

Dieser Versuch bietet einen Einblick in die für den Experimentalphysiker oft so wichtige Vakuumtechnik. Sie spielt eine wesentliche Rolle zum Beispiel in der Nanophysik, aber auch bei Großexperimenten wie KATRIN im Campus Nord oder dem LHC am CERN. Ein anderes Anwendungsbeispiel wäre die industrielle Dünnschichttechnik, mit welcher z.B. luftdichte Oberflächen in Chipstüten aufgedampft werden.

Sie lernen Prinzipien der Vakuumerzeugung und der Vakuummessung (Messung kleiner Drücke) kennen, gewinnen Erfahrung mit der Handhabung einer Vakuumanlage und - meist unvermeidlich - auch mit den praktischen Schwierigkeiten. Bei der Beschäftigung mit Wärmeleitungsmanometer, Gasentladung, Aufdampfversuch und Leitwertbestimmung haben Sie gute Gelegenheit, die Bedeutung der **'mittleren freien Weglänge'** kennen zu lernen. Die Funktionsprinzipien von Drehschieberpumpe, Turbomolekularpumpe, Wärmeleitungsmanometer und Ionisationsmanometer sollten Ihnen schon zu Beginn des Versuchs klar sein.

Hinweise:

Obwohl in diesem Versuch eine splittergeschützte Glasglocke verwendet wird, kann die evakuierte Glasglocke implodieren. Zum Schutz der Augen muss deshalb beim Arbeiten an der evakuierten Apparatur eine Schutzbrille getragen werden!

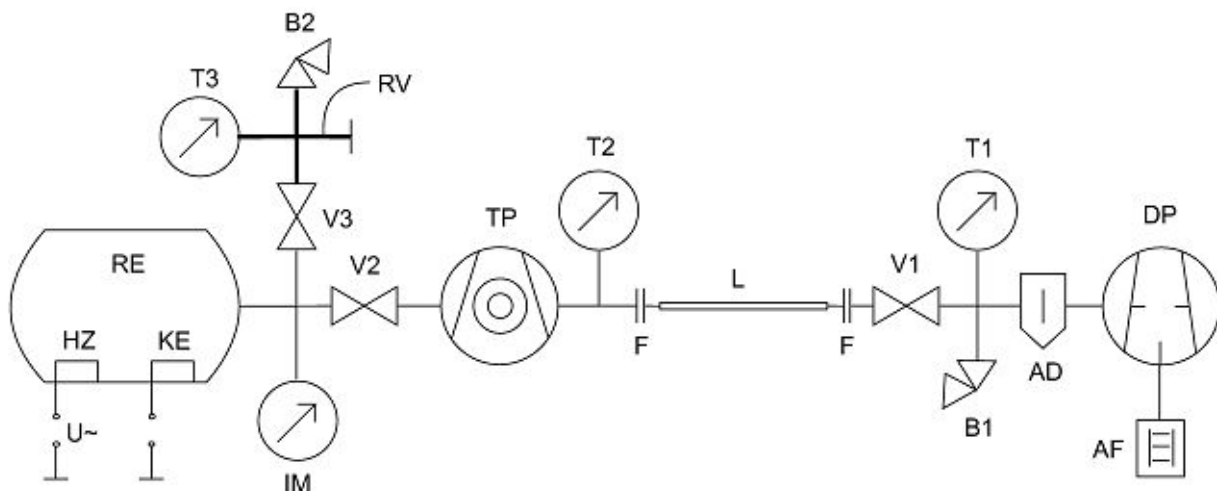
Die hier aufgebaute Apparatur ist sehr empfindlich. Bei fehlerhafter Handhabung können teure Schäden entstehen, weshalb die einzelnen Versuchsteile nur nach Rücksprache mit dem Betreuer gestartet werden dürfen!

Beim Arbeiten am Rezipienteninneren (Verdampferschiffchen laden, Glas putzen etc.) soll die Pumpenöffnung mit der bereitliegenden Plastikkappe abgedeckt werden. Vor dem Verbinden von Bauteilen mit Hilfe von Dichtungsringen müssen die Ringe und die Dichtflächen sorgfältig gereinigt werden.

Die Turbomolekularpumpe darf nur bei einem Vorvakuumdruck von besser als 10^{-1} mbar eingeschaltet werden.

Die Apparatur darf erst dann belüftet werden, wenn nach Abschalten der Turbomolekularpumpe deren **Rotor völlig zum Stillstand gekommen ist!** Das dauert einige Minuten! Ein Lufteinbruch bei rotierender Pumpe zerstört diese. Extreme Vorsicht!

Skizze der Apparatur:



DP Drehschieberpumpe; AF Auspuff-Filter; (AD Adsorptionsfalle); T1, T2, T3 Wärmeleitvakuummeter (Thermovac-Meßsonde); B1, B2 Belüftungsventil; V1, V2, V3 Vakuumventil; L austauschbare Verbindungsleitung; TP Turbomolekularpumpe (TURBOVAC); IM Ionisationsvakuummeter (Penning-Transmitter); RE Rezipient; RV Referenzvolumen; HZ wechselstrombeheiztes Verdampferschiffchen; KE mit Hochspannung versorgte Kugelelektroden.

Aufgaben:

In der Regel finden Sie die Apparatur bei Atmosphärendruck vor, das Aufdampfschiffchen mit Indium bestückt und die Glasglocke gereinigt von alten Aufdampfbelägen. Dann sollten Sie sich zunächst einen **Überblick über die Apparaturen verschaffen**, indem Sie die Leitungen verfolgen und die verwendeten Bauteile lokalisieren. Beachten Sie die Hinweise auf diesem Aufgabenblatt und schalten Sie die Apparatur nicht ohne den Betreuer ein! Die drei Versuchsaufbauten sind fast gleich; Apparatur 44 ist als einzige mit der Gasentladungsröhre für den Demoversuch ausgestattet, dafür fehlt hier die Möglichkeit der Messung der Überschlagsfestigkeit (Aufg. 6).

1. Demoversuch (für alle an Apparatur 44 vorhanden)

Beobachten, skizzieren und beschreiben Sie die Gasentladung in Abhängigkeit vom Druck. Evakuieren Sie den Rezipienten und die Gasentladungsröhre gemeinsam (Ventile V1 und V2 offen) **mit Hilfe der Drehschieberpumpe**, die Turbomolekularpumpe bleibt ausgeschaltet. Dabei ist das Hochspannungsgerät (U=) eingeschaltet. Erniedrigen Sie den Druck bis die Gasentladung erlischt. Schließen Sie nach dieser Aufgabe das unbezeichnete Ventil zur Gasentladungsröhre für alle folgenden Aufgaben. (Warum wohl?)

2. Bestimmen Sie den Leitwert eines Metallrohres. Wechseln Sie die Verbindungsleitung L (bisher Metall-Wellschlauch mit großem Querschnitt) gegen das etwa gleichlange Rohr mit ~2mm Innendurchmesser aus. Nehmen Sie "gleichzeitig" fünf Minuten lang alle fünf Sekunden den zeitlichen Verlauf des Drucks an beiden Messstellen T1 und T2 auf. Diskutieren Sie Ihr Ergebnis.

Schalten Sie nach der Messreihe die Drehschieberpumpe wieder ab, belüften Sie den Rezipienten und tauschen Sie das 2mm-Rohr wieder gegen den Metall-Wellschlauch aus.

3. Bestimmen Sie das Druckabhängige Saugvermögen S(p) der Drehschieberpumpe. Evakuieren Sie dazu wieder die Apparatur mit Hilfe der Drehschieberpumpe. Nehmen Sie hierbei den zeitlichen Verlauf des Druckes p am Saugstutzen der Drehschieberpumpe auf (Messintervall zunächst alle fünf Sekunden und später 15s; insgesamt für 5 Min). Verwenden Sie hierzu die Thermovac-Messsonde T1 und die Stoppuhr. Zeichnen Sie ein Diagramm S(p). Bestimmen Sie aus dem linearen Bereich des Kurvenverlaufs das mittlere Saugvermögen \bar{S} . Schalten Sie nach der Messung die Drehschieberpumpe ab.

4. Bestimmen Sie mit Hilfe der Ionivac-Messröhre das Saugvermögen der Turbomolekularpumpe. Da die Turbomolekularpumpe bis zur vollen Saugleistung eine Anlaufzeit von ca. 60s benötigt, sollte sie nicht erst bei sehr niedrigen Drücken eingeschaltet werden. Die Apparatur muss also vor diesem Versuchsteil bis zu einem Druck von ca. $2 \cdot 10^{-1}$ mbar teilbelüftet werden. Evakuieren Sie die Apparatur anschließend erneut mit der Drehschieberpumpe. Schalten Sie dann bei einem Druck von ca. $8 \cdot 10^{-2}$ mbar die Turbomolekularpumpe ein und lesen Sie den Druck der Ionivac-Messröhre ab. Bestimmen Sie das Saugvermögen der Turbomolekularpumpe analog zu Aufgabe 3 (Messintervall 10s). Beachten Sie die Hinweise des Betreuers bzgl. der Turbomolekularpumpe und diskutieren Sie den physikalischen Hintergrund. Schätzen Sie ab, mit welcher Kraft die Glasglocke auf die Gummidichtung gedrückt wird. Überlegen Sie sich was an dieser Glasglocke besonders sein muss. Die Turbomolekularpumpe bleibt eingeschaltet.

5. Führen Sie ein einstufiges, statisches Kalibrierungsverfahren durch. Bei einer statischen Expansion wird das Boyle-Mariottesche Gesetz eingesetzt. Mit Hilfe dieses Verfahrens könnten z.B. Druckmessgeräte kalibriert werden.

Zunächst soll das Ventil V3 geschlossen werden und der Rezipient mit Hilfe der Drehschieberpumpe und anschließend mit der Turbomolekularpumpe evakuiert werden. Bei einem Druck von $p < 10^{-4}$ mbar wird dann das Ventil V2 geschlossen und somit der Rezipient vom Rest der Apparatur getrennt. Die beiden Pumpen können ausgeschaltet werden. Öffnen Sie nun das Ventil V3 und lesen an der Messstelle T3 den sich einstellenden Gesamtdruck ab. Schließen sie anschließend wieder V3 und öffnen B2 damit sich in dem kleineren Referenzvolumen erneut Atmosphärendruck einstellt. Schließen Sie B2 und öffnen dann wieder V3 um eine erneute Expansion durchzuführen. Wiederholen Sie diesen Vorgang solange bis sich im Rezipienten ein Gesamtdruck von ca. 80mbar einstellt.

Skizzieren Sie den Druckverlauf und den Iterationszuwachs und bestimmen Sie das Expansionsverhältnis dieses Expansionssystems.

6. Bestimmen Sie die elektrische Durchschlagfestigkeit im Vakuum. (Kann nur an den Apparaturen 41 und 42 durchgeführt werden.) Die Turbomolekularpumpe ist ausgeschaltet und die Drehschieberpumpe läuft. Das Vakuum wird zunächst lediglich mit V1 geregelt.

Messen Sie die Überschlagspannung zwischen zwei Metallkugeln in Abhängigkeit vom Druck. Beginnen Sie bei Atmosphärendruck (1000 mbar), erhöhen Sie die Spannung bis zur Entladung und evakuieren Sie die Apparatur anschließend mit der Drehschieberpumpe bis zu einem Druck von ca. 500 mbar. Schließen Sie V1 um den erreichten Druck zu halten und erhöhen sie wieder die Spannung bis zur Entladung. Evakuieren Sie weiter bis zur Hälfte des vorherigen Drucks und wiederholen Sie diese Vorgehensweise bis Sie einen Druck von ca. 0,05 mbar erreicht haben. In diesem Druckbereich wird es immer schwieriger den Druck konstant zu halten.

Um leichter und schneller an weitere Messwerte zu kommen, evakuieren Sie nun zusätzlich und ohne Unterbrechung mit der Turbomolekularpumpe bis zu einem Druck von ungefähr $2 \cdot 10^{-4}$ mbar. Schalten Sie die Turbomolekularpumpe aus und schließen Sie V2. Der Druck steigt nun von alleine. Nehmen Sie sobald wie möglich ($U \leq 9$ kV) weitere Messwerte auf. Die Messreihe endet, wenn ein Druck von 0,05mbar erreicht ist.

Diskutieren Sie warum sich der Druck ab einem bestimmten Druckbereich nicht mehr genau einstellen lässt und warum er bei sehr kleinen Drücken kontinuierlich steigt.

Beschreiben, skizzieren und diskutieren Sie das Ergebnis der Messung und die Art des Funkenüberschlags in den unterschiedlichen Druckbereichen. Sehen Sie Parallelen zum Demoversuch? Welche Folgen haben diese Ergebnisse für die Industrie?

7. Dampfen Sie bei drei verschiedenen Drücken jeweils eine Indium-Schicht durch eine Kreisblende auf eine schwenkbare Plexiglasscheibe auf.

Es soll jeweils ein Fleck bei einem Druck von $p < 8 \cdot 10^{-5}$ mbar, $p \approx 1 \cdot 10^{-4}$ mbar und $p \approx 1 \cdot 10^{-3}$ mbar aufgedampft werden. Beobachten Sie hierbei auch den benötigten Heizstrom und diskutieren Sie die Randschärfe der aufgedampften Flecken. Gehen Sie wie folgt vor: 1) Evakuieren mit TMP; 2) Aufdampfen; 3) V2 abschiebern; 4) zweiten Fleck aufdampfen; 5) TMP abschalten und Druck ansteigen lassen; 6) bei Erreichen von $1 \cdot 10^{-3}$ mbar den dritten Fleck aufdampfen.

Achtung: Hier ist es wichtig zu wissen, was man tut: lokalisieren Sie zunächst das Tantal-Verdampferschiffchen im Rezipienten. Die verfügbare Heizleistung reicht aus es vollständig zu zerstören! Der Heizstrom darf erst (langsam!) hochgedreht werden, wenn das Sollvakuum erreicht ist. Beobachten Sie beim Hochdrehen das Verdampferschiffchen. Es soll glühen, aber nicht schmelzen!

8. Bereiten Sie die Apparatur für die Nachfolger vor. Belüften Sie die Apparatur, reinigen Sie die Plexiglasscheibe und die Glasglocke von den Aufdampfbelägen, bestücken Sie das Aufdampfschiffchen mit etwas Indium (Menge von Betreuer überprüfen lassen) und setzen Sie die Glocke wieder auf den Dichtungsring.

Umrechnungen:

$$1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa} = 10^5 \text{ N/m}^2;$$

$$1 \text{ at} = 1 \text{ kp/cm} \approx 0,981 \text{ bar};$$

$$1 \text{ atm} = 760 \text{ Torr} = 760 \text{ mm Hg} \approx 1013 \text{ mbar}$$

Volumenangaben:

Referenzvolumen (bei allen Apparaturen gleich): **0,034 liter**

Volumina der drei Rezipienten (bis V2,V3 und IM): (App41- **10.1**; App42- **10.0**; App44- **9.2**) liter

die Volumina der Gesamtapparaturen sind jeweils um 0.5 liter größer

(Hinweis: Die Glasglocken dürfen nicht vertauscht werden)

Stichworte:

Rotierende Pumpen (Drehschieberpumpe), Turbomolekularpumpe, Diffusionspumpe, Kryopumpe, Saugvermögen, Saugleistung, Kontinuumsströmung (laminar, turbulent), Molekularströmung, Strömungswiderstand bzw. Leitwert, mittlere freie Weglänge in Abhängigkeit vom Druck, Leckrate, Lecksuche, Membranmanometer, U-Rohr-Manometer, Wärmeleitungsmanometer, Ionisationsmanometer, Penning-Manometer, Gasgesetze, Partialdruck, Dampfdruck, Boyle-Mariottesches Gesetz.

Zubehör:

Zweistufige **Drehschieberpumpe** (DP) TRIVAC D2,5E mit vakuumseitiger Adsorptionsfalle (AD) und ausgangseitigem Auspuff-Filter (AF), Nennsaugvermögen 2,5 m³/h [App44: 1,6 m³/h];

Drei **Wärmeleitungsmanometer**-Sonden (T1,T2,T3) THERMOVAC Transmitter TTR91, Messbereich 5·10⁻⁴ mbar bis 1 bar;

Ionisationsmanometer-Messsonde (IM) Penning-Transmitter PTR225, Messbereich 1·10⁻⁹ – 1·10⁻² mbar;
Transmittercontroller DISPLAY THREE, = Elektronisches Vakuum-Druckmessgerät, Anzeigebereich 1·10⁻⁹ – 2000 mbar, 3-Kanalgerät;

Turbomolekularpumpe (TP) TURBOVAC 50, Saugvermögen ≥ 30 l/s, Flanschdurchmesser Vorvakuumseite 16 mm, Hochvakuumseite 65 mm, Drehfrequenz max. 7200 min⁻¹, Hochlaufzeit ca. 2 min;

Steuergerät TURBOTRONIK NT10 [NT50] für das kontrollierte Hochlaufen der Turbomolekularpumpe mit Start-/Stop-Tasten und Frequenzwandler für den Pumpenantriebsmotor (200 bis 1250 Hz), Anzeigelämpchen für ACCEleration / NORMAlzustand / FAIL (fehlerhafter Zustand);

Rezipient (RE), Glasglocke auf Metallteller mit Gummidichtung, Nennmaße ~250 mm Höhe, ~220 mm Durchmesser;

Verdampferschiffchen (HZ) im Rezipienten, elektrisch direkt heizbar, mit Abschirmung und Lochblende und einer von außen schwenkbaren Plexiglasplatte (vorgesehen zum Aufdampfen von Indiumflecken)

Netzgerät für 6V~ und 50 A für den Strom durch das Verdampferschiffchen;

Kugelelektroden (KG) im Rezipienten, elektrisch aufladbar

HV-Netzgerät für 0...10kV mit Digital-Multimeter WAVETEX-Meterman 85XT um die Spannung beim Funkenüberschlag abzulesen (mit zwischengeschaltetem Widerstand R_i=10MΩ, Anzeige also U/10);

Stoppuhr, Schutzbrillen,

Schutzkappe zum Abdecken der Turbomolekularpumpe, wenn die Glasglocke abgenommen ist;

Metallwellschläuche: Länge x Durchmesser: (App41- 510x28; App42- 440x21; App44- 530x23) mm²

Dünnes Metallrohr: Durchmesser = 2mm bzw. 8mm

Literatur:

Wutz: Handbuch Vakuumtechnik

Edelmann: Vakuumphysik und -Technik

W. Pupp/H.K. Hartmann: Vakuumtechnik

Diels, Jaeckel : Leybold-Vakuumtaschenbuch

Allgemeine Lehrbücher der Physik

Version: Jul 2021