

206 - Vakuumversuch

1. Aufgaben

- 1.1 Bestimmen Sie die Sauggeschwindigkeit einer Drehschieberpumpe durch zwei unterschiedliche Methoden! Stellen Sie die Ergebnisse grafisch dar!
- 1.2 Untersuchen Sie Desorptionerscheinungen im Hochvakuum! Schätzen Sie die Sauggeschwindigkeit der Diffusionspumpe, die Größenordnung der Desorptionsenergie und die mittlere Verweilzeit der Moleküle ab!

2. Grundlagen

Stichworte:

Vakuumerzeugung und -messung, Einheiten des Druckes, mittlere freie Weglänge, Strömungsvorgänge, Desorption

2.1 Zum Verständnis des Vakuums

Die Vakuumtechnik ist aus der modernen Industrie und Forschung nicht wegzudenken. Ihre Anwendungspalette reicht vom Unterdruck zum Halten oder Transportieren von Gegenständen bis zum Hoch- und Ultrahochvakuum für Beschichtungs- und Analysenzwecke oder in Teilchenbeschleunigern. Dabei umfasst das (derzeitig nutzbare) Vakuum einen Bereich von etwa 17 (!) Größenordnungen ($10^5 \dots 10^{-12}$ Pa), wodurch sich sehr unterschiedliche Methoden der Vakuumerzeugung und -messung ergeben.

Zur Charakterisierung des Vakuums wird üblicherweise die Zustandsgröße Druck benutzt. Für das physikalische Verständnis vieler vakuum-spezifischer Prozesse ist aber eine andere Größe besser geeignet: die mittlere freie Weglänge (Λ). Das ist diejenige Strecke, die ein Gasmolekül im Mittel zurücklegt, bevor es auf ein anderes Molekül stößt. Es gilt:

$$\Lambda = \frac{1}{\sqrt{2} \pi D^2 n} \quad (1).$$

Mit $p = n \cdot k \cdot T$ folgt daraus:

$$\Lambda = \frac{k T}{\sqrt{2} \pi D^2 p} \quad (2).$$

(n ... Zahl der Moleküle pro Volumeneinheit, D ...gaskinetischer Moleküldurchmesser, k ... Boltzmannkonstante, T ... absolute Temperatur, p ... Druck)

Beim Auspumpen eines Gefäßes, des sogenannten Rezipienten, verringert sich die Moleküldichte n und damit der Druck p , während die freie Weglänge Λ anwächst. Der Druck des Gasgemisches „Luft“ und die zugehörige mittlere freie Weglänge bei 20°C sind in folgender Tabelle angegeben:

p / Pa	10^5	10^2	1	10^{-2}	10^{-5}
λ	62 nm	62 μm	6,2 mm	62 cm	620 m

2.2 Vakuumerzeugung

Vakuum erzeugt man durch Vakuumpumpen, welche sich in zwei Gruppen einteilen lassen:

- Transportpumpen: Gas wird aus dem Rezipienten in die Außenluft transportiert; geeignet für große Gasmengen
- Speicherpumpen: Gas wird dem Volumen entzogen und in geeigneten Medien gespeichert; wegen begrenztem Speichervermögen nur für kleine Gasmengen (niedrige Drücke)

Zu den Transportpumpen gehören u.a. die Drehschieberpumpe, die Diffusionspumpe und die Turbo-Molekularpumpe. Zu den Speicherpumpen gehören die Getter-Pumpen (chemische Bindung der Gasmoleküle an geeigneten Substanzen), Sorptions-Pumpen (Gas wird in porösen Stoffen eingelagert) und Kondensations-Pumpen (Gas wird an tiefgekühlten Flächen angefroren). Die Leistungsfähigkeit von Vakuumpumpen drückt sich in zwei Kenngrößen aus: erreichbarer Enddruck p_E und Sauggeschwindigkeit S .

Die im Praktikum verwendeten Pumpen werden in den folgenden zwei Abschnitten vorgestellt.

2.2.1 Drehschieberpumpe

Bild 1 zeigt den prinzipiellen Aufbau einer Drehschieberpumpe. In der zylindrischen Kammer (1) rotiert ein zylindrischer Rotor (2), dessen Achse exzentrisch in der Kammer liegt. Die durch Federn an die Wand drückenden Drehschieber (3) teilen das Pumpeninnere in zwei Halbräume. Bei rezipientenseitiger Volumenvergrößerung strömt Gas aus dem Rezipienten (R) in die Pumpe. Dieses wird anschließend komprimiert und kann infolge des entstehenden Überdrucks am Ventil (4) nach außen befördert werden. Nach jeder Halbdrehung wiederholt sich der Prozess. Eine geringe Menge Öl in der Kammer dient zur Schmierung und dichtet gleichzeitig die beiden Halbräume gegeneinander ab. Der erreichbare Enddruck wird im Wesentlichen durch das Verhältnis zwischen dem maximalen Schöpfvolumen und dem ventiltseitigen Rest- (Tot-)volumen bestimmt. Mit einer zweistufigen Drehschieberpumpe erreicht man Enddrücke bis etwa 10^{-1} Pa. Die Sauggeschwindigkeit liegt bei einigen Litern pro Sekunde.

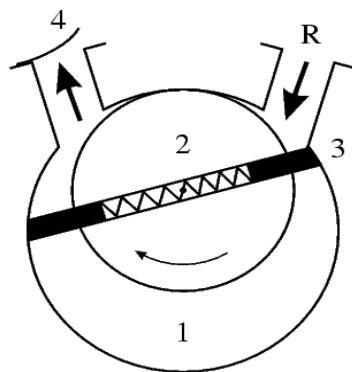


Bild 1: Prinzipieller Aufbau einer Drehschieberpumpe.

2.2.2 Diffusionspumpe

Diffusionspumpen erzeugen Hochvakuum und beruhen auf einem von *Wolfgang Max Paul Gaede* 1915 zuerst für diesen Zweck angewandten Prinzip. Ihr Aufbau ist in Bild 2 dargestellt. Im Siedegefäß (1) befindet sich Öl. Der beim Sieden erzeugte Dampf tritt als nach unten gerichteter Strahl aus den ringförmigen Düsen (2) mit hoher Geschwindigkeit aus. Er strömt gegen die gekühlte Wand (3), wo er kondensiert. Das kondensierte Öl läuft in den Siederaum zurück.

Als Voraussetzung für das Funktionieren einer Diffusionspumpe muss im Rezipienten (R) bereits ein sogenanntes Vorvakuum herrschen mit freien Weglängen, die in der Größenordnung der Gefäßabmessungen liegen. Die Gasmoleküle „strömen“ dann nicht mehr im klassischen Sinne, sondern bewegen sich frei von Wand zu Wand und gelangen so rein statistisch irgendwann auch in den Bereich des Öldampfstrahls. Die Gasmoleküle, welche in den Dampfstrahl „hineindiffundieren“, erhalten von den Ölmolekülen einen nach unten gerichteten Impuls und gelangen so in den Raum unterhalb des Strahls. Über mehrere Stufen (meist drei oder vier) wird so das Gas immer weiter verdichtet und schließlich durch eine Vorvakuumpumpe über den Stutzen (V) abgepumpt.

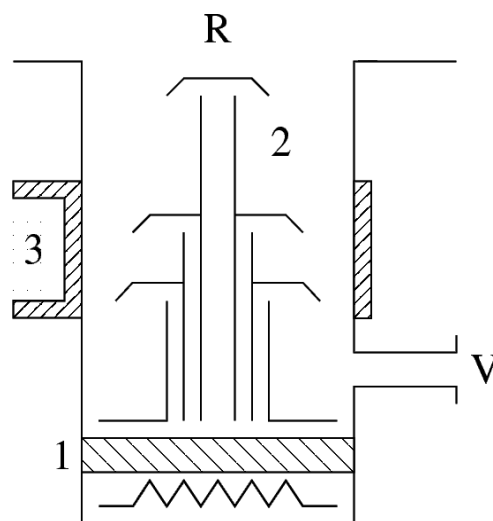


Bild 2: Prinzipieller Aufbau einer Diffusionspumpe.

Um zu verhindern, dass Teile des Öldampfes aus der Pumpe in den Rezipienten gelangen, verwendet man spezielle Pumpenöle mit sehr niedrigem Dampfdruck ($\leq 10^{-4}$ Pa) sowie geeignet gestaltete Sperren, welche mit Wasser oder flüssigem Stickstoff gekühlt werden.

Die Sauggeschwindigkeit von Öldiffusionspumpen liegt je nach Größe zwischen 10 und einigen tausend Litern pro Sekunde. Der (theoretisch erreichbare) Enddruck wird durch den Dampfdruck des Öls bestimmt.

2.2.3 Der Pumpvorgang

Nach *Robert Boyle* gilt (bei konstanter Temperatur): $p \cdot V = \text{const.}$ Daraus folgt für die zeitliche Änderung von Druck und Volumen:

$$\frac{dV}{dt} = -\frac{V}{p} \frac{dp}{dt} \quad (3).$$

Die Größe $S = dV/dt$ heißt Sauggeschwindigkeit (Saugvermögen, Volumendurchsatz) einer Vakuumpumpe. Die übliche Einheit ist l/s (bei Vorvakuumpumpen auch m^3/h). Durch Integration von Gl. 3 folgt:

$$p = p_0 \cdot \exp\left(-\frac{S}{V_0} t\right) \quad (4).$$

Unter Berücksichtigung des erreichbaren Enddruckes p_E erhält man (vgl. Bild 3):

$$p = (p_0 - p_E) \exp\left(-\frac{S}{V_0} t\right) + p_E \quad (5).$$

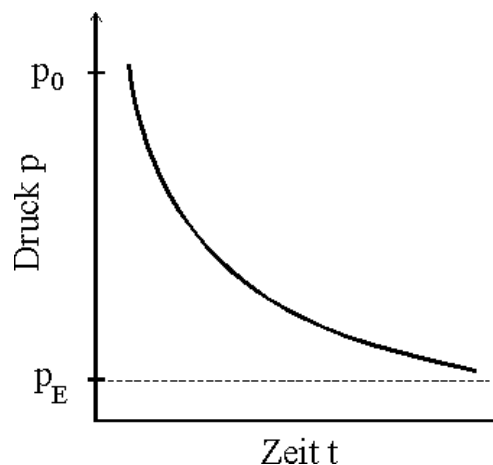


Bild 3: $p - t$ – Diagramm.

Die Begrenzung des erreichbaren Druckes resultiert zum einen aus einer nicht zu vermeidenden Leckrate des Rezipienten (Lecks an den Verbindungsstellen sowie Ausgasen (Desorption, vgl. Abschnitt 2.2.5) der Innenwände) und zum anderen aus den Wirkprinzipien der Pumpen (Dampfdruck des Öles, Totvolumen u.ä.).

2.2.4 Strömung von Gasen

Bestimmt man die Sauggeschwindigkeit von Vakuumpumpen anhand der Druckänderung im Rezipienten, so sind die erhaltenen Werte im Allgemeinen deutlich niedriger als die Angaben des Herstellers. Die Ursache dafür liegt im Strömungswiderstand der Verbindungsleitungen einschließlich zwischengeschalteter Ventile u.ä.. Die effektive Sauggeschwindigkeit am Rezipienten ergibt sich aus:

$$\frac{1}{S_{\text{eff}}} = \frac{1}{S_0} + \frac{1}{L} \quad (6),$$

S_0 ... Nennsauggeschwindigkeit der Pumpe am Ansaugstutzen und
 L ... Leitwert (reziproker Strömungswiderstand) der Verbindungen.

Die Berechnung der Leitwerte ist in den einzelnen Vakuumbereichen aufgrund unterschiedlicher Strömungsmechanismen verschieden. Praktisch äußert sich das z.B. darin, dass die Rohr-

querschnitte im Hochvakuumteil einer Anlage sehr viel größer gewählt werden müssen als im Bereich des Vorvakuaums. Dabei ändert sich der Leitwert mit der vierten bzw. dritten Potenz des Querschnittes. Weitere Einzelheiten sind der Literatur zu entnehmen (Stichworte: viskose Strömung, Molekularströmung, Poiseuillesche Gleichung).

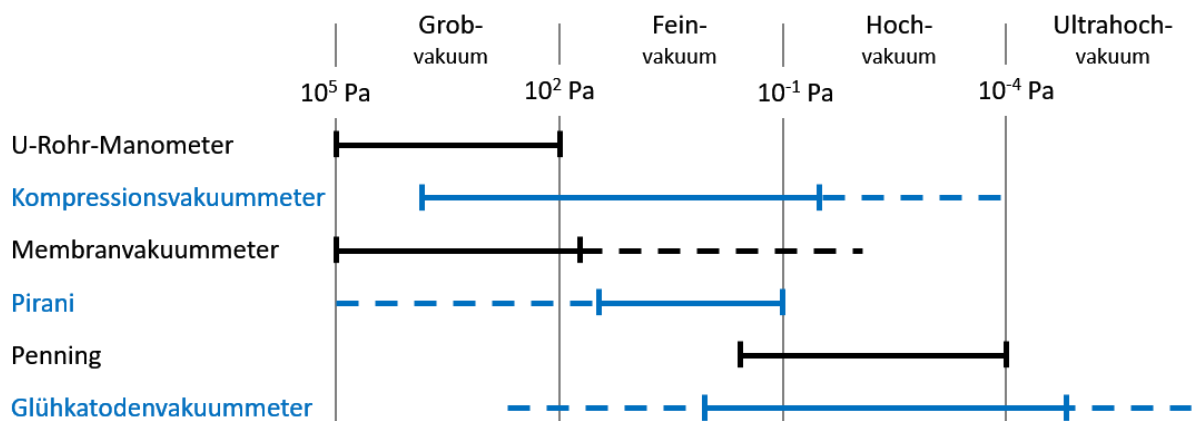
2.2.5 Adsorption und Desorption

Die Wechselwirkung der Gasteilchen mit der Rezipientenwand erfolgt nicht nur in Form elastischer Stöße. Ein Teil der Moleküle wird adsorbiert, d.h. kurzzeitig durch van-der-Waals- oder Dipolkräfte an die Oberfläche gebunden. Die Verweilzeit ist u.a. von der Temperatur und Oberflächenbeschaffenheit abhängig und liegt in unserem Fall bei 10^{-7} bis 10^{-8} s. Aufgrund ihrer eigenen thermischen Energie können die Moleküle die Wand danach wieder verlassen (Desorption). Wegen der auch im Hochvakuum noch außerordentlich großen Teilchenzahldichte ist die auf diese Art gebundene Gasmenge (mehrere dichtgepackte Molekülschichten übereinander) trotz der kurzen Verweilzeit beachtlich.

Im Allgemeinen (z.B. belüfteter Rezipient) herrscht ähnlich wie an der Oberfläche einer Flüssigkeit ein Gleichgewicht zwischen Adsorption und Desorption. Durch das Auspumpen wird dieses gestört. Es entsteht ein Teilchenstrom von der Wand in den Rezipienten hinein, der in seiner Größenordnung die Wirkung „realer“ Leckstellen erreicht bzw. übertrifft und daher als „virtuelles Leck“ bezeichnet wird. Dieser Leckstrom wirkt um so störender, je niedriger der angestrebte Druck ist. Gutes Hochvakuum verlangt also (neben einer funktionierenden Pumpe) vor allem einen „sauberen“ Rezipienten, d.h. entweder lange Pumpzeiten bis die Oberfläche frei von adsorbierten Teilchen ist (durch Ausheizen der Wände lässt sich dieser Vorgang beschleunigen) oder Maßnahmen, welche die Gasbelastung von vornherein gering halten (geeignete Gestaltung der inneren Oberfläche, kein oder nur kurzzeitiges Belüften usw.). Details und weiterführende Gedanken dazu finden Sie in der Literatur.

2.3 Vakuummessung

Eine Übersicht über die gebräuchlichsten Möglichkeiten der Vakuummessung in den verschiedenen Druckbereichen zeigt folgendes Schema:



Nachstehend werden die im Praktikum verwendeten Vakuummeter kurz charakterisiert.

2.3.1 Membranvakuummeter

Dieses Messgerät ähnelt den herkömmlichen Manometern, wie sie zur Messung von Überdrücken in Rohrleitungen, Druckgasflaschen u.ä. eingesetzt werden. Es besteht aus zwei durch eine Membran getrennte Kammern, von denen die eine mit dem Rezipienten verbunden ist, während in der anderen Luftdruck (oder Vakuum) herrscht. Das Auspumpen des Rezipienten führt zu einer Durchbiegung der Membran, welche in geeigneter Weise auf einen Zeiger übertragen wird. Eine Messbereichsgrenze ($\approx 10^2$ Pa) entsteht dadurch, dass sich die Größe der Durchbiegung bei weiterer Druckabnahme immer weniger ändert (Warum?) und damit immer schwieriger nachweisbar wird.

2.3.2 Wärmeleitungsvakuummeter (Pirani)

Ein Wärmeleitungsvakuummeter nutzt als Messprinzip die Druckabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von Gasen (vgl. Versuch 201). Sein Einsatzgebiet ist das Feinvakuum. In diesem Druckbereich verringert sich die Wärmeleitfähigkeit eines Gases proportional zur Teilchendichte. Zur Messung wird ein dünner Metalldraht in einer Messröhre mit konstanter elektrischer Leistung geheizt. Die Wärme wird über das Gas nach außen abgegeben. Je kleiner der Druck, desto geringer die Wärmeabgabe und desto höher die Temperatur des Drahtes. Mit der Temperatur wächst auch der elektrische Widerstand. Wird der Draht als unbekannter Widerstand in eine Wheatstone-Brücke eingebaut, so ändert sich der Strom am Brückeninstrument in Abhängigkeit vom Druck in der Messröhre. Nach entsprechender Eichung (z.B. mit einem Kompressionsvakuummeter) kann dieser direkt zur Druckmessung verwendet werden.

Pirani-Instrumente ermöglichen eine kontinuierliche Druckmessung, sind relativ billig und lassen sich problemlos für Steuerungs- und Überwachungsaufgaben einsetzen (Brückenstrom schaltet Relais o.ä.). Ihr Nachteil ist die Abhängigkeit der Anzeige von der jeweiligen Gasart. Die aufgedruckte Skala gilt im Allgemeinen für trockenen Stickstoff, d.h. in guter Näherung auch für Luft.

2.3.3 Ionisationsvakuummeter mit kalter Katode (Penning)

Die Penning-Messröhre arbeitet nach dem Prinzip der selbständigen Gasentladung. Sie besteht aus einem Glaskolben, in dem sich zwei Elektroden befinden. Als Quelle zur Erzeugung von Primär-Elektronen wird die natürliche Raumionisation genutzt. Eine hohe Gleichspannung beschleunigt die Primär-Elektronen so, dass sie auf ihrem Weg von der Katode zur Anode die in der Röhre vorhandenen Gasmoleküle ionisieren. Der in der Gasentladung fließende Strom ist ein Maß für den Druck in der Röhre. Die Anzeige ist ebenfalls von der jeweiligen Gasart abhängig. Um den nutzbaren Messbereich zu vergrößern, ist an der Messröhre ein Permanentmagnet angebracht, der die Elektronen auf eine schraubenförmige Bahn zwingt (Lorentzkraft) und dadurch deren Laufweg zwischen den Elektroden verlängert.

2.4 Aufbau eines Vakuumpumpstandes

Die im Praktikum zur Verfügung stehende Anlage besteht aus einer zweistufigen Drehschieberpumpe, einer Öldiffusionspumpe, einem Programmventil, dem Rezipienten, einem Nadelventil zum dosierten Lufteinlass sowie den nötigen Messgeräten und Verbindungsleitungen (Bild 4). Das Programmventil vereinigt die für den Betrieb im Vorvakuum (VV)- und Hochvakuum (HV)-Bereich benötigten Ventile (vgl. Schaltskizze in Bild 4).

Stellung	Betriebsart	1	2	3	4
bel	Belüftung - Rezipient	+	-	-	+
zu ↑	Geschlossen	-	-	-	-
VV / R	Vorvakuum - Rezipient	-	+	-	-
zu	Geschlossen	-	-	-	-
VV / HP	Vorvakuum-Diffusionspumpe	+	-	-	-
HV	Hochvakuum	+	-	+	-

+ Ventil geöffnet, - Ventil geschlossen

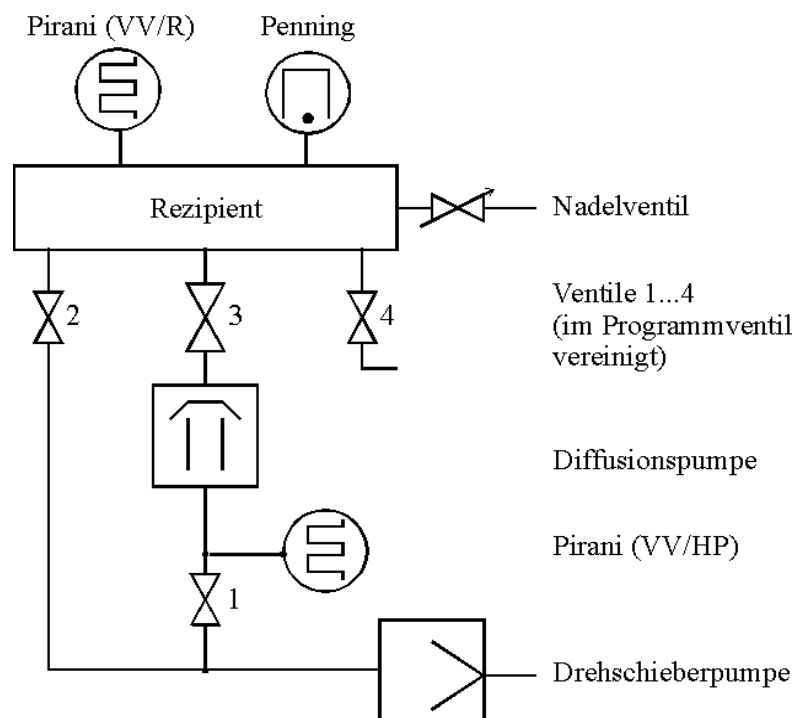


Bild 4: Hochvakuum-Pumpstand.

3. Versuchsdurchführung

3.1 Bedienung des Pumpstandes

3.1.1 Erzeugung von Feinvakuum

Bei der Arbeit im Bereich des Feinvakuums pumpt man den Rezipienten direkt mit der Drehschieberpumpe (Hebelstellung VV/R, Ventil 2 geöffnet) aus. Zur Druckmessung verwendet man das Pirani-Instrument in der Stellung VV/R. Durch Öffnen des Nadelventils bei laufender Pumpe können verschiedene Drücke eingestellt werden.

3.1.2 Erzeugung von Hochvakuum

Hochvakuum erzeugt man mit der Diffusionspumpe. Durch die Drehschieberpumpe wird das notwendige Vorvakuum am Pumpenausgang aufrechterhalten. Vor dem Einschalten der Heizung muss das Kühlwasser aufgedreht und der Pumpenraum in der Ventilstellung VV/HP ausgepumpt werden. Nach einer Anheizzeit von 20...25 min wird auf HV geschaltet (Ventile 1 und 3 geöffnet). Zur Druckmessung dient nun das Penning-Instrument. Der Druck am Pumpenausgang kann mit einem zweiten Pirani (Stellung VV/HP) überwacht werden. Beim Öffnen des Nadelventils ist unbedingt darauf zu achten, dass der Druck im Rezipienten nicht über 10 Pa ansteigt, da in diesem Bereich die Diffusionspumpe nicht mehr arbeitet und außerdem das Öl unter Einfluss des Luftsauerstoffs verbrennen kann. Weitere Hinweise liegen am Arbeitsplatz aus.

3.2 Bestimmung der Sauggeschwindigkeit der Drehschieberpumpe

a) aus der $p(t)$ – Kurve

Der Rezipient wird in der Stellung VV/R einige Minuten lang gepumpt (Start bei ca. 50 Pa), der Druck in geeigneten Zeitabständen gemessen und logarithmisch über der Zeit aufgetragen.

Nach Gl. 3 ergibt sich:

$$S = \frac{dV}{dt} = -V_0 \frac{d(\ln(p/p_0))}{dt} \quad (7)$$

(V_0 ... Rezipientenvolumen). Man kann daher aus dem Anstieg der Kurve die Sauggeschwindigkeit beim jeweiligen Druck berechnen.

b) aus Leckrate und Gleichgewichtsdruck

Beim Auspumpen eines Rezipienten erreicht man in der Praxis nie den Druck Null, sondern es wird sich nach einiger Zeit immer ein Gleichgewichtsdruck einstellen, bei dem genauso viel Gas in den Rezipienten hineinströmt wie aus ihm herausgepumpt wird (Zur Charakterisierung der Pumpen in Abschnitt 2 wurde der Begriff Enddruck verwendet. Dieser ist letztlich auch ein Gleichgewichtsdruck). Es gilt folgende einfache Beziehung:

$$S = \frac{Q}{p_g} \quad (8)$$

(S ... Sauggeschwindigkeit, Q ... Leckrate des Rezipienten, p_g ... Gleichgewichtsdruck).

Die Leckrate ermittelt man, indem man nach Erreichen des Gleichgewichtsdruckes den Rezipienten von der Pumpe trennt (Programmventil auf „Zu“) und den nun folgenden Druckanstieg über der Zeit aufträgt:

$$Q = V_0 \frac{\Delta p}{\Delta t} \quad (9).$$

Gleichgewichtsdruck und Leckrate sind für verschiedene Öffnungen des Nadelventils zu bestimmen und daraus die zugehörigen Sauggeschwindigkeiten zu berechnen. Stellen Sie $S(p)$ grafisch dar (beide Methoden in einem Diagramm), und diskutieren Sie die Ergebnisse!

3.3 Messungen im Hochvakuum

Anhand der Hinweise am Arbeitsplatz sowie unter Mithilfe des Praktikumsassistenten wird die Diffusionspumpe in Betrieb gesetzt. Nach der erforderlichen Anheizzeit kann Hochvakuum gepumpt werden. Im weiteren Verlauf sind folgende Messungen durchzuführen:

- Druckverlauf beobachten: Wie verläuft der Druckabfall? Warum?
- Bestimmung der Sauggeschwindigkeit der Diffusionspumpe aus Leckrate und Gleichgewichtsdruck mit Gl. 8 und Gl. 9 (Hinweise dazu am Versuchsplatz).
- Abschätzung der Desorptionsenergie durch Messung des Druckanstiegs nach 5min Ausheizen (Erhöhung der Wandtemperatur um ca. 15 K).

3.4 Hinweise zur Abschätzung der Desorptionsenergie

Sie werden im Experiment feststellen, dass die Leckrate des Rezipienten im Hochvakuum zum überwiegenden Teil durch die Desorption der in mehreren Schichten an den Wänden haftenden Moleküle verursacht wird. Diese virtuellen Lecks können die realen Lecks um ein bis zwei Größenordnungen (abhängig von der „Sauberkeit“ des Rezipienten) übertreffen. Zur Abschätzung der Desorptionsenergie E_{Des} (entspricht der Bindungsenergie, mit welcher die Moleküle an der Wand haften, Einheit J/mol) kann folgender Zusammenhang verwendet werden:

$$\tau = \tau_0 \cdot \exp[E_{\text{Des}}/(R \cdot T_w)] \quad (10),$$

wobei τ die mittlere Verweilzeit eines Moleküls auf der Wandoberfläche ist, T_w die Wandtemperatur und R die molare Gaskonstante ($R = 8.314 \text{ J/mol}\cdot\text{K}$). Für die gemessene Leckrate gilt in grober, aber für die hier angestrebte Abschätzung hinreichender Näherung:

$$Q \sim 1/\tau \quad (11).$$

Wird für zwei unterschiedliche Wandtemperaturen (T_{w_1}/T_{w_2}) das Verhältnis der Leckraten Q_1/Q_2 gemessen, so ergibt sich daraus τ_2/τ_1 . Da die Sauggeschwindigkeit der Diffusionspumpe im Arbeitsbereich nahezu konstant ist, gilt nach Gl. 8: $Q \sim p_g$, und man kann anstatt der Leckraten das Verhältnis der Drücke p_{g_1}/p_{g_2} verwenden. Mit Hilfe von Gl.10 (Logarithmieren und Umstellen) erhält man E_{Des} .

Ermitteln Sie den Wert (Größenordnung) der Desorptionsenergie, und vergleichen Sie Ihr Ergebnis mit den molaren Verdampfungswärmen von bei Zimmertemperatur flüssigen und

gasförmigen Stoffen (z.B. Wasser und Luft)! Was fällt dabei auf? Berechnen Sie aus E_{Des} (in J/mol) die Bindungsenergie für ein einzelnes Teilchen (in eV)!

Berechnen Sie unter der Annahme $\tau_0 = 10^{-13}$ s (vgl. Lit.) die mittlere Verweilzeit eines Moleküls auf der Rezipientenwand! Wie groß ist diese, wenn die Wand mit flüssigem Stickstoff ($T = 77$ K) gekühlt wird?

3.5 Fragen zur Vorbereitung

- Wodurch wird der Enddruck von Vakuumpumpen bestimmt, und welche Maßnahmen kann man zur Verbesserung des Vakuums treffen?
- Welcher Zusammenhang besteht zwischen Druck (bzw. freier Weglänge), Sauggeschwindigkeit und Leitungsquerschnitt in Vakuumanlagen? Wie gut ist die Anpassung der Querschnitte an die jeweilig herrschenden Drücke im Praktikumsversuch realisiert worden?
- Wodurch werden die Messbereiche von Membran-, Pirani- und Penning-Instrumenten begrenzt?

Literatur:

- *Edelmann, Chr* : Vakuumphysik, Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg/Berlin 1998
- *Wutz, Adam, Walcher* : Theorie und Praxis der Vakuumtechnik, Vieweg, Braunschweig/Wiesbaden 1992