

**Versuchsprotokolle**

Versuch 206

**Vakuumversuch**

**Aufgaben**

1. Bestimmen der Sauggeschwindigkeit der Drehschieberpumpe im Feinvakuum.
2. Bestimmen der Sauggeschwindigkeit der Diffusionspumpe im Hochvakuum mittels Abschätzung.
3. Abschätzen der Desorptionsenergie und mittleren Verweilzeit der Moleküle.

**Vorbetrachtung**

**Vakuum**

Vakuum ist das Ergebnis einer Evakuierung eines Gefäßes. Nicht ganz exakt verwendet, bedeutet es also ein in einem Raumvolumen (Rezipient) vorherrschender starker Unterdruck (gegenüber des Normdruckes). Die charakteristische Größe für die Vakuumtechnik ist also der Druck, der mit der vorhandenen Volumenteilchenzahl gemäß der Gleichung für das ideale Gas folgendermaßen zusammenhängt:

$$p = \frac{N}{V} kT$$

Zur Beschreibung und Erklärung der physikalischen Phänomene, die in der Vakuumtechnik auftreten, wird die gaskinetische Größe mittlere freie Weglänge eines Teilchens zu Rate gezogen.

$$\Lambda = \sqrt{2} \frac{V}{2 \cdot \pi \cdot D^2 \cdot N} = \sqrt{2} \frac{kT}{\pi \cdot D^2 \cdot p}$$

Beim Auspumpen des Rezipienten verringert sich die Anzahl N der Teilchen innerhalb des Rezipientenvolumens und damit steigt die mittlere freie Weglänge antiproportional an. Gegeben ist für das Gasgemisch „Luft“ die mittlere freie Weglänge bei einer Temperatur von 20°C mit:

$p$ [Pa]	$10^5$	$10^2$	$10^{-1}$	$10^{-4}$	$10^{-12}$
$\Lambda$ [m]	$62 \cdot 10^{-9}$	$62 \cdot 10^{-6}$	$62 \cdot 10^{-3}$	62	$62 \cdot 10^8$
Art des Vakuums	Grob~	Fein~	Hoch~	Ultrahoch~	

**Druckmessung im Vakuum**

Wegen den großen Druckdifferenzen, es sind über 17 Größenordnungen, und den daraus resultierenden verschiedenen physikalischen Grundbedingungen sind unterschiedliche Messmethoden erforderlich. Das „klassische“ **U-Rohr-Manometer** versagt bereits recht frühzeitig, da dessen Drucksäule bei leichten Unterdruck in den Rezipienten gesaugt würde. Auf dem gleichen physikalischen Prinzip, aber mit einer räumlichen Abtrennung vom Rezipienten funktioniert das **Membranvakuummeter**. Dessen kann durch die Wahl einer geeigneten Membran und einem geeigneten Vergleichsdruck (möglichst auch bereits ein Niederdruck) bis in den Feinvakuumbereich hinein gemessen werden. Eingeschränkt wird dieses Verfahren durch die Begrenzung der Durchbiegung und die sich ändernden gas- kinetischen Mechanismen.

Liegt die mittlere freie Weglänge im oder über der Dimension der Gefäßabmessung, dann verhält sich die Wärmeleitfähigkeit proportional zur Teilchendichte. Dies wiederum lässt eine Widerstandsmessung eines stromdurchflossenen Glühfadens zu: das Prinzip des **Wärmeleitvakuummeter (Pirani)**. Nachteilig ist, dass Pirani- Vakuummeter offensichtlich abhängig vom verwendeten Gas sind. Ebenfalls gas- abhängig ist die noch feinere Messmethode mittels **Ionisation mit kalter Kathode (Prenning)**. Hierbei wird mittels der natürlichen Raumionisation bei einem angelegten, starken elektrischen Feld eine Stoßionisation ausgelöst. Der dabei fließende Strom wird gemessen. Zur Erhöhung der Effizienz werden die freien Ladungsträger mittels Dauermagnet auf eine spiralförmige Bahn gelenkt.

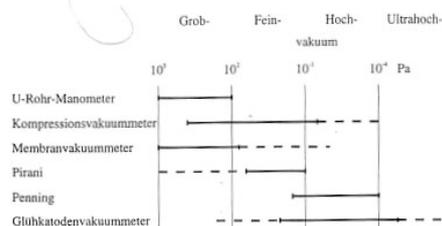


ABB. I.1: Anwendungsbereiche der verschiedenen Messmethoden im Vakuum

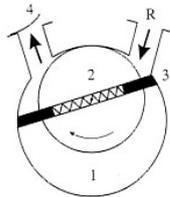
## Versuchsprotokolle

### Vakuumerzeugung

Zur Erzeugung von Vakuum unterscheidet man den Teilchenentzug in zwei Arten der Funktionsweise der Pumpen, *Transportpumpen* und *Speicherpumpen*.

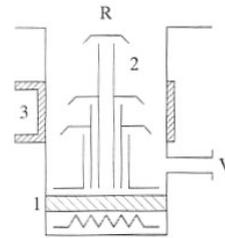
Bei *Transportpumpen* wird das Gas aus dem Rezipienten durch mechanische oder thermodynamische Vorgänge heraus transportiert. Da bei sehr kleinen Drücken der Strömungswiderstand sehr hoch wird, ist die Effektivität mit zunehmender Reinheit des zu erreichendem Vakuums eingeschränkt. Typische Beispiele für Transportpumpen sind die Drehschieberpumpe und die Diffusionspumpe.

Drehschieberpumpe



Durch Rotieren des Rotors (2) in der Pumpenkammer (1) wird durch die Druckunterschiede in den von den Drehschiebern (3) bewegten Kammern der Rezipient nach und nach leer gepumpt.

Diffusionspumpe



Das Öl im Siedegefäß (1) verdampft und tritt an den nach unten gerichteten, ringförmigen Düsen (2) aus. Dabei treten in diesen Dampfstrahl Gasmoleküle aus dem Rezipienten ein und werden von diesem an die gekühlte Wand (3) transportiert, wo das Öl kondensiert. Dadurch werden die aufgenommenen Gasmoleküle wieder frei und gelangen in den nächsten Dampfstrahl. So entsteht eine Teilchen- Konzentration, die über den Stutzen (V) mit z.B. einer Drehschieberpumpe abgesaugt werden kann.

Die *Speicherpumpen* arbeiten nach dem Prinzip der Bindung der Gasteilchen. Durch Aufnahme und Speicherung derer wird dem Rezipienten folgerichtig Gasteilchen entzogen. Da die Kapazität des Speichermediums begrenzt ist, können diese Art von Pumpen nur bei sehr niedrigen Drücken zur „Veredlung“ des Vakuums eingesetzt werden.

Charakteristische Größe einer Vakuumpumpe ist die Sauggeschwindigkeit  $S$ .

$$S := \frac{dV}{dt}$$

Mittels der Gleichung nach Boyle, unter der Annahme, dass  $pV$  konstant ist, ergibt sich:

$$S = \frac{dV}{dt} = -\frac{V}{p} \frac{dp}{dt}$$

Ferner folgt durch die Integration mit  $t$  hieraus für  $p(t)$

$$p = p_0 \cdot e^{-\frac{S}{V_0} t} \quad \text{und damit} \quad S \cdot t = -V_0 \cdot \ln \frac{p}{p_0}$$

Unter Verwendung der Leckrate  $Q$  und des Gleichgewichtsdruck  $p_E$  gilt auch:

$$S = \frac{Q}{p_E}, \quad \text{wobei} \quad Q = V_0 \frac{\Delta p}{\Delta t}$$

$$\text{also: } S = \frac{V_0}{p_E} \frac{\Delta p}{\Delta t}$$

### Phänomene im Vakuum

Wie oben bereits erwähnt, verlieren mit zunehmender mittlerer freier Weglänge die Gesetze der Strömung von Gasen ihre Gültigkeit. Ist die mittlere freie Weglänge größer als die Gefäßdimensionierung, so liegt fast ausschließlich nur noch die statistische Teilchenbewegung in Folge von Reflexionen an den Gefäßwänden vor. Die macht den scheinbar paradoxen Umstand, dass bei Zunehmender Leere auch der Strömungswiderstand in den Leitungen zunimmt einsichtig. In der Vakuumtechnik gilt daher für die reale Sauggeschwindigkeit von Vakuumpumpen, dass:

**Versuchsprotokolle**

$$\frac{1}{S_{eff}} = \frac{1}{S_{Angabe}} + \frac{1}{L},$$

wobei  $L$  der Leitwert des Systems ist. Dass ist auch der rund, warum in der Vakuumtechnik mit relativ großen Gefäßdurchmessern gearbeitet werden muss.

Neben Reflexionen an den Wänden treten aber noch weitere Effekte an der Wand auf: durch die intermolekularen Kräfte (z.B. van- der- Waals- Kräfte) der Wand- bzw. der Gasteilchen kommt es zu einer Verweildauer der Moleküle an der Wand. Diese ist so groß, dass selbst bei einer vollkommen dichten Apparatur noch eine nicht unerhebliche Leckrate, man spricht von einem „virtuellem Leck“, gemessen wird. Diese rührt daher, dass sich Gasteilchen von der Wand auslösen und frei sich im Innenraum bewegen. Diesen Vorgang nennt man Desorption. Gleichfalls ist es möglich, dass ein freies Teilchen sich an die Wand anlagert, wobei man von Adsorption spricht. Für die mittlere Verweilzeit gilt:

$$\tau = \tau_0 \cdot e^{\frac{E_{Des}}{R \cdot T_w}}$$

Um die Kräfte möglichst klein zu halten, verwendet man möglichst reine Stoffe mit einer geringen Oberflächenrauigkeit.

**Durchführung**

**Versuchsobjekt:**

Vakuumpumpstand, Stoppuhr

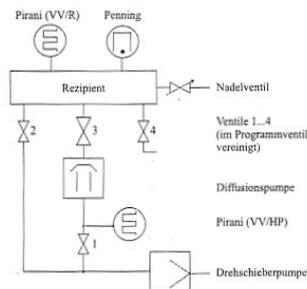


ABB I.4: Vakuumpumpstand mit Drehschieber- und Duffusionspumpe

**mögliche systematische Fehler:**

- 5. Falsche Eichung der Messgeräte
- 6. Leitungswiderstände

**erwartetes Ergebnis:**

- theoretischer Druckverlauf

**Versuchsablauf:**

- Aufnahme der Pumpkurve der Drehschieberpumpe
- Aufnahme der Leckmessung bei unterschiedlichen Gleichgewichtsdrücken
- Auspumpen und Aktivieren der Diffusionspumpe
- Ausheizen der Wände
- Messung der virtuellen Lecks

**Fehlerquellen:**

$$\Delta t \approx \pm 1s; \Delta p \approx \pm 10\%$$

**Messwerte**

Diffusionspumpe

Auspumpen

$t$ [s]	0	4,68	11,11	14,3	18,9	25,4	29,7	35,7
$p$ [Pa]	50	20	10	8	6	4	3	2

**Versuchsprotokolle**

**Leckmessung**

$p_E=2Pa$

$t$ [s]	0	11,9	21,5	32,8	43,7	55	64,6	76,1	87,4
$p$ [Pa]	2	3	4	5	6	7	8	9	10

$p_E=3Pa$

$t$ [s]	0	4,5	11,3	16,1	21,3	26	31,7	36,9
$p$ [Pa]	3	4	5	6	7	8	9	10

$p_E=5Pa$

$t$ [s]	0	4,2	9	14	39,5
$p$ [Pa]	5	6	8	10	20

$p_E=10Pa$

$t$ [s]	0	10,2	30,5
$p$ [Pa]	10	20	50

$p_E=20 Pa$

$t$ [s]	0	4,9	25,5
$p$ [Pa]	20	50	100

**Diffusionspumpe**

$t$ [s]	0	4,2	7,8	29	130	305
$p$ [ $10^{-2}$ Pa]	4,48	8	10	20	40	60

$$p(22^\circ C) = 8 \cdot 10^{-3} Pa$$

$$p(37 \pm 2^\circ C) = 1,8 \cdot 10^{-2} Pa$$

**Auswertung**

**Drehschieberpumpe**

**Auspumpen**

$$S = V_0 \cdot \frac{d \ln p}{dt}$$

$p$ [Pa]	2	3	5	10	20
$\frac{d \ln p}{dt}$	-0,28	-0,485	-0,5675	-0,7368	-1,1724
$\Delta \frac{d \ln p}{dt}$	0,056	0,097	0,1135	0,14736	0,23448
$S$ [dm <sup>3</sup> /s]	0,098	0,16975	0,198625	0,25788	0,41034
$\Delta S$ [dm <sup>3</sup> /s]	0,0196	0,03395	0,039725	0,051576	0,082068

## Versuchsprotokolle

### Leckmessung

$$S = \frac{V_0}{p_E} \cdot \frac{\Delta p}{\Delta t}$$

$\frac{\Delta p}{\Delta t}$	0,0918	0,1849	0,374	1,2782	3,2436
$\Delta \frac{\Delta p}{\Delta t}$	0,0114	0,0252	0,0512	0,1875	0,605
$p_E$ [Pa]	2	3	5	10	20
$S$ [dm <sup>3</sup> /s]	0,1607	0,2157	0,2618	0,4474	0,5676
$\Delta S$ [dm <sup>3</sup> /s]	0,02	0,0294	0,0358	0,0656	0,1059

### Diffusionspumpe

#### Sauggeschwindigkeit

$$\frac{\Delta p}{\Delta t} = (0,60 \pm 0,05) \cdot 10^{-2} \frac{\text{Pa}}{\text{s}}$$

$$S = (0,420 \pm 0,035) \frac{\text{dm}^3}{\text{s}}$$

#### Desorptionsenergie

Es gilt:  $\tau = \tau_0 \cdot e^{\frac{E_{Des}}{R \cdot T}}$ , wobei  $Q \sim \frac{1}{\tau}$  und  $Q \sim p$ , also

$$\frac{p_1}{p_2} = \frac{\tau_1}{\tau_2} = e^{\left( \frac{E_{Des}}{R \cdot T_1} - \frac{E_{Des}}{R \cdot T_2} \right)}$$

$$\frac{8 \cdot 10^{-3}}{1,8 \cdot 10^{-2}} = e^{\left( \frac{E_{Des}}{R \cdot 295,15\text{K}} - \frac{E_{Des}}{R \cdot 310,15\text{K}} \right)}$$

$$E_{Des} = \frac{R T_1 T_2}{\Delta T} \ln \frac{4}{9}$$

$$= (55,09 \pm 7,70) \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$$

Daraus ergibt sich pro Teilchen eine Bindungsenergie von:

$$E_{Des_{\text{Teilchen}}} = (0,5709 \pm 0,0798) \text{eV}$$

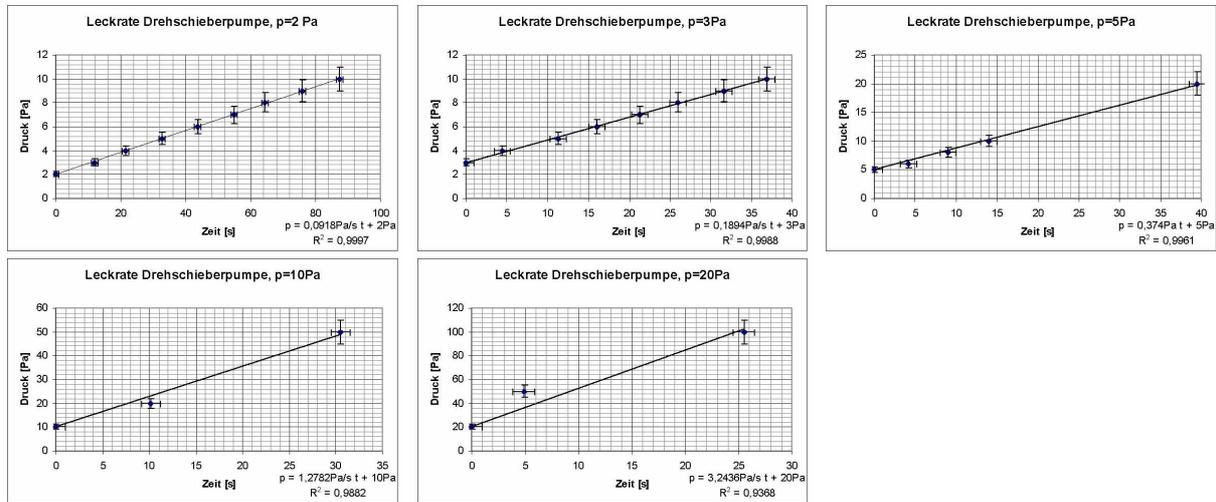
Unter der Annahme, dass  $\tau_0 = 10^{-13}$  s ist, folgt für  $T = 77\text{K}$

$$\begin{aligned} \tau &= \tau_0 \cdot e^{\frac{E_{Des}}{R \cdot T}} \\ &= \tau_0 \cdot e^{\frac{E_{Des}}{R \cdot 77\text{K}}} \\ &= 2,3 \cdot 10^{24} \text{s} \end{aligned}$$

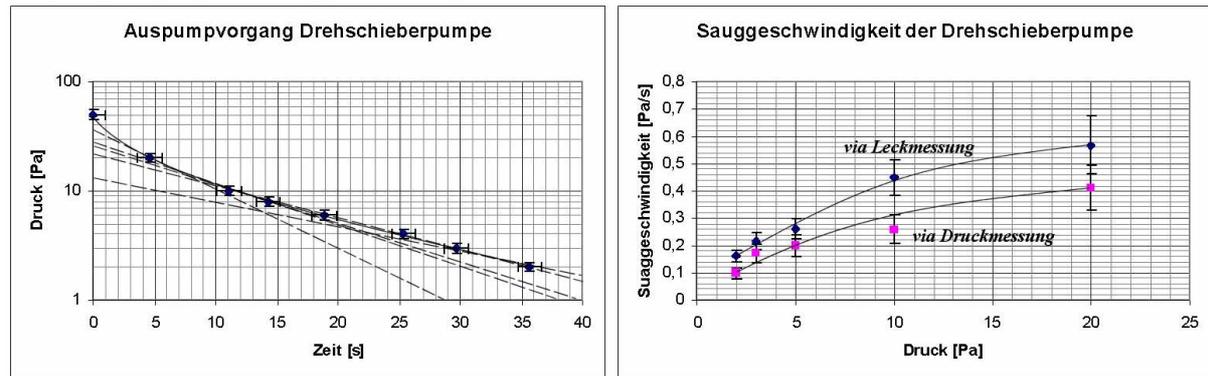
## Darstellung

### Drehschieberpumpe

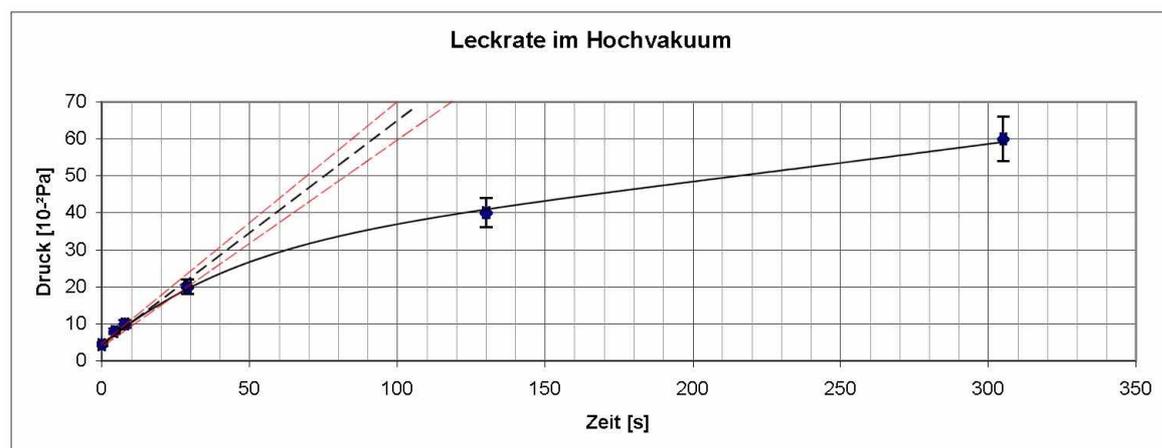
#### Leckmessungen



#### Auspumpvorgang und Sauggeschwindigkeit



### Diffusionspumpe



## Diskussion

Was die gesamte Messung und die dadurch gewonnenen Ergebnisse betrifft, so handelt es sich hier zu größten Teil um Abschätzungen. Die Messungen hätten durchweg mit einer besseren Ausrüstung (digitale Druckerfassung, etc) genauer ausfallen können, jedoch die grundlegenden Erkenntnisse lassen sich auch aus den gewonnenen Ergebnissen schließen.

## Versuchsprotokolle

---

Zum ersten sind da die Ergebnisse der Drehschieberpumpe, deren Sauggeschwindigkeit mit abnehmendem Druck ebenso abnimmt. Jedoch, nicht wie theoretisch gemäß  $p = \frac{N}{V}kT$  zu erwarten, sondern die Abnahme

entspricht eher der Form  $\frac{1}{y} = \frac{1}{x} + \frac{1}{L}$ , was dem in den Vorbetrachtungen erwähnten Leitungswiderstand

zuschulden ist. Gleiches gilt dafür, dass der Druck im Auspumpvorgang nicht wie erwartet exponentiell (also halblogarithmisch aufgetragen als Linie), sondern leicht- seltsam verbogen erscheint.

Ferner weichen die beiden Kurven der Sauggeschwindigkeit erheblich voneinander ab. Dabei scheint es sich um einen ungeklärten, systematischen Fehler zu handeln. Dass hier ebenso die Leitungswiderstände mit hineinspielen, kann nicht ausgeschlossen werden, das dies allerdings nicht die einzige Ursache sein kann, zeigt die Tatsache, dass beide Kurven auch für höhere Drücke „auseinander klaffen“. Die Vermutung geht dahin, dass die Wegunterschiede Ventil- Pirani und Pumpe- Pirani so groß sind, dass eben die Druckverteilung sich zeitlich zu sehr unterscheidet (wobei hier auch wieder die Leitungswiderstände im Spiel sind).

Was die Diffusionspumpe betrifft, so wurde auf eine Protokollierung des Auspumpvorganges verzichtet, das dieser zu schnell vonstatten ging und damit mit den zur Verfügung stehenden Mitteln nicht messbar war.

Die Desorptionsenergie liegt in der Größenordnung von der molaren Verdampfungswärme von Wasser (ca. 40 kJ/mol). Damit dürften die Desorptionserscheinungen unter Laborbedingungen (extrem trockene Luft) weiter zu reduzieren sein.

Ansonsten sind die Ergebnisse zufriedenstellend, die abgezeichneten Messwerte befinden sich im Anhang.

Jena, 05.01.2003

## Versuchsprotokolle

---