2, 3] sowie auf ausführliche und an dieser Stelle ebenfalls empfohlene Internetquellen von Vakuumherstellern wie Pfeiffer Vakuum [4, 5]. Ebenfalls können diverse Kataloge der Hersteller von Vakuumkomponenten wie beispielsweise [6, 7, 8] und viele andere hilfreich sein.

1.1 Vakuum

Als Vakuum wird umgangssprachlich der Zustand eines Volumens bezeichnet, wenn dieser unter einem Druck unterhalb des Atmosphärendrucks steht. Der Druck wird dabei von im Volumen gleichmäßig verteilten Gasen oder Dämpfen verursacht.

Normgerecht ist der Vakuum als ein Zustand eines Gases definiert, wenn in einem Behälter der Druck des Gases und damit die Teilchendichte niedriger ist als außerhalb oder wenn der Druck des Gases kleiner als 300mbar ist, d.h. geringer als der niedrigste auf der Erdoberfläche vorkommende Druck [9].

1.2 Druck p und Druckbereiche

Der *Druck* p ist definiert als der Betrag einer senkrecht und gleichmäßig auf eine Flächeneinheit A wirkenden Kraft F :

$$p = \frac{|\vec{F}_\perp|}{A}. \quad (1.1)$$

Im geschlossenen Volumen mit einer Temperatur größer als der Absolutnullpunkt führen die Gasteilchen thermische Bewegungen aus. Bei der Wechselwirkung zwischen Teilchen miteinander sowie der Volumenwand kommt es zu Stößen auf atomarer und molekularer Ebene. Dabei übt jeder Wandstoß durch Impulsübertragung eine Kraft auf die Volumenwand aus. Durch die Vielzahl der Stöße sowie ihrer statistische Natur wird beim eingeschlossenen Gas ohne äußere Einflüsse an jeder Stelle der Volumenwand der gleiche Druck unabhängig von Ort und Richtung der Messung ausgeübt. In der Praxis liegt jedoch meistens nicht ein einheitliches Gas, sondern ein Gasgemisch vor. Jede Gaskomponente übt einen spezifischen Druck aus, welcher als Partialdruck bezeichnet wird. Bei idealen Gasen addieren sich die Partialdrücke der einzelnen Komponenten zum Totaldruck. Historisch wird der Druck nach dem französischen Mathematiker und Physiker Blaise Pascal in Pascal (Pa) angegeben, jedoch sind auch andere Einheiten wie bar, Torr, atm, etc. gängig.

Üblicherweise werden folgende Druckbereiche (nach DIN 28400) unterschieden:

Großvakuumbereich (GV)	1000 bis 1 mbar
Feinvakuumbereich (FV)	1 bis 10^{-3} mbar
Hochvakuumbereich (HV)	10^{-3} bis 10^{-6} mbar
Ultravakuumbereich (UV)	10^{-6} bis 10^{-9} mbar
Ultrahochvakuumbereich (UHV)	$< 10^{-9}$ mbar

Der Enddruck p_e (auch Endvakuum genannt) ist der niedrigste Wert, dem sich der Druck einer blindgeflanschten Vakuumpumpe unter definierten Randbedingungen ohne Gaseinlass und Berücksichtigung der Pumpgeschwindigkeit asymptotisch nähert. Arbeitet eine Pumpe beim Enddruck, so ist das nutzbare Saugvermögen (siehe Abschnitt 1.4) null, da die Pumpe lediglich ihre eigenen Rückstromverluste fördert. Dabei ist der Enddruck ein theoretischer Wert. Heutzutage wird stattdessen oft der Basisdruck angegeben, welcher den Gleichgewichtsdruckwert ohne zusätzlichen Gaseinlass in die Vakuumkammer einer Pumpe darstellt. Da der Basisdruck in einer vorgegebenen Zeit erreicht werden soll, liegt dieser höher als der Enddruck.

1.3 Mittlere freie Weglänge \bar{l}

Die *mittlere freie Weglänge* \bar{l} (häufig nur freie Weglänge) ist die durchschnittliche Strecke, welche ein Teilchen (Atom, Ion, Molekül, Elektron, etc.) ohne Wechselwirkungen (Zusammenstöße) mit anderen Teilchen in einem gegebenen Material zurücklegt. Im Fall einer Vakuumkammer handelt es sich um die Weglänge, welche ein Gasteilchen ohne Änderung dessen Bewegungsrichtung im Mittel zurücklegt. Eine einfache Elementarrechnung ergibt

$$\bar{l} = \frac{1}{n \cdot \sigma_{\infty}}, \quad (1.2)$$

mit der Teilchenzahldichte n (Anzahl der Teilchen pro Volumeneinheit) und dem Wirkungsquerschnitt σ_{∞} . Die Teilchenzahldichte kann z.B. die ideale Gasgleichung abgeschätzt werden. Unter Wirkungsquerschnitt wird hierbei ein Stoßquerschnitt eines in Bewegungsrichtung des Teilchens aufgespannten Zylindervolumens verstanden. Für die Luft in der Atmosphäre unter Normalbedingungen gilt die Faustformel $\bar{l} \cdot p \approx 6.65 \cdot 10^{-5} \text{ m} \cdot \text{mbar}$.

1.4 Saugvermögen S

Unter dem *Saugvermögen* S wird das pro eine Zeiteinheit dt bei einem vorliegenden Druck p_a durch eine Pumpe geförderte Gasvolumen V_a verstanden. Nach der Definition wird das Saugvermögen S an der Saugseite der Pumpe gemessen und ist gegeben durch

$$S = \frac{dV_a}{dt}. \quad (1.3)$$

Beim Vorliegen von zeitlicher Konstanz vereinfacht sich der Ausdruck zu $S = V_a/t$.

Die Formel 1.3 gibt den mittleren Volumenstrom durch den Querschnitt der Ansaugöffnung einer Vakuumpumpe an. Das durch die Geometrie der Pumpe maximal erreichbare Saugvermögen

wird als Nennsaugvermögen bezeichnet. Beim Hintereinanderschalten von mehreren Pumpstufen werden die Saugvermögen miteinander verrechnet, wobei es mit zunehmender Anzahl an Pumpen einen stets kleineren Effekt (sinkende Erträge) gibt.

Das Saugvermögen der im Aufbau vorliegenden TMP bei 1 bar und 20°C beträgt ≈ 70 l/s.

1.5 Saugleistung Q

Unter *Saugleistung* Q wird die von der Pumpe pro eine Zeiteinheit dt geförderte Gasmenge

$$Q = S \cdot p_a \quad (1.4)$$

verstanden. Der Begriff der Saugleistung ist in der Praxis von großer Bedeutung und kann z.B. dazu dienen, bei einem gegebenen Problem abzuschätzen, welche Vorpumpe zu einer Hochvakuumpumpe gewählt werden muss.

Der Druck im Rezipienten wird durch den einströmenden Gasfluss Q_{ein} und der Saugleistung der Pumpe (also ausströmender Gasfluss) bestimmt und ist daher ein *Gleichgewichtszustand* (siehe Abschnitt 1.2). Q_{ein} wird durch Desorption von Gasen von den Innenwänden der Vakuumkammer (als *Pseudoleck* bezeichnet) sowie durch Lecks in der Apparatur verursacht. Bei Pumpständen aus gasfördernden Pumpen ist die Saugleistung aller in Reihe geschalteten Pumpen gleich.

1.6 Leitwert L

Beim Evakuieren eines Rezipienten über ein Rohr, eine Blende oder Kombination von den beiden liegt für die zur Pumpe gerichtete Gasströmung ein bestimmter *Widerstand* W vor, welcher durch die Geometrie gegeben ist. Dadurch stellen sich verschiedene Drücke vor und nach diesem Hindernis ein. Dabei ist der Druckunterschied Δp proportional zur Saugleistung Q :

$$\Delta p = W \cdot Q \Leftrightarrow \Delta p \cdot L = Q. \quad (1.5)$$

Hierbei wird $L = \frac{1}{W}$ als der *Leitwert* des Rohrs bzw. der Blende bezeichnet. Der Leitwert ist vakuumtechnisch eine sehr wichtige Größe und ist unter anderem dafür bestimmend, welches effektive Saugvermögen sich an einem zu evakuierenden Volumen ergibt, falls die absaugende Pumpe vom anzupumpenden Volumen durch ein System an Rohrleitungen, Ventilen, etc. getrennt und nicht unmittelbar an dieses angeschlossen ist.

Ähnlich zum Ohmschen Gesetz der Elektrizitätslehre kann ein analoges Gesetz der Vakuumtechnik durch die Einführung des Strömungswiderstands $W = \frac{1}{L}$ formuliert werden:

$$Q = \frac{\Delta p}{W} \quad \left(I = \frac{U}{R} \right). \quad (1.6)$$

Hierbei addieren sich die Leitungswiderstände in der Vakuumtechnik analog zu den Widerständen in der Elektrizitätslehre, nämlich nach den Kirchhoffschen Regeln. Damit gelten für eine Serienschaltung $W_{\text{ges}} = \sum W_i$ und für eine Parallelschaltung $L_{\text{ges}} = \sum L_i$.

Beim Berechnen des Leitwerts eines langen Rohrs ($l \gg r$) oder einer Blende ($l \ll r$) aus deren Abmessungen muss die Art der in ihnen vorliegenden Strömung berücksichtigt werden. Als das Hauptkriterium für diese Unterscheidung wird die mittlere freie Weglänge (siehe Abschnitt 1.3) genommen. Das Maß dabei ist, ob die mittlere freie Weglänge eines Gasteilchen sehr viel kleiner, vergleichbar oder sehr viel Größe als der Durchmesser der Leitung ist. Im Folgenden werden drei Strömungsarten für ein Rohr unterschieden:

- Viskose oder Kontinuums-Strömung: $2 \cdot r \cdot p \geq 0.5 \text{ mbar} \cdot \text{cm}$

Im Fall einer laminaren Kontinuumsströmung wird der Leitwert nach der Formel von Hagen-Poiseulle berechnet:

$$\frac{V}{t} = \frac{\pi \cdot r^4 \cdot \Delta p}{8 \cdot \eta \cdot l}. \quad (1.7)$$

Dabei ist V das Volumen, t die betrachtete Zeit, r und l der Radius sowie die Länge des Rohres, $\Delta p = p_2 - p_1$ die Druckdifferenz zwischen den Rohrenden und η die Viskosität des Gases. Damit lässt sich der Leitwert L des Rohrs mit

$$L = \frac{\pi}{8} \cdot r^4 \frac{\bar{p}}{\eta \cdot l} \quad (1.8)$$

bestimmen, wobei hier $\bar{p} = (p_1 + p_2) / 2$ gilt.

- Knudsen-Strömung als Zwischengebiet: $0.01 \text{ mbar} \cdot \text{cm} < 2 \cdot r \cdot p < 0.5 \text{ mbar} \cdot \text{cm}$

Der Übergangsbereich zwischen Kontinuums- und Molekularströmung wird als Knudsen-Strömung bezeichnet. Wie häufig bei Übergangsbereichen, ist hier die genaue Berechnung der Größen nur mühselig möglich und wird an dieser Stelle nicht näher angegangen.

- Molekularströmung: $2 \cdot r \cdot p \leq 0.01 \text{ mbar} \cdot \text{cm}$

Im Fall einer Molekularströmung überwiegt die Anzahl der Stöße der Gasmoleküle an die Wände die der Gasteilchen untereinander, so dass der Gastransport nun diffusiv abläuft. Für den Leitwert L eines Rohrs gilt

$$L = \frac{8}{3} \frac{r^3}{l} \sqrt{\frac{\pi \cdot R \cdot T}{2 \cdot M}}, \quad (1.9)$$

mit der Gaskonstanten R , der Temperatur T und dem Molekulargewicht des Gases M . Diese Formel ist jedoch nur unter der Annahme von ideal glatten Innenwänden gültig, weshalb in der Praxis ein etwas kleinerer Leitwert erwartet wird.

Für eine Blende zwischen zwei Gebieten verschiedener Drücke findet ein effektiver Gastransport von $Q = \Delta p \cdot S = \Delta p \cdot F \cdot \bar{\mu}$. Dabei ist F die Querschnittsfläche der Blende und $\bar{\mu}$ die mittlere Geschwindigkeit der Gasteilchen. Für den Leitwert gilt dann

$$L = \frac{Q}{\Delta p} = F \cdot \frac{\bar{\mu}}{4}. \quad (1.10)$$

Mit $F = \pi \cdot r^2$ und $\bar{\mu} = \sqrt{\frac{8}{\pi} \frac{R \cdot T}{M}}$ kann der Leitwert für Luft bei $T = 293 \text{ K}$ abgeschätzt werden:

$$L \approx 362 \frac{\text{m}}{\text{s}} \cdot r^2. \quad (1.11)$$

Die oben angegebenen Formeln zeigen, dass der Leitwert L vom Radius r in zweiter, dritter und vierter Ordnung abhängt. Für die Praxis bedeutet es, dass die Vakuumleitungen immer einen maximal möglichen Durchmesser haben sollten, damit der Leitungswiderstand W so klein wie möglich gehalten wird.

1.7 Pumpentypen

Je nach Anspruch und Aufbau bedarf es unterschiedliche Vakuumpumpen. Je nachdem, welcher Druck in der Gesamtvakuumkammer bzw. in deren Teilen erreicht werden soll, können verschiedene Pumpen miteinander verknüpft werden, um diesen zu erreichen. Ein Stammbaum der Pumpen, geordnet nach ihrem Funktionsprinzip, ist in Abb. 1.1 dargestellt.

Es wird zwischen gasfördernden und gasbindenden Vakuumpumpen unterschieden. Während die Ersteren zeitlich unbeschränkt einsatzfähig sind, haben die Letzteren eine beschränkte Gasaufnahme Kapazität und müssen deshalb nach einem bestimmten, anwendungsabhängigen Rhythmus regeneriert werden.

Gasfördernde Vakuumpumpen, auch Gastransferpumpen genannt, werden in Verdrängerpumpen und kinetische Vakuumpumpen eingeteilt. Die Ersteren fördern Gas aus abgesperrten Räumen in die Atmosphäre oder in eine nachgeschaltete Pumpstufe, welches entweder durch mechanischen Antrieb oder einen gerichteten und am Ende der Pumpstrecke kondensierten Dampfstrahl geschieht. Kinetische Vakuumpumpen nutzen das Prinzip der Impulsübertragung, um den Gaspartikeln eine bevorzugte Richtung zu geben und diese damit aus der Kammer zu befördern. Dies findet statistisch über Molekularbewegung statt. Ein Beispiel hierfür ist die Diffusionspumpe, welche eine Treibmittelvakuumpumpe ist. Öldiffusionspumpen funktionieren nach dem Prinzip einer Strahlpumpe, wobei hier die Strömungsrichtung der Teilchen durch das Vergasen des Diffusionspumpöls vorgegeben wird. Anschließend wird das Öl durch ein mit Wasser gekühltes Netz abgefangen. Solche Pumpen haben keine bewegliche Teile und sind daher sehr zuversichtlich und wartungsfreundlich. Jedoch muss das Öl regelmäßig ausgetauscht werden. Außerdem kann weder garantiert werden, dass das gesamte Öl abgefangen wird, noch wird das Volumen schnell abgepumpt.

Im Versuch kommen die Drehschieberpumpe (**DSP**) sowie eine Turbomolekularpumpe (**TMP**) vor. Die DSP wird als eine Vorpumpe verwendet und sorgt dafür, dass die Vakuumkammer auf Feinvakuumgebiet evakuiert wird. Danach schaltet sich die TMP an und bringt den Druck auf das Hochvakuumgebiet bzw. kann sogar bei geringen Leckraten das Ultravakuumgebiet erreichen. Die genaue Funktionsweise dieser Pumpen lässt sich in zahlreichen Quellen finden und soll als Vorbereitung auf den Versuch von Studierenden studiert werden.

1.8 Vakuummessgeräte

In der Vakuumtechnik werden zahlreiche Messgeräte verwendet, welche - abhängig vom Druckbereich - den in einer Vakuumkammer vorhandenen Druck messen. Im Folgenden werden die gängig verwendeten Vakuummessgeräte aufgelistet:

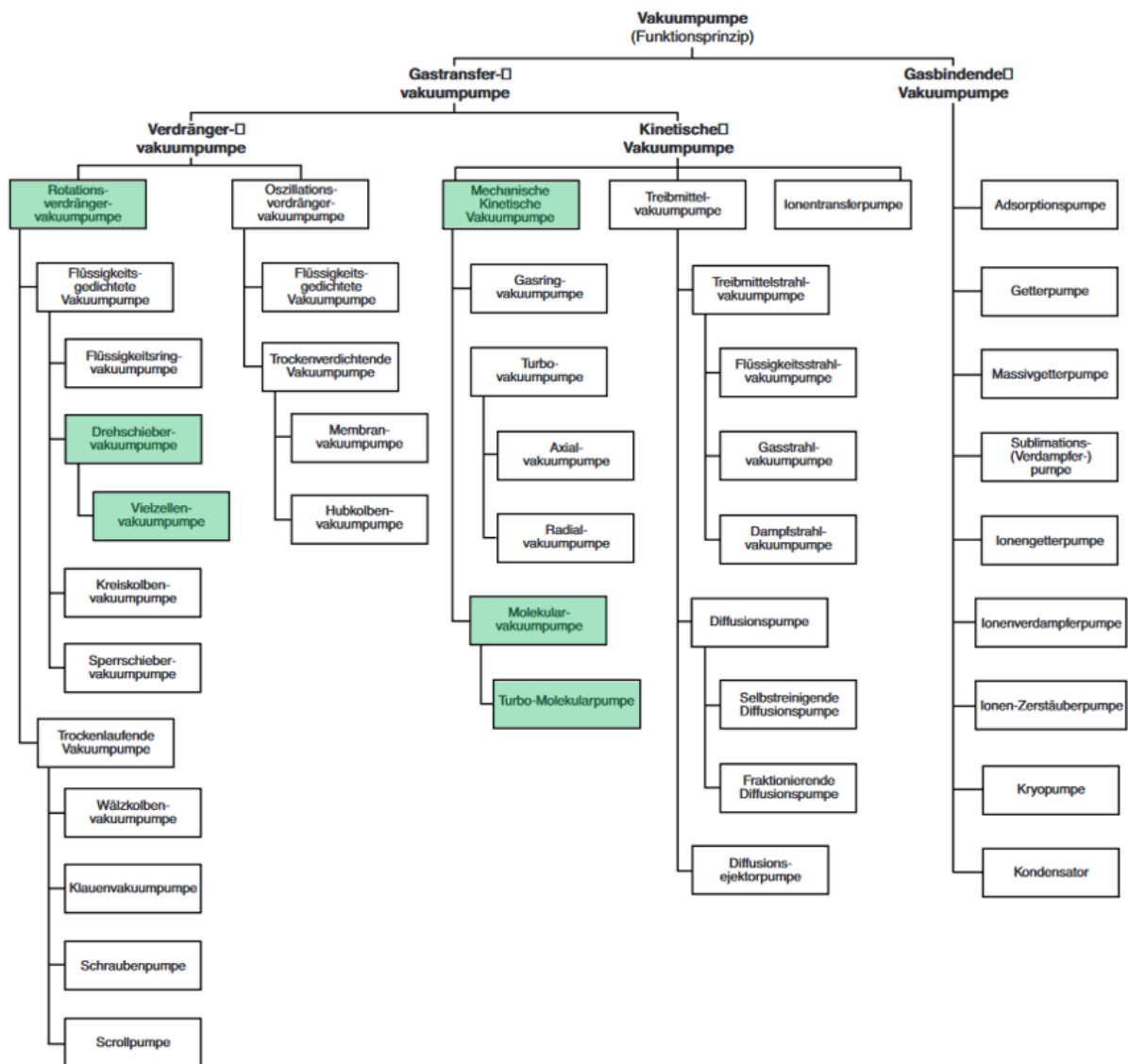


Abbildung 1.1: Ein Stammbaum der gängigen Vakuumpumpen. Die Vakuumpumpen sind hier nach ihrem Funktionsprinzip geordnet. Die für den Versuch relevanten Pumpen sind grün markiert. Abbildung unverändert übernommen aus [10].

Flüssigkeitsmanometer:

- U-Rohr-Manometer

Die Messung der Druckdifferenzen findet hier durch die Verschiebung einer Flüssigkeitssäule innerhalb eines U-förmigen und mit einer Sperrflüssigkeit gefüllten Glasrohrs statt. Es gibt offene und geschlossene U-Rohr-Manometer. Die meisten Offenen arbeiten mit dem Umgebungsdruck auf einer Seite. Dabei ist der Umgebungsdruck idealerweise gleich dem Normaldruck, schwankt jedoch in Abhängigkeit der Höhe sowie Wetterbedingungen für jede einzelne Messung. Typischerweise können solche Manometer bis $\approx 10^{-1}$ mbar messen.

- Kompressions-Manometer (Kompressions-Vakuummeter, McLeod-Vakuummeter)

Mechanische Vakuummeter:

- Rohrfeder (Bourdonfeder, Bourdonrohr)

Die Rohrfeder kommt in den meisten mechanischen Druckmessgeräten zur Anwendung. Es werden Zug-, Druck-, Torsions- und Biegefedern unterschieden. Dabei basiert das Messprinzip auf einer durch eine Druckeinwirkung zustande kommende Ausdehnung einer metallischen Feder, welche aus einem Druck beständigen Material gefertigt sein muss, da das Messmedium in die Rohrfeder vordringt. In Abb. 1.2 ist ein solches Bourdonrohr dargestellt. Normalerweise werden Zeiger- und Federmanometer bei Druckbereichen bis $\approx 10^{-1}$ mbar verwendet. Für feinere Drücke ist die Materialausdehnung nicht geeignet, da diese ebenfalls Drücke bis 1 mbar aushalten muss.

- Kapselfedermanometer
- Kapazitätsvakuummeter
- Piezoelektrische Vakuummeter
- Reibungsvakuummeter mit einer rotierenden Kugel

Wärmeleitungsvakuummeter (auch als Pirani-Vakuummeter bekannt)

Das Pirani-Vakuummeter wird für die Messung von Feinvakuum verwendet. Die Druckmessung findet über die Tatsache statt, dass die Wärmeleitfähigkeit von Gasen - in gewissen Grenzen - druckabhängig ist. Die Wärmeabgabe des Messdrahts und die zugrunde liegenden Prozesse sind in Abb. 1.3 dargestellt. Es wird die Leitfähigkeit bzw. der Widerstand des Messdrahts gemessen. Der Widerstand steigt dabei stärker als linear mit Temperatur an, da die durch die Temperatur erhöhte kinetische Energie der Teilchen zu mehr Phononen und damit Stöße führt. Jedoch sind Pirani-Vakuummeter nur bis $\approx 10^{-3}$ mbar verwendbar. Der Grund hierfür ist, dass die Wärmestrahlung, welche stets vorhanden ist und keine Teilchen braucht, an diesem Punkt die Wärmeleitung zwischen dem Draht und der äußeren Hülle dominiert.

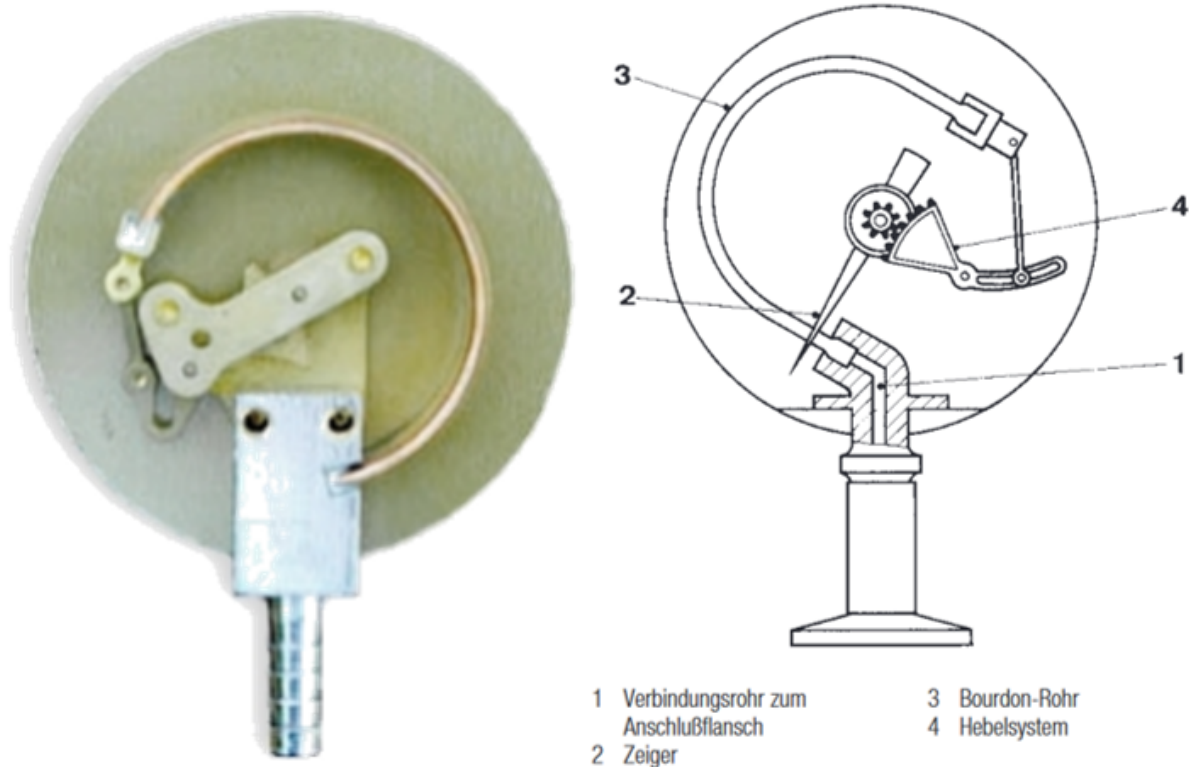


Abbildung 1.2: Ein typisches Bourdonrohr. Hier dargestellt sind **rechts**: ein Foto des inneren Aufbaus und **links**: eine Schnittzeichnung eines Bourdon-Federvakuummeters. Die Abbildungen unverändert übernommen aus [11] (links) und [10] (rechts).

Ionisations-Vakuummeter:

Ionisations-Vakuummeter werden zur Druckbestimmung in Hoch- und Ultrahochvakuumbereichen verwendet. Das Messprinzip besteht darin, das vorhandene Restgas zu ionisieren und einen damit verbundenen Strom zu messen, welcher proportional zur Teilchenzahldichte ist. Die genaue Unterscheidung erfolgt nach der Umsetzung der Ionisierung:

- Kaltkathoden-Ionisationsvakuummeter
- Glühkathoden-Ionisationsvakuummeter

Bei Glühkathoden-Ionisationsvakuummeter gibt ein heißer Draht Elektronen ab, welche durch eine weitere Elektrode beschleunigt werden (typischerweise 100 – 200 eV). Diese Elektronen ionisieren anschließend Teilchen durch Stöße. Die Anzahl der ionisierter Teilchen und damit der Druck ist über eine Kathode bestimmbar. Dieser Aufbau funktioniert bis $\approx 10^{-8}$ mbar. Hier fängt die Röntgen-Strahlung zu dominieren, welche gegen die äußere Kathode prallt. Dadurch kommt es zum starken Photoeffekt, welcher die Messung zum Stillstand bringt. Außerdem kommt bei Glühkathoden das Problem hervor, dass beim Einschalten diese sich sehr schnell auf ≈ 3000 K

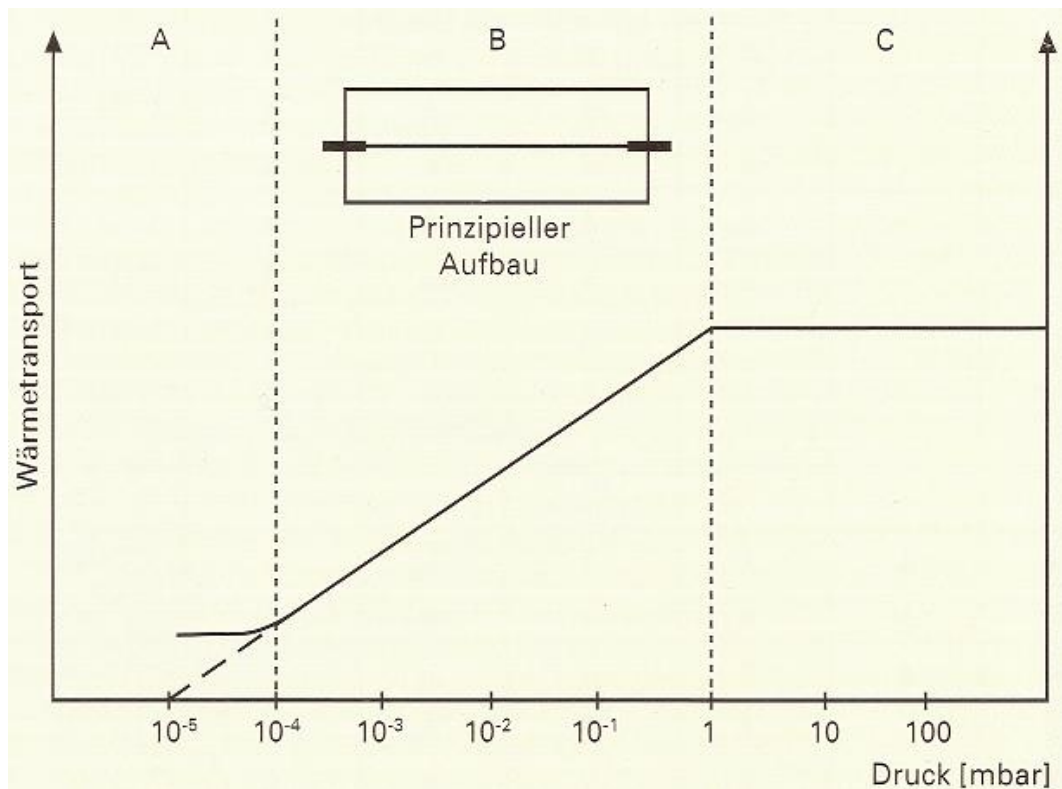


Abbildung 1.3: Das Funktionsprinzip eines Pirani-Messrohrs. Die Wärmeabgabe des Messdrahts erfolgt nach steigendem Druck über **A**) Wärmestrahlung des Drahtes und Wärmeableitung an den Drahtenden, **B**) druckabhängige Wärmeleitung durch das Gas und **C**) Konvektion. Dabei ist der Wärmeverlust des Heizdrahtes im Bereich **(B)** bzw. im Feinvakuumgebiet direkt proportional zum Druck. Somit kann über Leistung, welche für die Aufrechterhaltung einer konstanten Temperatur des Drahts notwendig ist, der vorliegende Druck bestimmt werden. Abbildung unverändert übernommen aus [12].

erwärmt. Dabei erwärmt sich die Umgebung mit, wodurch Zusatzstrahlung und damit eine Verfälschung des gemessenen Drucks entsteht. Dieser Effekt wird kleiner, je mehr sich ein Gleichgewicht einstellt. Um niedrigere Drücke messen zu können, wird dasselbe Prinzip mit einem anderem Aufbau verwendet. Hier ist die Beschleunigungskathode außen und der Auffänger wird sehr dünn gewählt und befindet sich in der Mitte des Vakuummeters, wodurch der Photoeffekt minimiert wird. Solche Anordnungen können typischerweise bis 10^{-11} mbar messen, wobei es heutzutage schon Aufbauten gibt, welche bis $10^{-14} - 10^{-15}$ mbar gehen. Dazu müssen zum einen die Lecks minimal gehalten und zum anderen die Aufbauten ausgeheizt werden, wozu beispielsweise keine Gummi- sondern nur Kupferdichtungen verwendet werden müssen.

1.9 Vakuum-Apparaturen

In diesem Abschnitt werden einige bei Vakuumaufbauten häufig verwendete Apparaturen aufgezählt. Die Studenten sollen sich mit diesen vor dem Beginn des Versuchs vertraut machen.

- Typische Werkstoffe
 - Edelstähle (kohlenstoffarme Materialien)
 - Messing (nicht für UHV, da beim Heizen Zink ausdampft)
 - Glas (Sichtfenster, elektrische Durchführungen, etc.)
 - Keramik (z.B. Oxidkeramiken wie Al_2O_3)
- Flanschsysteme
 - Kleinflansch (KF-Flansch)
 - Klammerflansch (K-Flansch)
 - Conflat-Flansch (CF-Flansch)
 - Schraubflansch
- Dichtungen
 - Gummi-elastische Kunststoffe (wie Viton, Perbunan, etc.)
 - Metaldichtungen (Al, Cu, Ag, oder In für tiefe Temperaturen), für UHV entgaste Metalle
 - Schliff mit Vakuulfett (z.B. bei Glasapparaturen wie Exsikkatoren)
- Verbindungen
 - Metall-Metall-Verbindung durch Schweißen
 - Metall-Metall-Verbindung durch Löten (Hart- oder Weichlöten)
 - Kleben (Epoxidkleber)
 - Metall-Glas-Verbindung durch Aufschmelzen von Glas und Wolframoxid
 - Metall-Keramik-Verbindung durch Hartlöten
 - Aufsprengen (Kaltverschweißen)

1.10 Symbole in der Vakuumtechnik

Wie sonst auch der Fall, wird in der Vakuumtechnik eine Symbolik für Diagramme und Schaltbilder eingeführt. Dazu wird ein Beiblatt während des Versuchs zur Verfügung gestellt.

2 Versuchsaufbau

Dieses Kapitel beinhaltet Informationen über den experimentellen Aufbau der Hauptvakuumkammer, welche während der Versuchsdurchführung verwendet wird.

2.1 Anmerkungen zur Sicherheit und Wartung

Beachten Sie, dass Sie während dieses Versuchs unter anderem mit Hochvakuum arbeiten. Machen Sie sich deshalb stets Gedanken darüber, welche mögliche Szenarien und vor allem deren Folgen Sie durch falsche Handlungen hervorrufen können, wie z.B. in Abb. 2.1 dargestellt. Wie kann es dazu kommen und welches Verhalten soll vermieden werden, falls

- die Turbomolekularpumpe ohne der Vorpumpe betrieben wird.
- ein Ventil schlagartig geöffnet wird.
- das vertikale Rohr sich vom Vakuumaufbau löst.
- eine Gasflasche unbemerkt geöffnet gelassen wird.
- die Heliumflasche sowohl geöffnet als auch ungeöffnet umfällt.
- eine neue Kammer ans Vakuum angeschlossen wird, wobei diese an das Vakuumsystem nicht passt.

Die Folgen von Missgeschicken sind nicht immer direkt absehbar. Bitte fragen Sie bei Unsicherheiten den Assistenten. Vor dem Beginn des Versuchs sollte der Ölstand in den Vorpumpen überprüft werden und die Abluftschläuche sollen frei sein. Beim Beenden des Versuchs soll der Aufbau belüftet hinterlassen werden, wobei alle Geräte abgestellt und vom Netz getrennt, sowie alle relevanten Ventile geschlossen sein sollen.

2.2 Pumpstation

Dieser Abschnitt enthält Abbildungen des von Ihnen verwendeten Versuchsaufbaus. Abb. 2.2 zeigt den Gesamtaufbau der Pumpstation und Abb. 2.3 beinhaltet die dazugehörigen Messgeräte. Zum besseren Verständnis sind die wichtigen Bauteile in den Abbildungen markiert und in den jeweiligen Bildunterschriften benannt.

2.3 Drehschieberpumpe (DSP)

Sie sollen sich mit der Funktionsweise einer DSP vertraut machen. Der Arbeitszyklus einer solchen Pumpe lässt sich in Ansaugen, Abschließen, Verdichten und Ausstoßen eingliedern. Ein Schaubild einer Drehschieberpumpe ist in Abb. 2.4 dargestellt. An diesem sollten die vier Stadien des Pumpzyklus verdeutlicht werden. Dieser Pumpentyp ist einer der gängigsten im Grob-



Abbildung 2.1: Ein implodierendes Vakuumrohr. Abbildung unverändert übernommen aus [13].

und Feinvakuumbereich und dient als Vorpumpe für Hoch- und Ultrahochvakuum pumpen, welche nicht gegen den Atmosphärendruck arbeiten können. Dabei kann eine einzelne Pumpe Luft von 1 bar auf 10^{-3} mbar (d.h. Kompressionsverhältnis von 10^6) nicht komprimieren. Deshalb werden Pumpen stets in Reihe geschaltet. Im Versuch liegt eine zweistufige DSP vor. Dabei ist zu beachten, dass mehrere solche Pumpen über Schläuche hintereinander zu verbinden nicht sinnvoll ist, da die mittlere freie Weglänge zu hoch wird. Stattdessen werden weitere Pumpen - wie die TMP - verwendet.

2.4 Molekular- und Turbomolekularpumpe (TMP)

Während der Enddruck einer typischen DSP auf den Feinvakuumbereich beschränkt ist, werden für einen besseren Druck Hochvakuum pumpen wie eine TMP verwendet. Ist die freie Weglänge groß genug (typischerweise einige cm), so sind für den Druck nur noch Wandstöße relevant. Falls die Wand in einer geeigneten Art und Weise schnell genug, d.h. mit thermischer Geschwindigkeit bewegt wird, so können Gasteilchen befördert bzw. gepumpt werden. Zunächst wird eine Vorpumpe gebraucht, um die Teilchendichte auf nötige freie Weglänge zu reduzieren. Das Prinzip der sich schnell bewegenden Wände wird bei Holweck- oder Gaedepumpen realisiert. Die TMP

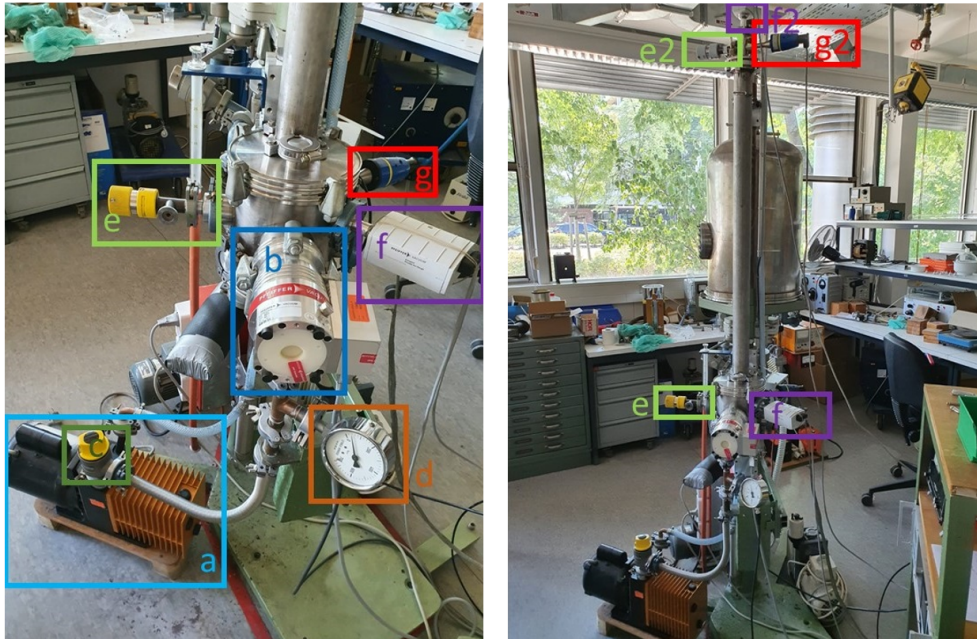


Abbildung 2.2: Der Vakuumbehälter mit **links:** Pumpen und Messgeräten sowie **rechts:** angeschlossenem Rohr. Dabei ist **a)** die Vorpumpe, **b)** die TMP (Pfeiffer HiPace 80 DN63 ISO-K), **c)** das Zwischenventil zwischen den beiden Pumpen, **d)** das Manometer, **e)** bzw. **e2)** das untere bzw. obere Belüftungsventil, **f)** und **f2)** das untere und obere Glühkathoden-Manometer (Pfeiffer IMR 265) und **g)** sowie **g2)** das untere sowie obere Pirani-Manometer.

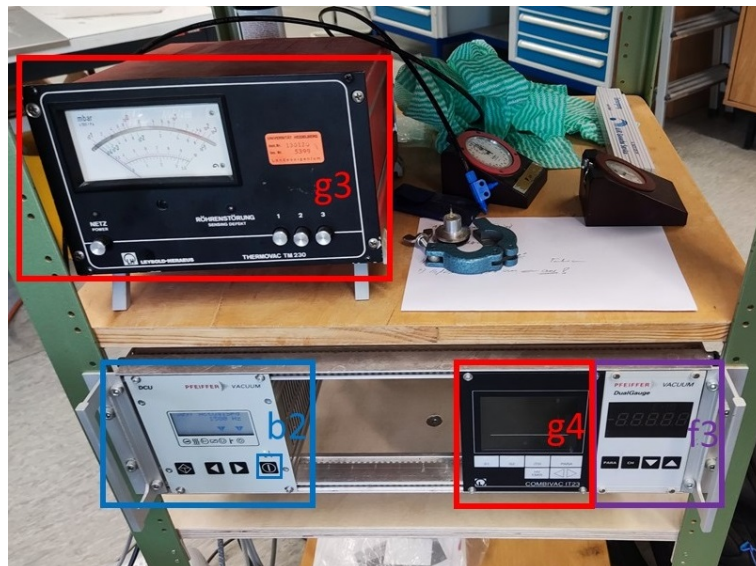


Abbildung 2.3: Der Pumpstand für den Vakuumbehälter. Hier ist **b2)** die Steuerung der Turbomolekularpumpe, **f3)** die Anzeige der Manometer (kann zwischen Unterem und Oberem umgeschaltet werden) und **g3)** die analoge Anzeige des Manometers.

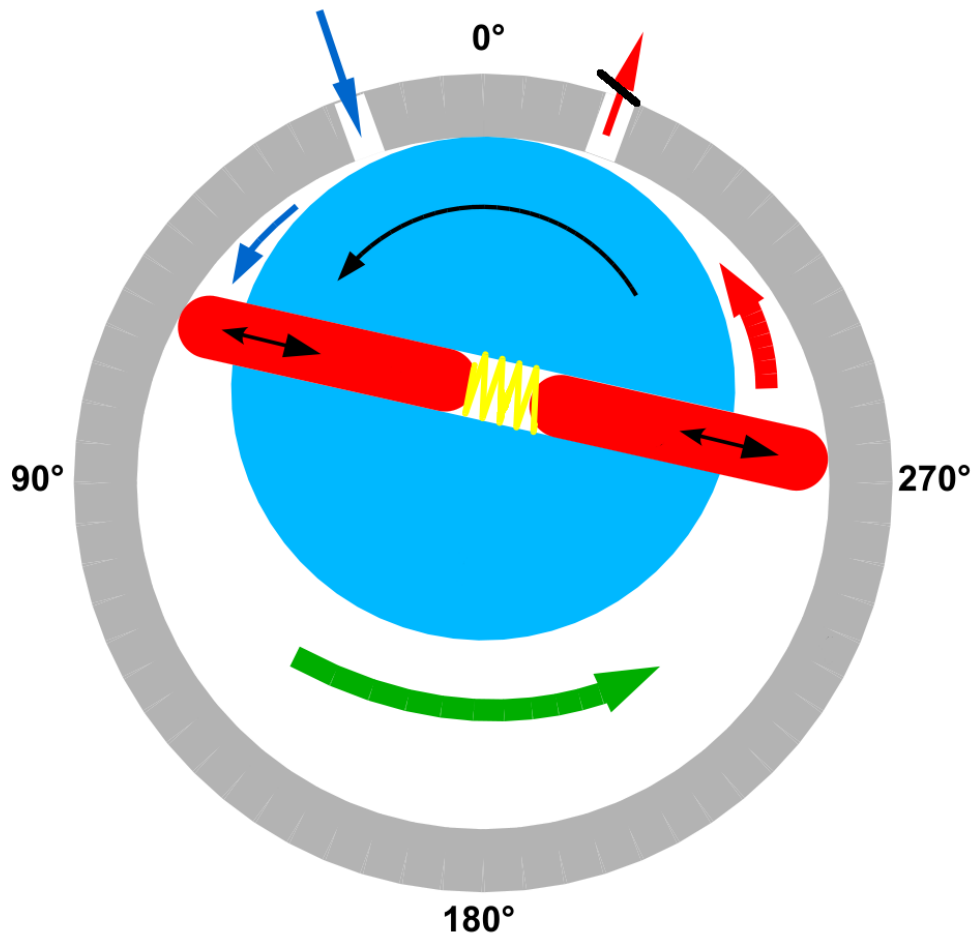


Abbildung 2.4: Schaubild einer DSP. Abbildung unverändert übernommen aus [14].

arbeitet dagegen nach dem Tischtennisschlagerprinzip. Eine Darstellung einer solchen Pumpe lässt sich in Abb. 2.5 sowie in zahlreichen Wandtafeln und Anschauungsmaterialien im Versuchsraum finden. Die Funktionsweise besteht darin, dass zwischen den Rotoren und der Teilchen ein Impulsübertrag stattfindet, so dass der Verteilungsfunktion der Bewegung von Letzteren eine Vorzugsrichtung vorgegeben wird. Zu beachten ist, dass hierbei Moleküle nicht 'angesaugt' werden, sondern lediglich über statistische Bewegung in die Rotoren gelangen.

Die im Versuch eingesetzte Pumpe ist eine Hybridpumpe, welche aus einer Turbo- und Gaedestufe besteht. Das kommt daher, dass der Übergangsbereich zwischen $1 \cdot 10^{-1}$ und $1 \cdot 10^{-3}$ mbar für eine reine Turbopumpe problematisch ist. Deshalb wird eine zusätzliche Dreh- bzw. Molekularpumpe zwischen der TMP und der Vakuumkammer verwendet, welche gerade in diesem Druckbereich effizient ist. Diese verfügt über eine spiralenförmige Einbuchtung, welche die Teilchen entlang der Spirale in Richtung der TMP lenkt.



Abbildung 2.5: Eine geöffnete 10-stufige TMP. Am oberen Ende befindet sich die Saugseite mit einem Hochvakuumflansch und dem Magnetlager, unten lässt sich der Elektromotor erkennen. Abbildung unverändert übernommen aus [15].

3 Methoden

In diesem Kapitel werden noch einige für die Durchführung hilfreichen Methoden vorgestellt.

3.1 Gasballast

Als *Gasballast* wird eine Einrichtung bezeichnet, durch welche Luft oder ein anderes nicht kondensiertes Gas in eine Vakuumpumpe eingelassen wird. Diese wird verwendet, wenn in einer Pumpe Dampf (z.B. durch Wasserreste) gefördert wird, welcher bei den vorkommenden Temperaturen wegen Kompression kondensieren würde. Der Gasballast ermöglicht das Einströmen von Luft durch eine zusätzliche Öffnung am Auslassventils bevor die Dampfkondensation eintritt. Damit wird der Dampf mit dem Ballastgas ausgestoßen. Dadurch steigt jedoch der erreichbare Basisdruck (siehe Abschnitt 1.2) einer Vakuumpumpe geringfügig an.

3.2 Pumpstand hoch- oder unterfahren

Um den Pumpstand (DSP und TMP) hochzufahren, sollen folgende Schritte in dieser Reihenfolge durchgeführt werden:

- DSP einschalten und nach kurzer Zeit das Verbindungsventil aufdrehen.
- Abwarten, bis der Druck unter $5 \cdot 10^{-1}$ mbar fällt.
- TMP über den Controller einschalten.

Zu beachten ist, dass wegen des desorbierenden Wassers von den Innenflächen der Vakuumkammer (Pseudoleck) das Abpumpen auf einen guten Druck (hier: 10^{-6} mbar Druckbereich) einige Zeit dauert. Deshalb muss nach jeder Öffnung der Vakuumkammer etwas gewartet werden, bis sich ein für die Messungen vernünftiger Druck einstellt.

Um den Pumpstand wieder auszuschalten, führen Sie folgende Schritte aus:

- Schalten Sie die TMP aus.
- Belüften Sie die Kammer vorsichtig. Dazu öffnen Sie das innere und dann das äußere Belüftungsventil. Warten Sie ab, bis das Pirani-Vakuummeter den Druck in der Mitte des roten Druckbereichs anzeigt. Hier können Sie etwas stärker belüften. Alternativ können Sie bei Versuchsteilen, bei welchen Sie den Druck erhöht haben, die Ventileinstellung verwenden, bei welcher die laufende Pumpe abgebremst worden ist.
- Warten Sie, bis die Drehzahl auf ca. 100 Hz kommt. Hier können Sie das Eckventil (Verbindungsventil zwischen TMP und DSP) schließen und anschließend die DSP runter fahren.
- Belüften Sie nun die Kammer über das Belüftungsventil indem Sie dieses weiter aufdrehen.

3.3 Lecksuche

Die Lecksuche gehört zu den (oftmals leidigen) Pflichten in der Vakuumtechnik. Lecks können an verschiedenen Stellen einer Vakuumapparatur auftreten wie Flansche, Schweißnähte oder Lötstellen. Ebenfalls können sie durch Materialfehler, Risse, etc. zustande kommen. Dazu kommen die 'Lecks von Innen' wie z.B. das Ausgasen von Metallen oder Kunststoffen. In diesem Versuch werden Lecks untersucht, welche ein 'Loch', also eine Verbindung zwischen Außenatmosphäre und dem Inneren der Vakuumkammer darstellen.

Im ersten Teil der Lecksuche wird ein Heliumlecksucher verwendet, welches das empfindlichste Gerät zur Suche und Lokalisierung von Lecks ist. Er arbeitet als eine Art künstliche Nase, welche sensitiv auf Helium ist. Der Lecksucher kann direkt an dem zu messenden Objekt angeflanscht werden. Wird Helium auf das Leck gesprüht, wird dieses dadurch in das Innere der Vakuumkammer gezogen und massenspektrometrisch nachgewiesen. Dazu liegt ein Magnetfeld senkrecht zur Bewegungsrichtung des Heliums vor, welcher als eine Beschleunigungsspannung zum Fokussieren des Heliumionenstrahls durch die Blenden des Massenspektrometers fungiert. Der Lecksucher arbeitet als ein massensensitives Heißkathoden-Ionisation-Vakuummeter. Je nach Art und Anordnung der Hochvakuumpumpe in der Lecksuche wird zwischen Instrom- sowie heute gängigeren Gegenstromlecksuchern unterschieden. Diese Methoden sind deutlich genauer als beispielsweise die Überlecksuche, welche die gängigste Art der Lecksuche ist. Im Versuch wird ein Eigenbau-Gegenstromlecksucher verwendet. Hierbei muss das Helium gegen die Pumpenrichtung zum Massenspektrometer gehen. Der Aufbau ist in Abb. 3.1 dargestellt. Wird der Eingang des Lecksuchers mit einer Durchflussimpedanz, welche beispielsweise als eine Kapillare an einem Schlauch ausgeführt sein kann, verbunden, so kann ortsgebunden nach Heliumeintrittspunkten gesucht werden. Ein solches Gerät wird als Schnüffler bezeichnet. Wird das zu untersuchende Gefäß mit Helium unter Überdruck geflutet, so tritt Helium an den Leckstellen aus und kann damit mit dem Schnüffler detektiert werden.

Im zweiten Teil dieses Versuchsabschnitts wird ein künstliches Leck hergestellt, um Lecksuchetechniken anzuwenden. Dazu werden Sie durch den Assistenten eingewiesen. Das Ziel ist es, aus einem Glasrohr eine sehr dünne Kapillare über einer Gasbrennerflamme zu ziehen und diese schließlich als ein Leck zu verwenden. Mehr dazu im Abschnitt 3.4.

3.4 Glasbläserei

Glas ist heutzutage wegen seinen Eigenschaften äußerst wichtig. Es ist amorph kristallin und sehr schlecht wärmeleitend. Es besteht aus Siliziumdioxid mit einem kleinen Anteil von vielfältigen Metallmischungen.

Im Rahmen dieses Versuchs wird Glasbläserei vor allem dazu verwendet, dünne Kapillare aus Glas für die Lecksuche zu ziehen. Dies sollte mit Gefühl und vorsichtig gemacht werden. Zum einen werden Sie mit einem mit Propan arbeitendem Gasbrenner arbeiten. Zum anderen arbeiten Sie mit Glasröhren, welche zunächst mit einem speziellen Glasmesser angeschnitten und mit Hand gebrochen werden. Das Glasstab wird in der Mitte am Gasbrenner mit Schwenkbewegun-

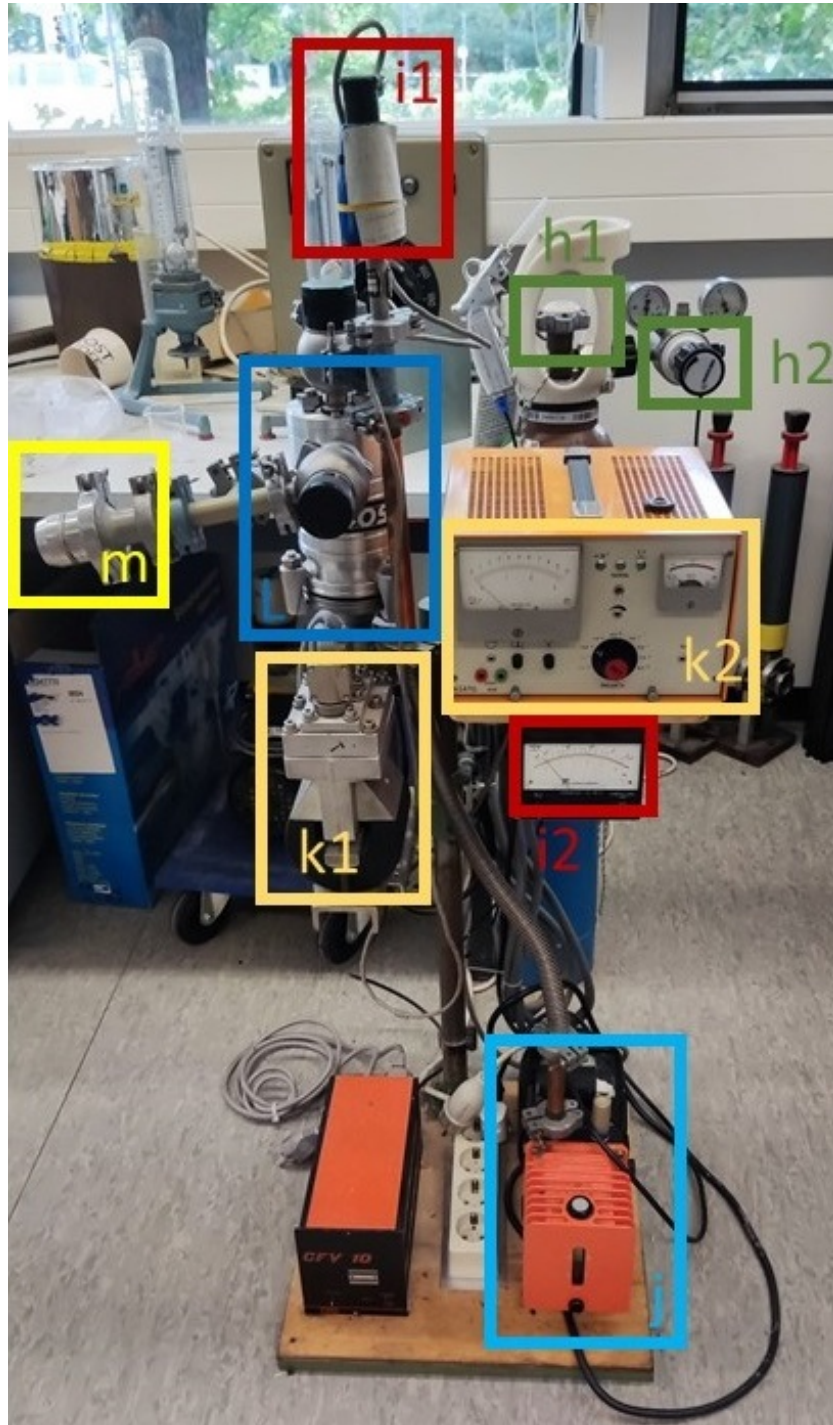


Abbildung 3.1: Der Lecksuchaufbau an der zweiten Vakuumkammer. Dieser besteht aus **h1**) dem Haupt- und **h2**) dem Dosierventil der Gasflasche, **i1**) einem Pirani-Manometer mit Anzeige, **j**) einer Vorpumpe, **k2**) einem Spektrometer mit dazugehörigen Anzeige, **l**) einer TMP und **m**) einem Leckbauteil.

gen aufgewärmt und schnell auseinander gezogen, so dass ein dünner Faden zwischen den beiden Teilen entsteht. Alternativ können Sie den Glasstab erwärmen und anschließend rein blasen, um eine kugelförmige Glasform zu erhalten. Achten Sie darauf, dass das Glas dabei beim zu starken Blasen platzen kann. Das Tragen einer Schutzbrille ist daher während dieses Versuchsteil Pflicht! Außerdem sollten Sie auf scharfe Kanten an Glasstücken achten, da diese eine potentielle Verletzungsgefahr darstellen. Bedenken Sie, dass obwohl Glas ein sehr schlechter Wärmeleiter ist, es trotzdem eine nicht zu vernachlässigende Wärmekapazität hat, so dass ebenfalls Verbrennungsgefahr besteht.

Sie werden vom Assistenten zur Glasbläserei eingewiesen und vorgeführt bekommen, wie eine solche Kapillare gezogen wird. Falls Sie Interesse haben, selbst etwas aus Glas zu blasen, können Sie dies gern den Assistenten mitteilen und im Anschluss nach dem Versuch Euch daran versuchen.

4 Vorbereitungsfragen

Die folgenden Fragen dienen zur Festhaltung der Theorie sowie Vorbereitung für die Durchführung und sollen vor der Letzteren beantwortet werden.

- Wie groß ist die Druckkraft auf einen Quadratmeter einer Seitenfläche eines Rezipienten? Es kann von einer Druckdifferenz zwischen normalen Atmosphärendruck und einer Vakuumkammer auf 1 mbar evakuiert ausgegangen werden. Der Druck soll sowohl in Pa als auch bar angegeben werden. Ist die mechanische Stabilität einer Vakuumkammer groß genug, dass diese auf $< 10^{-12}$ mbar evakuieren kann? Für welche Anwendungen wird Ultrahochvakuum gebraucht?
- Was ist die Einteilung von Vakuum?
- Warum verdunstet Wasser im Vakuum schneller als in einem Gefäß in normaler Raumluft?
- Warum ist der Leitwert bei Molekularströmung druckunabhängig?
- Im Abschnitt 1.7 wurden die zwei im Versuch verwendete Pumpen erwähnt. Dazu
 - wurde im Abschnitt 2.3 die DSP eingeführt. Erklären Sie anhand der Abb. 2.4 ihren Aufbau sowie Funktionsweise. Welcher Druckbereich kann mit einer DSP erreicht werden und warum ist dieser begrenzt? Warum kann eine DSP ohne Gasballast Wasserdampf nur schlecht pumpen?
 - wurde im Abschnitt 2.4 erwähnt, dass eine TMP im Zentrum des Versuchs steht. Erklären Sie deren Aufbau und Funktionsweise anhand der Abb. 2.5. Warum kann man eine solche Pumpe nicht ohne einer Vorpumpe betreiben und in welchem Druckbereich kann eine TMP allgemein arbeiten? Welche Aufgabe erfüllt die Molekularpumpe?
 - schätzen Sie die Geschwindigkeit der Moleküle und damit der Rotoren einer TMP ab. Vergleichen Sie dazu die kinetische Energie der Rotoren und die thermische Energie der Moleküle. Können solche Geschwindigkeiten erreicht werden? Unter Voraussetzung, dass das Schmieren keine Option ist, wie kann ein Kugellager einer TMP solche Geschwindigkeiten lange aushalten?
 - erklären Sie die Funktionsweise einer Diffusionspumpe. Was sind deren Vor- und Nachteile? Weshalb wird diese Pumpe heutzutage immer weniger verwendet?
- Im Abschnitt 1.8 wurden mehrere Messgeräte eingeführt. In welchen Druckbereichen werden diese verwendet und wodurch sind diese begrenzt? Überlegen Sie sich,
 - wo im Alltag ein U-Rohr-Manometer verwendet wird. Wäre es sinnvoll, dieses durch ein anderes Druckmessgerät zu ersetzen?
 - warum können Pirani-Vakuummeter nur für Grob- und Feinvakua verwendet werden?
 - was die Funktionsweise einer Glühkathode ist?

- Der Abschnitt 3.1 führte den Begriff des Gasballasts ein. Erklären Sie, was das ist und wozu es verwendet wird.
- Unter welcher Bedingung würde ein evakuierter metallischer Ball kollabieren?
- Im Abschnitt 3.3 wurde der Aufbau zur Lecksuche eingeführt. Wie funktioniert ein Dipol-Massenspektrometer? Warum wird ^4He benutzt? Welches andere Gas hat die Massenzahl 4 und kann dadurch die Messung stören?
- Überlegen Sie sich eine Lecksuche, welche im Alltag passiert. Um welche Art der Lecksuche handelt es sich?
- Was ist ein Tesla-Transformator und wie funktioniert es?

5 Versuchsdurchführung

5.1 Allgemeines

- Beachten Sie, dass zu einer Versuchsdurchführung sowie deren Auswertung ein Laborbuch bzw. Messprotokoll, aus welchem die Messschritte sowie Messdaten (mit Bemerkungen) ersichtlich sind, dazugehört! Das Laborbuch bzw. Messprotokoll soll während der Durchführung angelegt und anschließend bei der Auswertung vorgelegt werden. Fotos vom Aufbau sowie den einzelnen Geräten sind in der Auswertung ebenfalls erwünscht.
- Machen Sie sich zu Beginn mit dem Versuchsaufbau der Pumpstation vertraut. Fertigen Sie dazu und im Verlauf des Versuchs Blockschaltbilder der von Ihnen verwendeten Aufbauten. Ein Beispiel hierfür finden Sie in Abb. 5.1.
- Machen Sie sich mit den verwendeten Geräten und Vakuumdichtungen vertraut. Dies ist für die spätere Beurteilung von Fehlern sowie Verbesserungsmöglichkeiten wichtig. Geben Sie in der Auswertung eine kurze Beschreibung der im Versuch verwendeten Messgeräte (Manometer, etc.).
- Fertigen Sie für die gemessenen Daten in 5.3 und 5.4 zwei weitere Diagramm an. Im Ersten soll der Pumpstrom als Funktion des Drucks aufgetragen und der Kurvenverlauf diskutiert und mit Theorie verglichen werden. Im Zweiten sollen die Anzahl der freien Teilchen sowie die mittlere freie Weglänge in einem Diagramm als Funktion des Drucks dargestellt werden. Dazu brauchen Sie die Avogadro-Konstante $N_A \approx 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ sowie das molare Volumen bei Normalbedingungen $V_m \approx 24,461/\text{mol}$. Beschreiben Sie, wie das Diagramm zustande kommt (Rechnungen).
- Fehlerabschätzungen und -berechnungen gehören zu jeder Messung dazu.
- Jede Studentengruppe soll für die Abschlussdiskussion eine Ausarbeitung, welche das Laborbuch sowie die Auswertung beinhaltet, anfertigen. Jeder Student soll eine eigene kritische Würdigung abgeben, welche aus der Diskussion zum Versuch und zu den Ergebnissen, sowie einer Fehlerbetrachtung besteht. Die kritische Würdigung kann gern Feedback zum Versuch sowie den Tutor beinhalten.

5.2 Vorversuche

Folgende Versuchsteile sollen den Studierenden einen besseren Überblick der Vakuumkammer und deren Funktionsweise geben sowie die Studierende mit der Apparatur anvertrauen.

5.2.1 Erste Evakuierung mit der Drehschieberpumpe

Evakuieren Sie zu Beginn mit der zweistufigen Vorpumpe den Edelstahlrezipienten. Dabei soll folgendes Vorgehen genutzt werden: Schalten Sie die DSP ein und öffnen Sie dann das Eckventil

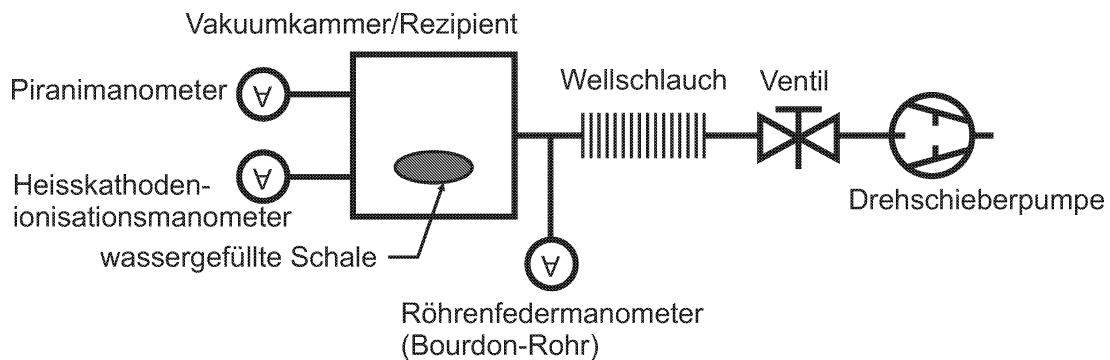


Abbildung 5.1: Ein Vakuum-Blockschaltbild zum Versuchsteil 5.2.2.

an der Pumpe. Beobachten Sie den Druck am Röhrenfeder- sowie Pirani-Manometer. *Welcher Enddruck stellt sich ein? Warum ist kein besseres Vakuum erreichbar (Tipp: freie Weglänge)?* Belüften Sie abschließend die Apparatur. Schließen Sie dazu das Eckventil während die Pumpe weiterläuft und öffnen Sie das Belüftungsventil an der TMP. Nachdem die Apparatur vollständig belüftet ist (siehe Röhrenfedermanometer), kann der KF50-Blindflansch an der Oberseite der Vakuumkammer abgenommen werden.

5.2.2 Abpumpen kondensierbarer Dämpfe

Das Abpumpen kondensierter Dämpfe, z.B. Wasserdampf, ist mit einer DSP problematisch, da bei der Kompression des Dampfes dieses sich verflüssigen kann (siehe Abschnitt 3.1). Daher kann die Pumpe den Dampf nicht über den Atmosphärendruck komprimieren und folglich nicht ausstoßen. Um dies zu beobachten, füllen Sie eine Aluminiumschale mit einigen ml Wasser und stellen diese in den Rezipienten. Der dazugehörige Aufbau kann aus Abb. 5.1 entnommen werden. Verschließen Sie den Rezipienten mit einem KF-50-Flansch und pumpen Sie mit der DSP den Rezipienten aus. *Was genau passiert in der DSP? Welcher Druck stellt sich ein und wieso? Warum zuckt die Druckanzeige des Pirani-Instruments zu größeren Werten?* Schalten Sie nun den Gasballast (siehe Abschnitt 3.1) ein. *Der Druck soll wieder beobachtet und mit dem vorherigen Pumpvorgang verglichen werden. Was passiert und wieso?* Lassen Sie den Gasballast für 15 – 30 min laufen und gehen Sie währenddessen zum nächsten Versuchsteil über.

5.2.3 Evakuierung mit der TMP

Evakuieren Sie die Vakuumkammer mit der DSP auf mindestens $1 \cdot 10^{-1}$ mbar. Schalten Sie den TMP-Kontroller und die TMP dazu ein. Es dauert einige Zeit, bis die TMP hoch gelaufen ist. *Welche typische Drehzahlen hat ein Rotor einer solchen Pumpe und wieso? Beobachten Sie nun die Druckanzeige des Pirani-Manometers. Wieso ist dieses nicht geeignet, Drücke unter 10^{-3} mbar zu messen?*

Schalten Sie das Heißkathoden-Vakuummeter über die DualGauge ein. *Welchen Enddruck erreicht die TMP? Warum dauert es so lange, bis ein niedriger Druck erreicht wird und wie kann dieser Vorgang beschleunigt werden?* Beachten Sie, dass die DualGauge zwei Channels hat, zwischen welchen umgeschaltet werden kann. Zum Abschluss dieses Versuchs soll die TMP ausgeschaltet werden und das Belüftungsventil der TMP bei laufender Vorpumpe **sehr vorsichtig** geöffnet werden, wodurch die TMP gebremst wird. Dazu öffnen Sie zuerst das innere und danach das äußere Ventil. Der Bremsvorgang dauert ein Paar Minuten. Sie können die Drehzahl der TMP durch das dazugehörige Netzgerät kontrollieren. Ist die TMP zum Stillstand gekommen, so kann das Belüftungsventil ganz aufgedreht, das Eckventil geschlossen und als letztes die Vorpumpe ausgeschaltet werden (siehe Abschnitt 3.2).

Nun wird das Experiment ohne Wasser wiederholt. Fahren Sie dazu den Pumpstand hoch (siehe Abschnitt 3.2) und schalten Sie den Gasballast ab. Sobald die TMP eingeschaltet wird, messen Sie den Druck p als Funktion der Zeit t . Dazu messen Sie während den ersten 5 min alle 20 sec und die nächsten 10 min alle 1 min. *Was passiert mit der Druckanzeige der Glühkathode? Wie sieht die Druckkurve hier aus und welches Druckverhalten liegt hier vor?*

Nach dem Beenden dieses Versuchsteils kann die Messapparatur abgeschaltet werden und der Vakuumaufbau wird - unter der Voraussetzung, dass das Dosierventil für den nächsten Versuchsteil angebracht wurden ist - über Nacht evakuiert.

5.3 Saugvermögen der TMP

Zur Messung des Saugvermögens der TMP wird bei belüfteter Apparatur ein Dosierventil mit Aufnahme für Kapillare an der Vakuumkammer angeflanscht. Der Druck wird durch ein Pirani- und Heißkathoden-Manometer gemessen. Bei geschlossenem Ventil wird die Kammer auf 10^{-6} mbar Druckbereich evakuiert. Wenn sich ein guter Druckwert (*welcher?*) einstellt, kann das Saugvermögen gemessen werden. Dazu wird eine geeignete Messkapillare in die Kapillarenfassung eingesteckt und das Dosierventil etwas geöffnet. Der Druck muss auf einen neuen Gleichgewichtswert ansteigen. Unter der Annahme von Kontinuität ist die Anzahl der durch die Kapillare angesaugten Luftmoleküle gleich der Anzahl der durch die Pumpe Abgezogenen (Gleichgewicht zwischen Saug- und Leckleistung). Es soll ein kleines Tropfen Seifenwasser (stark verdünnt) an die Ansaugöffnung der Kapillare gebracht werden, welcher hinein gezogen wird. Für das Seifenwasser kann ein Becherglas genommen werden. Bei nicht-zusammenhängenden Tropfen wird empfohlen, die Kapillare abzublasen bzw. abzutrocknen und es nochmal versuchen. Anschließend wird das angesaugte Volumen pro Zeiteinheit mit Hilfe einer Stoppuhr gemessen. Bevor der Tropfen in die Apparatur gelangt, soll das Absperrventil des Dosierventils geschlossen werden. Die Kapillare soll nach jeder Messung mit Druckluft getrocknet werden. *Schätzen Sie den Durchmesser der ersten Kapillare ab. Gehen Sie dabei von einer Messzeit von $t = 100$ s, einem Druckunterschied von $\Delta p = 10^8$ (Größenordnung) und einem Pumpensaugvermögen von $V_p \approx 70$ l/s aus.*

Die Befestigung der Kapillare über den Flansch kann folgendermaßen erfolgen:

- Der Übergang wird an mit einem Flansch befestigt.
- Die Kapillare sollen mit Druckluft ausgeblasen werden. Bei der ersten Verwendung einer Kapillare soll diese eingefettet werden (nicht direkt an der, sondern um die Spitze herum).
- Die Kapillare rechtsum in den Flansch eindrehen.
- Das hängende Brett mit einer Schale installieren, um Wasser einzufangen.

Die Messung der Wassersäule soll bei der ersten Volumeneinteilung starten und kurz vor dem Übergang in die Kammer über das schnelle Zudrehen des inneren Belüftungsventils beendet werden. *Stellen Sie vor der Durchführung dieser Messung sicher, dass das innere Ventil schnell zuge dreht werden kann!* Stellen Sie als ersten Messpunkt einen Druck von maximal $5 \cdot 10^{-6}$ mbar ein, wobei niedrigere Drücke erwünscht sind. Um die Kapillare für das Ausblasen wieder auszuziehen, soll diese am Ende zugehalten und gleichzeitig ausgedreht werden. Es sollen vier gemessene Größen vorliegen: Zeit, Volumen, Druck und Pumpenstrom. **Vergessen Sie nicht, den zur Zeit der Durchführung dieses Versuchsteil vorliegenden Außendruck zu notieren (kann im Internet für Heidelberg nachgeschlagen werden)!**

Unter Nutzung der idealen Gasgleichung kann das Saugvermögen bzw. die Saugleistung aus der Messung berechnet werden. Dazu soll die Messung mehrmals für verschiedene Drücke im Rezipienten wiederholt werden (4-5 Messungen pro Dekade im Druck - überlegen Sie sich, welche Druckwerte Sie hierzu nehmen möchten und wieso! Es soll am Ende ein halbwegs linear-geteilter Graph vorliegen). Die Messung mit den Kapillaren kann gestoppt werden, wenn das Seifenwasser sich zu schnell (< 3 sec für den gesamten Weg) in der größten vorliegenden Kapillare bewegt. Beachten Sie, dass beim Wechsel der Kapillare es stets ein überschneidender Messwert vorliegen soll. Bei den höheren Drücken ist die Volumenmessung mit der Seifenwasser-Tropfenmethode mangelhaft, so dass ein Kolbenprober statt der Kapillare genutzt werden soll. Der Versuch soll solange durchgeführt werden, bis der Pumpstrom stark ansteigt und die Drehfrequenz der TMP nach unten geht (typischerweise bei $\approx 2 \cdot 10^{-2}$ mbar). Am Ende soll der Pumpstand runter gefahren und das Verbindungsteil entfernt werden.

Unter Nutzung der gemessenen Zeit und des Volumens kann unter Berücksichtigung des vorliegenden Druckunterschieds die Saugleistung berechnet werden. Fertigen Sie das dazugehörige Diagramm an (wählen Sie die x-Achse so, dass diese bei 0 anfängt). Die ausgerechnete Pumpleistung ist normalerweise größer/besser als die tatsächlich Vorhandene. Woher kommt es?

Zur Auswertung soll das gemessene Saugvermögen bzw. Saugleistung als Funktion des logarithmisch aufgetragenen Drucks aufgetragen und der Verlauf diskutiert werden. Die einzelnen Kapillare und deren systematische Fehler sollen klar kennzeichnet werden. Wie unterscheidet sich der gemessene Kurvenverlauf vom Idealen und warum? Welche Schwächen hat diese Messmethode. Welche systematische und zufälligen Probleme und Messfehler liegen hier vor? Wie könnte die Genauigkeit der Messungen erhöht werden?



Abbildung 5.2: **Links:** Der untere Rohrflansch auf dem Deckel der Vakuumkammer. **Rechts:** Die Rohrschelle (unten) und der oberer Flansch (oben).

5.4 Leitwert und Widerstand von Rohr und Blende

Zur Messung des Leitwerts eines Rohrs - es stehen Röhre verschiedener Durchmesser zur Auswahl - wird zunächst das Halterrohr am unteren Flansch auf dem Deckel der Vakuumkammer befestigt (siehe Abb. 5.2 links - dazu wird der obere Deckel entfernt). Das obere Rohrende wird zunächst mit der Rohrschelle nur locker fixiert. Nachdem der untere Flansch festgeschraubt wurde, wird das Halterrohr am oberen Ende endgültig fixiert (Hebelwirkung!), wie in Abb. 5.2 rechts dargestellt ist.

In das Halterrohr wird das zu vermessende Rohr platziert. Das Halterrohr wird am oberen Ende mit dem Deckelflansch verschlossen, an dem ein Dosierventil, ein Pirani-Vakuummeter und ein Heißkathoden-Ionisation-Vakuummeter angeflanscht werden. Denken Sie dabei, dass der gesamte Kopf auch mit angeflanschten Messgeräten abnehmbar sein soll (Zugänglichkeit der Schrauben!) sowie dass es MIT SICHERUNG angebracht werden soll. Außerdem werden Schrauben an allen Flanschen bei Vakuumaufbauten immer kreuzweise angeschraubt. *Wieso?*

An der Vakuumkammer wird der Druck nun ebenfalls mit der zweiten Messgarnitur (Pirani + Heißkathode) gemessen. Die Vakuumkammer soll mindestens auf den Basisdruck von $8 \cdot 10^{-6}$ mbar evakuiert werden. Die Druckdifferenz zwischen den Rohrenden treibt einen Massestrom durch das Rohr. Unter Annahme der Kontinuität und des zuvor bestimmten Saugvermögens kann der Masse- und Volumenstrom und damit der Leitwert des Rohrs gemessen werden.

Im Folgenden wird der **Druck am oberen Ventil** (inneres Ventil aufmachen und mit dem Äußeren regulieren) eingestellt und die beiden Drücke gemessen und verglichen. Wiederholen Sie die Messung zwischen dem Basisdruck und wenn die Pumpendrehzahl wieder nach unten geht. Es sollten wieder 4-5 Messpunkte pro Druckdekade aufgenommen werden, wobei hier die vorherigen Werte übernommen werden können. Danach soll der Pumpstand runter gefahren und die Apparatur belüftet werden. Anschließend wird der Versuch einmal mit Blende und andermal für eine Serienschaltung von Rohr und Blende wiederholt. Passen Sie bei Serienschaltung auf,

dass die Einzelteile zentral eingerichtet sind. Vergessen Sie nicht, sowohl das verwendete Rohr als auch die Blende zu vermessen! Für die Länge bzw. die Breite des Rohrs soll ein Lineal bzw. eine Schieblehre verwendet werden. Die korrekte Nutzung der Schieblehre kann Ihnen - falls nötig - vom Assistenten vorgeführt werden. *Womit kann die Blende vermessen werden und warum?*

Leitwerte sollen als Funktion des logarithmischen Drucks in einem Graphen aufgetragen werden. Wie sieht der Kurvenverlauf aus? Was sehen Sie in der Richtung zu kleinen bzw. größeren Drücken? Welchen theoretischen Kurvenverlauf würden Sie erwarten und wieso? Vergleichen Sie ihre experimentell ermittelte Werte für den Widerstand bzw. Leitwert mit den Theoretischen (nach Berechnung). Überprüfen Sie die Kirchhoff-Regeln für Leitwerte bzw. Strömungswiderstände in der Vakuumtechnik anhand Ihrer Messungen im mittleren Druckbereich. Passen diese an die Theorie? Welche Abweichung haben diese und wieso?

5.5 Lecksuche an der zweiten Vakuumkammer

Im ersten Teil dieses Teilversuchs arbeiten Sie mit Helium, um ein Leck an der zweiten Vakuumkammer zu finden. Mehr Informationen hierzu finden Sie im Abschnitt 3.3. Schließen Sie den Lecksucher an die Apparatur an. Fragen Sie hierzu den Assistenten, welcher Sie zu diesem Teil des Versuchs einweist. Sprühen Sie möglichst wenig Helium auf die zu untersuchenden Flächen. Hierbei gilt: Lokalisieren statt Einnebeln! Eventuell können Sie durch geschicktes Gegenblasen mit heliumfreier Pressluft das Leck besser lokalisieren. Tipps und Tricks verrät Ihnen der Assistent. *Welche Leckraten sind mit einem solchen Lecksucher messbar? Nehmen Sie nun an, ein Fahrradschlauch hätte ein Leck mit einer Leckrate von 10^{-7} mbar \cdot 1/s. Wie lange könnten Sie mit diesem Fahrradschlauch fahren, ohne etwas davon zu bemerken? Wären solche Leckraten für UHV-Apparaturen tolerierbar und wieso?*

Um eine Lecksuche im zweiten Teil dieses Teilversuchs durchzuführen, brauchen Sie ein künstliches Leck. Dazu wird eine dünne Kapillare aus Glas benötigt, welche Sie - wie in Abschnitt 3.4 erklärt - durch Glasbläserei herstellen. Anschließend wird die Kapillare abgehängt (möglichst kurz aus Stabilitätsgründen) und in einem Aluminiumflansch mit einer kleinen Menge Zweikomponentenkleber eingeklebt. *Warum nutzt man hierfür Zweikomponentenkleber?* Flanschen Sie das selbstgebaute Leck an die Vakuumkammer und evakuieren Sie auf einen möglichst kleinen Druck unter Nutzung der TMP. Drehen Sie hierfür das Leckventil etwas auf. *Welcher Enddruck stellt sich ein? Vergleichen Sie diesen mit den vorherigen Messungen. Macht sich das Leck deutlich bemerkbar?*

Mit dem beiliegenden Tesla-Transformator können Sie in der Glaskapillare eine Gasentladung zünden. Dies ist eine einfache Lecksuchmethode für transparente, nichtleitenden Aufbauten und wird von Glasbläsern gern benutzt. *Wieso leuchtet der Leckkanal? Welche Voraussetzungen werden gebraucht, damit eine Gasentladung brennen kann?*

Zum Abschluss können Sie bei diesem Aufbau den Pumpstand herunterfahren, lassen diesen jedoch bitte auf Feinvakuum evakuiert.

Literatur

- [1] M. Wutz, H. Adam, W. Walcher, K. Jousten. *Handbuch Vakuumtechnik: Theorie und Praxis*. Vieweg, 2000.
- [2] D. Meschede. *Gerthsen Physik. 21., völlig neubearbeitete Auflage*. Springer, 2002.
- [3] L. Bergmann, C. Schäfer. *Lehrbuch der Experimentalphysik*. Bd. 1, 10. Auflage, de Gruyter.
- [4] *Pfeiffer Vacuum Know-how*. <https://www.pfeiffer-vacuum.com/de/know-how/einfuehrung-in-die-vakuumtechnik/>, besucht am 20. September 2023.
- [5] *Pfeiffer Vacuum Know-how*. <https://www.pfeiffer-vacuum.com/de/know-how/vakuumerzeugung/>, besucht am 20. September 2023.
- [6] *Leybold*. Vakuumkomponenten Katalog, 2000.
- [7] *Pfeiffer/Balzars*. Vakuum Katalog.
- [8] *Edwards*. Vakuum Katalog, 2000.
- [9] *Vakuumtechnik; Benennung und Definitionen; Allgemeine Benennungen*. DIN 28400-1, Ausgabe: 1990-05.
- [10] W. Umrath et. al. *Grundlagen der Vakuumtechnik*. Leybold, 2016.
- [11] Wikipedia Contributors – Nutzer Leonard G. – Eigenes Werk. *Mechanics of a pressure gauge*. <https://de.wikipedia.org/wiki/Datei:WPPressGaugeMech-2.jpg>, besucht am 25. September 2023.
- [12] Wikipedia Contributors – Nutzer Albyn – Eigenes Werk. *Druckabhängige Wärmeabgabe (schematisch)*. <https://de.wikipedia.org/wiki/Pirani-Vakuummeter#/media/Datei:Druck-Bereiche.JPG>, besucht am 25. September 2023.
- [13] Wikipedia Contributors – Nutzer Niels Noordhoek – Eigenes Werk. *Imploding vacuum tube, photographed with high speed air-gap flash*. [https://en.wikipedia.org/wiki/Implosion_\(mechanical_process\)#/media/File:Imploding_vacuum_tube.JPG](https://en.wikipedia.org/wiki/Implosion_(mechanical_process)#/media/File:Imploding_vacuum_tube.JPG), besucht am 25. September 2023.
- [14] Wikipedia Contributors – Nutzer Rainer Bielefeld – Eigenes Werk. *Prinzipzeichnung einer Drehschieberpumpe*. https://de.wikipedia.org/wiki/Drehschieberpumpe#/media/Datei:Rotary_vane_pump.svg, besucht am 26. September 2023.
- [15] Wikipedia Contributors – Nutzer Liquidat – Eigenes Werk. *A cut-through turbomolecular pump model*. <https://commons.wikimedia.org/w/index.php?curid=439595>, besucht am 26. September 2023.