Jens Küchenmeister (1253810) Julian Merkert (1229929)

Versuch: P2-42

# Vakuum (1)

## - Vorbereitung -

## Vorbemerkung

In diesem Versuch beschäftigen wir uns mit den Prinzipien der Vakuumerzeugung sowie der Messung kleiner Drucke. Auf diese Weise lernen wir die Handhabung und auch die praktischen Schwierigkeiten einer Vakuumapparatur kennen.

## Inhaltsverzeichnis

	0.1 Vakuumpumpen	2		
	0.1.1 Verdrängerpumpe	2		
	$0.1.2  \text{Treibmittelpumpe}  \dots  \dots  \dots  \dots  \dots  \dots  \dots  \dots  \dots  $	3		
	0.2 Mittlere freie Weglänge	3		
	0.3 Stoßrate	3		
	0.4 Druckmessgeräte	4		
1	Probeweise Evakuierung	4		
2	Belüften des Rezipienten	5		
3	Druck-Zeit-Abhängigkeit der Evakuierung    3.1  Evakuierung mit der Vorpumpe     3.2  Evakuierung mit der Diffusionspumpe     3.3  Kühlfinger	6 6 6 7		
4	Aufdampfen eines Indium-Flecks	7		
5	Leckrate des Rezipienten	8		
6	${f A}$ ufdampfbilder	8		
7	Effektives Saugvermögen und Leitwert			
8	Versuchsabbau	8		

## Physikalische Grundlagen

Um in einem Hohlraum ein Vakuum herzustellen, pumpt man das darin enthaltene Gas mittels spezieller Vakuumpumpen ab, auf die später noch näher eingegangen wird. Allerdings ist die Herstellung eines perfekten Vakuums unmöglich, es werden selbst bei der besten Vakuumpumpe noch einzelne Gasmoleküle im Hohlraum verbleiben. Die Qualität des Vakuums teilt man anhand des Druckes oder der Anzahl der verbliebenen Moleküle pro  $cm^3$  oder der mittleren freien Weglänge der verbliebenen Materie in verschiedene Kategorien ein:

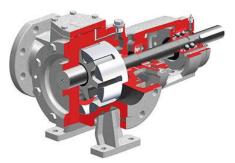
Vakuumbereich	Druck [Pa]	Moleküle pro $cm^3$	Mittlere freie Weglänge
Grobvakuum	100.000 100	$10^{19} \dots 10^{16}$	$0,1 \dots 100 \ \mu m$
Feinvakuum	100 0,1	$10^{16} \dots 10^{13}$	$0,1 \dots 100 \text{ mm}$
Hochvakuum	$0.1 \dots 10^{-5}$	$10^{13} \dots 10^{9}$	$10~\mathrm{cm} \dots 1~\mathrm{km}$
Ultrahochvakuum	$10^{-5} \dots 10^{-10}$	$10^9 \dots 10^4$	$1 \text{ km} \dots 10^5 \text{ km}$
extr. Ultrahochvakuum	$ <10^{-10}$	$ < 10^4$	$> 10^5 \; \mathrm{km}$

In diesem Versuch arbeiten wir allerdings nicht mit der SI-Einheit des Drucks, Pascal, sondern mit der alten Druckeinheit Torr. 1 Torr ist gerade der statische Druck, der von einer Quecksilbersäule der Höhe 1 mm erzeugt wird. Die Umrechnung in Pa erfolgt mittels folgender Beziehung:

$$1 \text{ Torr} = 133, 3 \text{ Pa}$$
 (1)

#### 0.1 Vakuumpumpen

#### 0.1.1 Verdrängerpumpe



 $(Quelle:\ http://www.drdla.at/bilder/innenverzahnte\_verdraengerpumpen-Dateien/image008.jpg)$ 

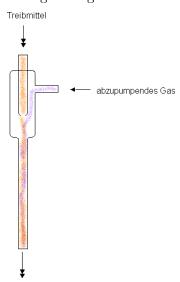
Jede Verdrängerpumpe besitzt einen abgeschlossenen Arbeitsraum, dessen Größe sich während des Betriebs zyklisch ändert. Dies kann mit Kolben, Rotoren oder Schiebern realisiert werden. Die Regelung des Luftstroms erfolgt über Ventile. Verdrängerpumpen arbeiten in drei Schritten:

- 1. Ansaugen
- 2. Verdichten
- 3. Ausstoßen

Wichtig ist natürlich, dass zwischen den mechanischen Bauteilen keine Luft entweichen kann. Bei nasslaufenden Pumpen sorgt eine Flüssigkeit (in der Regel Öl) für die Abdichtung, was allerdings den Nachteil hat, dass ein hoher Wartungaufwand besteht und das Gas verunreinigt wird. Trockenlaufende Pumpen kommen ohne Dichtungsflüssigkeit aus. Mit Verdrängerpumpen lassen sich Grob- und Feinvakua erzeugen.

#### 0.1.2 Treibmittelpumpe

Durch eine Treibmittelpumpe strömt mit hoher Geschwindigkeit ein Gas oder eine Flüssigkeit. Gerät ein Gasteilchen aus dem leerzupumpenden Hohlraum in den Treibmittelstrom, wird es mitgerissen, wodurch nach und nach der Hohlraum entleert wird. Die Treibmittelpumpe ist also eine Anwendung des hydrodynamischen Paradoxons, das wir bereits im Versuch "Aeromechanik" diskutiert haben: Gegenstände in der Nähe von strömenden Flüssigkeiten oder Gasen werden angesaugt statt abgestoßen. Dies liegt am durch die Bernoulli-Gleichung bedingten Unterdruck strömender Flüssigkeiten.



### 0.2 Mittlere freie Weglänge

Mit "mittlerer freier Weglänge" bezeichnet man die durchschnittliche Wegstrecke, die ein Gasteilchen ohne Wechselwirkung bzw. Stoß mit einem anderen Teilchen zurücklegt. Im realen Gas gilt für die mittlere freie Weglänge:

$$\bar{l} = \frac{k_B \cdot T}{\sqrt{2} \cdot 4\sigma \cdot p \cdot (1 + \frac{T_d}{T})} \tag{2}$$

In Formel (2) gehen folgende Größen ein:

- $\bullet$   $T_d$ : "Verdoppelungstemperatur" bzw. Sutherland-Konstante, abhängig vom Gas
- $4\sigma = 4 \cdot \pi \cdot r_{\infty}^2$ : Wirkungsquerschnitt eines einzelnen Teilchens  $(r_{\infty} = \frac{R_{\infty}}{2}$  Stoßradius des einzelnen Teilchens,  $R_{\infty}$  Stoßradius)
- p: Druck des Gases
- $k_B$ : Boltzmann-Konstante
- T: Temperatur

Die mittlere freie Weglänge ist also sowohl temperatur- als auch druckabhängig.

#### 0.3 Stoßrate

Die Anzahl der Stöße, die ein Teilchen bei seiner Bewegung durch das Gas in einem festen Zeitintervall erfährt, nennt man Stoßrate  $\dot{z}$ . Formt man den Quotienten  $\frac{\Delta N}{\Delta t}$  mittels mikroskopischer Überlegungen um, so erhält man:

$$\dot{z} = \frac{\Delta N}{\Delta t} = \frac{n \cdot \sigma \cdot \Delta l}{\frac{\Delta l}{\bar{c}}} = \frac{\bar{c}}{\bar{l}}$$
 (3)

 $\overline{c}$  bezeichnet hierbei die Geschwindigkeit des Teilchens. Die Formel für die Volumenstoßrate, die Bewegungen in alle Raumrichtungen berücksichtigt, lautet:

$$Z_V = \frac{\Delta z}{\Delta t \cdot \Delta V} = \frac{1}{2} \frac{n \cdot \overline{c}}{\overline{l}} \tag{4}$$

#### 0.4 Druckmessgeräte

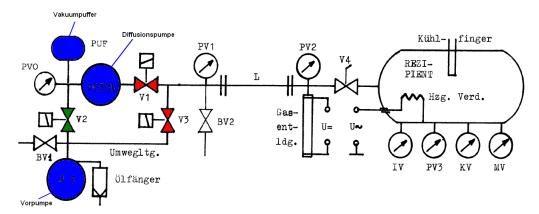
Den Luftdruck misst man mit einer speziellen Sorte von Druckmessgeräten, den Barometern. Wir unterscheiden drei Klassen:

- Gasartunabhängige Barometer messen den Druck von jedem beliebigen Gas. Meist arbeiten sie mechanisch, d.h. der Druck wird mit Hilfe von Membranen, Federn oder Flüssigkeitssäulen bestimmt.
- Gasartabhängige Barometer nutzen andere physikalische Effekte wie z.B. Wärmeleitung oder Ionisation aus. Solche Instrumente kommen deshalb ohne Kraftmessung aus, dafür sind allerdings ihre Messergebnisse vom verwendeten Gas abhängig.
- Partialdruckmessgeräte

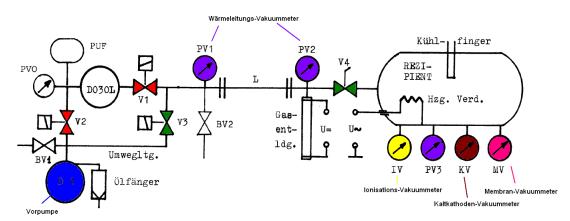
## 1 Probeweise Evakuierung

In diesem Versuchsteil sollen Diffusionspumpe, Vakuumpuffer und Rezipient evakuiert werden. Hierfür ist folgendermaßen vorzugehen:

1. Ventile V1 und V3 schließen, dann über V2 mit der Vorpumpe die Diffusionspumpe und den Vakuumpuffer auf 0,04 Torr evakuieren.



- 2. V1 und V2 schließen und über V3 und V4 den Rezipienten auf 0,04 Torr evakuieren. Als Verbindungsleitung L ist das Rohr mit dem größten Leitwert zu verwenden. Dabei soll die Druckabnahme auf den Messgeräten beobachtet werden.
  - Mit den drei Wärmeleitungs-Vakuummetern und dem Membran-Vakummeter kann bereits von Beginn der Messung an der Druck beobachtet werden.
  - Das Kaltkathoden-Vakuummeter darf erst unterhalb eines Druckes von 0,01 Torr eingeschaltet werden!
  - Das Ionisations-Vakuummeter darf erst im Bereich von 0,001 Torr eingeschaltet werden!

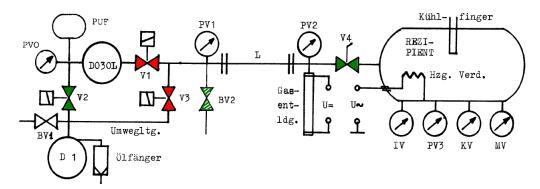


Die Druckänderungsgeschwindigkeiten sind qualitativ für die verschiedenen Bereiche zu notieren. Die Anzeigen der verschiedenen Messgeräte sind des weiteren zu vergleichen, womit Rückschlüsse auf die Anzeigegenauigkeit und die Verwendbarkeit der unterschiedlichen Vakuummeter gezogen werden sollen. Zudem sollen Gasentladungen in Abhängigkeit vom Druck beobachtet werden.

## 2 Belüften des Rezipienten

Folgende Vorgehensweise ist zum Belüften des Rezipienten vorgesehen (bei Anwesenheit des Betreuers!):

- Während V1 weiterhin geschlossen bleibt, ist zunächst V3 zu schließen.
- Dann Ventil V2 öffnen und die Heizung der Diffusionspumpe einschalten.
- Rezipient belüften durch langsames, keinesfalls stoßartiges Öffnen des Belüftungsventils BV2.

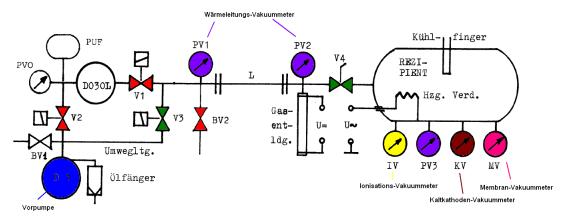


- Belüftungsventil wieder schließen und anschließend die Glasglocke abheben, um Indium in die Vertiefung im Verdampfungsblech zu füllen (falls noch etwas vorhanden ist, nur nachfüllen!).
- Evtl. Schaugläser und Plexiglasauffänger durch trockenes Abwischen reinigen.
- Glocke wieder auf den Dichtring setzen, wobei auf sehr saubere Dichtflächen zu achten ist.
- Penning-Meßröhre abnehmen, um den Aufbau zu betrachten und eventuell das herausziehbare Kathodenblech zu reinigen.
- Meßröhre wieder montieren unter Beachtung des besonderen Zentrierrings.

## 3 Druck-Zeit-Abhängigkeit der Evakuierung

#### 3.1 Evakuierung mit der Vorpumpe

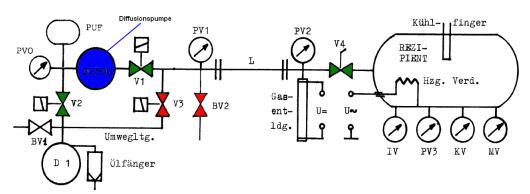
Wie in Aufgabe 1 soll nun erneut der Rezipient evakuiert werden. Diesmal ist allerdings die Druck-Zeit-Abhängigkeit aufzunehmen, wofür zunächst das Membran- und unter 10 Torr das Wärmeleitungsmanometer verwendet werden soll. Evtl. ist es sinnvoll, die Messung in Teilabschnitten durchzuführen und hinterher eine Zeitkorrektur (Zusammensetzen der Kurve unter Berücksichtigung der Messpausen) vorzunehmen, da die Automatik kurzzeitig die Ventile umstellt, um den Druck in der Diffusionspumpe niedrig zu halten.



#### 3.2 Evakuierung mit der Diffusionspumpe

Sobald 0,05 Torr unterschritten sind, soll das Evakuieren mit der Diffusionspumpe fortgesetzt werden. Hierzu stellen wir ein:

- Ventil V3 schließen
- Ventil V2 öffnen
- Einige Sekunden warten, dann Ventil V1 öffnen



Weiterhin ist die Druck-Zeit-Abhängigkeit zu registrieren, auch wenn dies anfangs aufgrund der schnellen Druckänderung nicht so leicht möglich sein wird. Bei ausreichend niedrigem Druck können Kaltkathodenund Ionisationsvakuummeter eingeschaltet werden.

Aus der in den Aufgabenteilen 3.1 und 3.2 aufgenommenen Druck-Zeit-Abhängigkeit bei Verwendung von Vor- und Diffusionspumpe lässt sich jeweils das Saugvermögen der Pumpe berechnen: das Saugvermögen S ist - wie ja auch anschaulich sofort klar ist - die durch die Pumpe hervorgerufene zeitliche Änderung des Volumens:

$$S = \frac{dV}{dt} = \dot{V} \tag{5}$$

Da in unserem Fall das Volumen konstant ist (Glasglocke!), setzen wir in (5) die ideale Gasgleichung  $p \cdot V = \nu \cdot R \cdot T$ , aufgelöst nach V ein:

$$S = \frac{d}{dt} \frac{\nu \cdot R \cdot T}{p} \tag{6}$$

$$= -\frac{\nu \cdot R \cdot T}{p^2} \cdot \dot{p} \tag{7}$$

$$= -\underbrace{\frac{\nu \cdot R \cdot T}{p}}_{V} \cdot \frac{1}{p} \cdot \dot{p} \tag{8}$$

$$= -V \cdot \frac{1}{p} \cdot \dot{p} \tag{9}$$

$$\Rightarrow S = -\frac{V}{p} \cdot \frac{dp}{dt} \tag{10}$$

(7) folgt nach der Kettenregel und weil R und T konstant sind. Die Differentialgleichung (10) lässt sich nun mit Separation der Variablen lösen:

$$\int \frac{S}{V} dt = -\int \frac{dp}{p}$$
 (11)

$$\Rightarrow \frac{S}{V} \cdot (t - t_0) = -(\ln p - \ln p_0) \tag{12}$$

$$\Rightarrow \ln p = \underbrace{-\frac{S}{V}}_{m} \cdot t + \underbrace{\frac{S}{V} \cdot t_0 + \ln p_0}_{y-Achsenabschnitt}$$
 (13)

Aus Gleichung (13) lässt sich herauslesen: wenn man  $\ln p$  über der Zeit t aufträgt, müsste man eine Gerade mit Steigung  $m = -\frac{S}{V}$  erhalten. Das Saugvermögen berechnet sich dann mit:

$$S = -V \cdot m \tag{14}$$

#### 3.3 Kühlfinger

Bei sehr niedrigem Druck, ca. 0,0002 Torr, soll eine Schutzbrille aufgezogen und flüssige Luft in den Kühlfinger gefüllt werden. Es ist zu erwarten, dass sich der Druck weiter absenkt, denn: die kinetische Energie der Gasteilchen hängt von der Temperatur ab. Sinkt die Temperatur, so steht den Gasteilchen auch weniger kinetische Energie zur Verfügung, die Geschwindigkeit nimmt ab. Dementsprechend stoßen auch weniger Teilchen aneinander und an die Glaswand, weshalb ein geringerer Druck zu verzeichnen ist (Druck lässt sich ja gerade als Stoß der Gasteilchen mit den Wänden beschreiben). Darüber hinaus führt die niedrige Temperatur dazu, dass evtl. noch im Kolben befindliche Luft kondensiert, was den Druck noch weiter verringert.

## 4 Aufdampfen eines Indium-Flecks

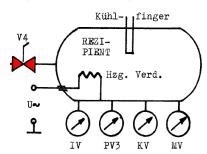
Im optimalen Vakuum wird nun durch die 4 mm-Blende hindurch ein Indium-Fleck aufgedampft. Durch langsames Erhöhung des Stromes steigt die Temperatur des Verdampfungsschiffchens (und damit auch des Indiums). Wir erwarten, dass der aufgedampfte Fleck scharf abgregrenzt ist, weil aufgrund des geringen Drucks die mittlere freie Weglänge der Indiumatome groß ist. Eine große mittlere freie Weglänge bedeutet natürlich, dass sich die Atome über lange Strecken geradlinig bewegen - daher die fehlende Streuung, wir erhalten eine scharfe Abgrenzung.

Sobald der Indiumfleck auf dem Plexiglasauffänger zu sehen ist, soll mit einem schwachen Luftstrom die flüssige Luft aus dem Kühlfinger herausgeblasen werden.

## 5 Leckrate des Rezipienten

Leider ist es in der Realität nicht möglich, erstens ein perfektes Vakuum zu erzeugen und zweitens ein Vakuum ohne ständiges Pumpen dauerhaft zu erhalten. Jede Apparatur hat eine gewisse Leckrate, die wir in diesem Versuchsteil bestimmen möchten. Vorgehensweise:

- 1. Ventil V4 schließen
- 2. Druckanstieg im Rezipient von 0,0002 Torr bis 0,01 Torr in Abhängigkeit von der Zeit messen



Die Leckrate Q berechnet sich mit der Formel:

$$Q = \frac{\Delta p \cdot V}{\Delta t} \tag{15}$$

Da wir das Volumen des Rezipienten kennen  $(V=13\ l)$ , ist im Versuch lediglich der Quotient  $\frac{\Delta p}{\Delta t}$  zu bestimmen - am besten als Steigung der Ausgleichsgeraden im p-t-Diagramm. Die Leckrate macht eine Aussage über die Qualität der Dichtungen und kann auf Haarrisse hinweisen, falls sie plötzlich deutlich vom Normalwert abweichen sollte.

## 6 Aufdampfbilder

Bei einem Druck von 0,001 Torr soll ein zweiter Indium-Fleck aufgedampft werden. Da die Kühlung durch die flüssige Luft nun fehlt, ist die freie Weglänge deutlich kürzer - es kommt zu deutlich mehr Stößen zwischen den Indium-Atomen. Somit dürfte der Rand des Flecks nicht mehr so scharf wie in Aufgabe 4 begrenzt sein. Wir vermuten, dass man beim Verdampfen von Indium OHNE Vakuum wahrscheinlich gar keinen Fleck mehr zu Gesicht bekäme, weil die Atome aufgrund der kurzen freien Weglänge in alle Richtungen gestreut würden.

## 7 Effektives Saugvermögen und Leitwert

Um das effektive Saugvermögen und den Leitwert der beiden Rohre zu vergleichen, bauen wir diese nacheinander in die Apparatur ein und nehmen jeweils während der Evakuierung die p-t-Abhängigkeit an zwei Messstellen, d.h. vor und hinter dem Rohr, auf. Das Saugvermögen pro Messstelle erhalten wir dann vollkommen analog zu Aufgabe 3.2 durch logarithmische Auftragung des Drucks über der Zeit. Für jedes Rohr erhalten wir somit zwei Werte für das Saugvermögen, genannt  $S_1$  und  $S_2$ . Der Leitwert des Rohres berechnet sich anschließend mit:

$$L = \frac{S_1 \cdot S_2}{S_1 - S_2} \tag{16}$$

## 8 Versuchsabbau

Um für die nächste Gruppe alles vorzubereiten, ist folgendermaßen vorzugehen:

- Bei Vorvakuumdruck (ca. 0, 1 Torr) alle noch offenen Ventile schließen
- Ventilsteuergerät ausschalten
- Drehschieberpumpe ausschalten und Belüftungsventil BV1 öffnen.