

Versuch 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 Desorptionserscheinungen 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 über Hochvakuum für Beschichtungs- und Analysenzwecke bis zum Ultrahochvakuum z.B. in Teilchenbeschleunigern und Speicherringen. 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 Abspumpen 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

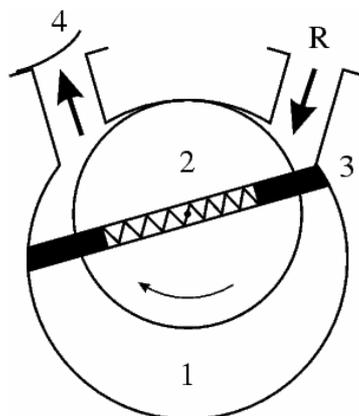


Bild 1: Prinzipieller Aufbau einer Drehschieberpumpe

In der zylindrischen Kammer 1 rotiert der zylindrische Rotor 2, dessen Achse exzentrisch in der Kammer liegt. Die durch Federn an die Wand drückenden Drehschieber 3 transportieren das Gas aus dem Rezipienten R durch das Ventil 4 in die umgebende Luft. 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.

Mit einer zweistufigen Drehschieberpumpe erreicht man Enddrücke bis etwa 10^{-1} Pa . Die Sauggeschwindigkeit liegt bei einigen Litern pro Sekunde.

2.2.2 Diffusionspumpe

Diffusionspumpen erzeugen Hochvakuum und beruhen auf einem von 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.

Die aus dem Rezipienten R infolge statistischer Bewegung in Richtung der Pumpe fliegenden Gasmoleküle diffundieren in den Dampfstrahl hinein, erhalten hier einen Impuls in Richtung des Strahls und bewegen sich gemeinsam mit dem Dampf nach unten. Nach Kondensation des Öls werden die Gasmoleküle wieder frei und gelangen zum nächsten Dampfstrahl. Über mehrere Stufen (meist drei oder vier) wird so das Gas verdichtet und schließlich durch eine Vorvakuumpumpe über den Stutzen V abgepumpt.

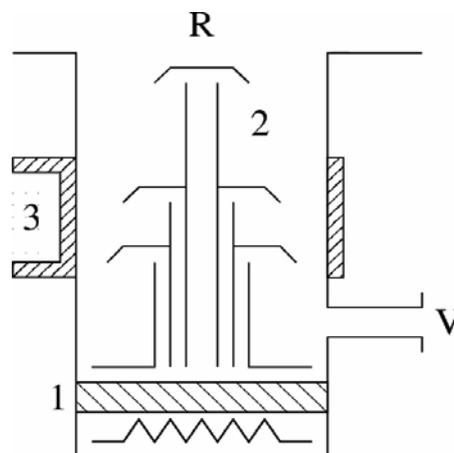


Bild 2: Prinzipieller Aufbau einer Diffusionspumpe

Sowohl im Pumpenraum als auch im Rezipienten muß vor Inbetriebnahme der Diffusionspumpe ein sogenanntes Vorvakuum erzeugt werden, da für einen effektiven Ablauf der dem Gastransport zugrundeliegenden Stoßprozesse die freie Weglänge nicht zu klein sein darf (Näheres siehe Literatur). Um die Rückdiffusion von Ölmolekülen aus der Pumpe in den Rezipienten zu verhindern, 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 BOYLE gilt (bei konstanter Temperatur): $p V = \text{const.}$
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:

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

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

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

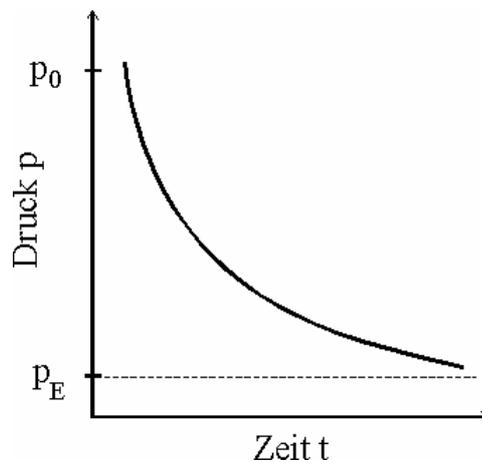


Bild 3: $p - t$ - Diagramm

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.
 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 Rohrquerschnitte im Hochvakuumteil einer Anlage sehr viel größer gewählt werden müssen als im Bereich des Vorvakuums. 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).

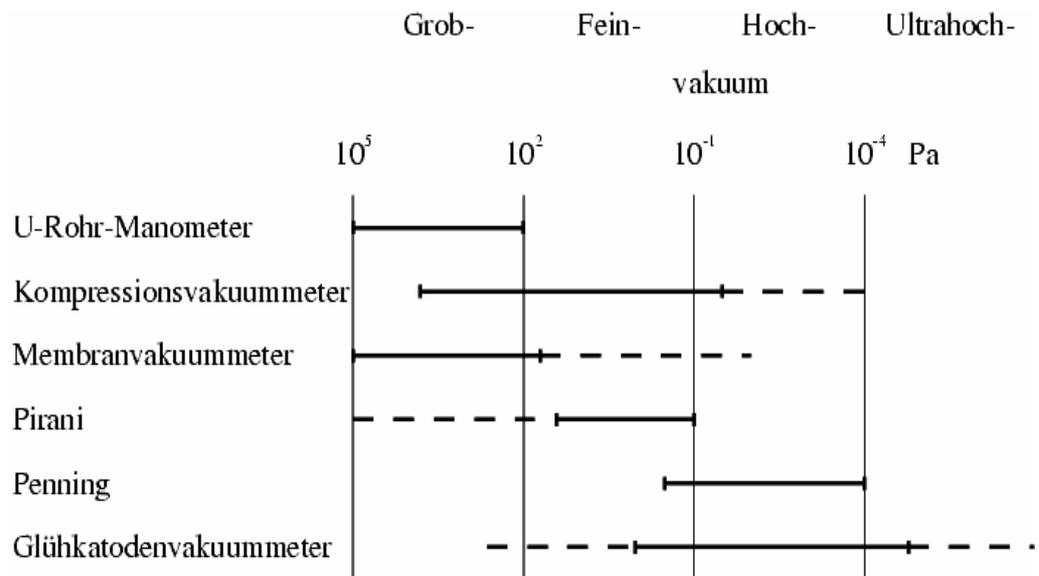
2.2.5 Adsorption und Desorption

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 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 herrscht. Das Auspumpen des Rezipienten führt zur Durchbiegung der Membran, welche in geeigneter Weise auf einen Zeiger übertragen wird. Die Meßbereichsgrenze wird dadurch bestimmt, daß die Größe der Durchbiegung sich bei weiterer Druckabnahme immer weniger ändert und dadurch immer schwieriger nachweisbar wird.

2.3.2 Wärmeleitungsvakuummeter (Pirani)

Wenn die Verdünnung des Gases so weit fortgeschritten ist, daß die mittlere freie Weglänge die Größe der Gefäßdimensionen erreicht, so verringert sich bei weiterer Erniedrigung des Druckes die Wärmeleitfähigkeit des Gases proportional zur Teilchenzahldichte (vgl. Versuch 201). Ein elektrisch erwärmter Metallfaden in einer Meßröhre gibt damit um so weniger Wärme an das Gas ab, je höher das Vakuum ist; er erwärmt sich dann um so stärker. Dadurch wächst sein Widerstand. Dieser von dem Gasdruck abhängige Metallfadenwiderstand wird in eine Wheatstone-Brücke eingebaut. Der Strom am Brückeninstrument ändert sich also in Abhängigkeit vom Druck und kann nach entsprechender Eichung (z. B. mit einem Kompressionsvakuummeter) direkt zur Druckmessung verwendet werden. Pirani-Instrumente ermöglichen eine kontinuierliche Druckmessung; sie 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 Kathode (Penning)

Die Penning-Meßröhre arbeitet nach dem Prinzip der selbständigen Gasentladung. Sie besteht aus einem Glaskolben mit eingeschmolzener ringförmiger Kathode, einer Anode sowie einem Dauermagneten. 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 vorhandene Gasmoleküle ionisieren. Der an der Meßröhre angebrachte Permanentmagnet lenkt die Elektronen auf eine schraubenförmige Bahn (Lorentzkraft), verlängert dadurch deren Laufweg zwischen den Elektroden und vergrößert damit den nutzbaren Meßbereich. Der in der Gasentladung fließende Strom ist ein Maß für den Druck in der Röhre. Die Anzeige ist ebenfalls von der jeweiligen Gasart abhängig.

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. Schalt-skizze).

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

+ Ventil geöffnet, - Ventil geschlossen

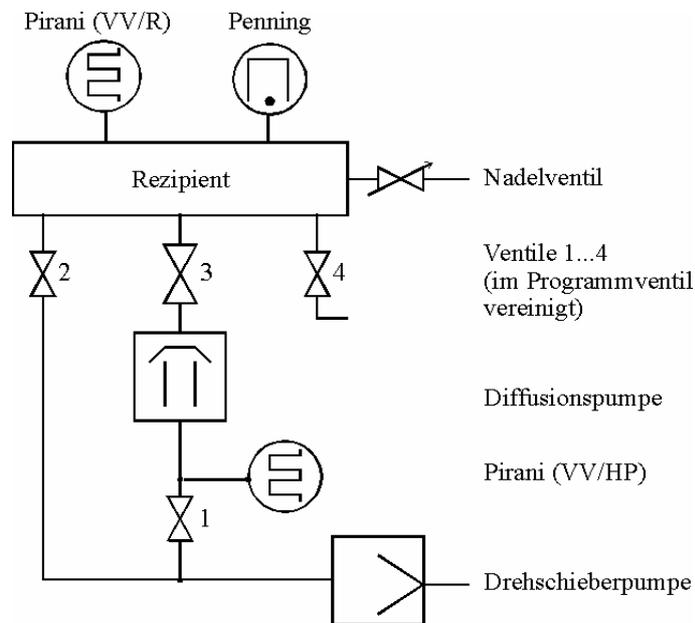


Bild 4: Hochvakuum-Pumpstand

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). 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:

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

zu berechnen.

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 über einen Zeitraum von 10 bis 15 Minuten beobachten und protokollieren
- ist ein Druck von ca. 10^{-2} Pa erreicht \rightarrow 5 min ausheizen, Druckerhöhung messen (Berechnungen vgl. 3.4)
- nach vollständiger Abkühlung (15...30 min) \rightarrow von HV auf VV/HP schalten, Druckanstieg über mehrere Minuten aufzeichnen, Leckrate am Anfang ($<10^{-1}$ Pa) und am Ende ($>2 \cdot 10^{-1}$ Pa) berechnen \rightarrow Unterschied erklären, Sauggeschwindigkeit

der Diff.-Pumpe ermitteln (Berechnung mit den Gleichungen (8) und (9), als Leckrate den steilen Anstieg am Anfang verwenden).

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 in ihrer Größe die realen Lecks um den Faktor 3 bis 10 (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:

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

τ ist die mittlere Verweilzeit eines Moleküls auf der Wandoberfläche, T_W die Wandtemperatur, 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:

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

für zwei unterschiedliche Wandtemperaturen (T_{W1}, T_{W2}) 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_{g1}/p_{g2} 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 $\tau_0 = 10^{-13} \text{ s}$ (vgl. Lit.) die mittlere Verweilzeit eines Moleküls auf der Rezipientenwand. Wie groß ist diese, wenn die Wand mit flüssigem Stickstoff ($T = 77 \text{ K}$) gekühlt wird?

3.5 Fragen

- 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