

**TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DRESDEN**

Fachrichtung Physik

Praktikumsanleitung
"Vakuumphysik und -technik"

12. Auflage 2020

Autoren: Priv.-Doz. Dr.rer.nat.habil. M. Jäckel

Priv.-Doz. Dr.rer.nat.habil. M. Dörr

Dipl.-Phys. B. Köhler

**Institut für Festkörper- und Materialphysik – IFMP –
Institut für Angewandte Physik – IAP –**

Organisatorische Hinweise

Anschrift : Technische Universität Dresden
Fakultät Physik
01062 Dresden

Privatdozent Dr.rer.nat.habil. Mathias Dörr
Tel.: (0351) 4633 5036
Fax: (0351) 4633 7734
email: mathias.doerr@tu-dresden.de

Ort: Recknagel-Bau (REC, Physikgebäude) Raum D116
Haeckelstr. 3
01069 Dresden

Versuchsübersicht

Versuch 1 : Grob- und Feinvakuumbereich

Versuch 2 : Totaldruckmessung

Versuch 3 : Gasabgabe von Kunststoffen

Versuch 4 : Adsorption













Versuch 5 : Partialdruckmessung








Versuch 6 : Turbomolekularpumpe











Versuch 7 : Leitwertbestimmung/Kryopumpe

Versuch 8 : Leckprüfung

Symbole der Vakuumtechnik

Vakuumpumpen:	Vakuuzubehör:
 Drehschiebervakuumpumpe	 Vakuumbehälter
 Adsorptionspumpe	 Dampfsperre
 Diffusionspumpe	 Sorptionsfalle
 Turbomolekularpumpe	 Kühlfalle
 Ionenzerstäuberpumpe	 Bürette
 Kryopumpe	 Filter

Verbindungsteile:	
 Durchgangsventil	 Vakuumleitung allgemein
 Eckventil	 Bewegliche Leitung
 Dosierventil	
 Durchgangshahn	
 Eckhahn	

Meßgeräte:	
	Vakuummeter allg.
	Membran-VM
	Modulations-VM
	U-Rohr-VM
	Kompressions-VM
	Reibungs-VM
	Wärmeleitungs-VM
	Kaltkathoden-VM
	Glühkathoden-VM
	Massenspektrometer

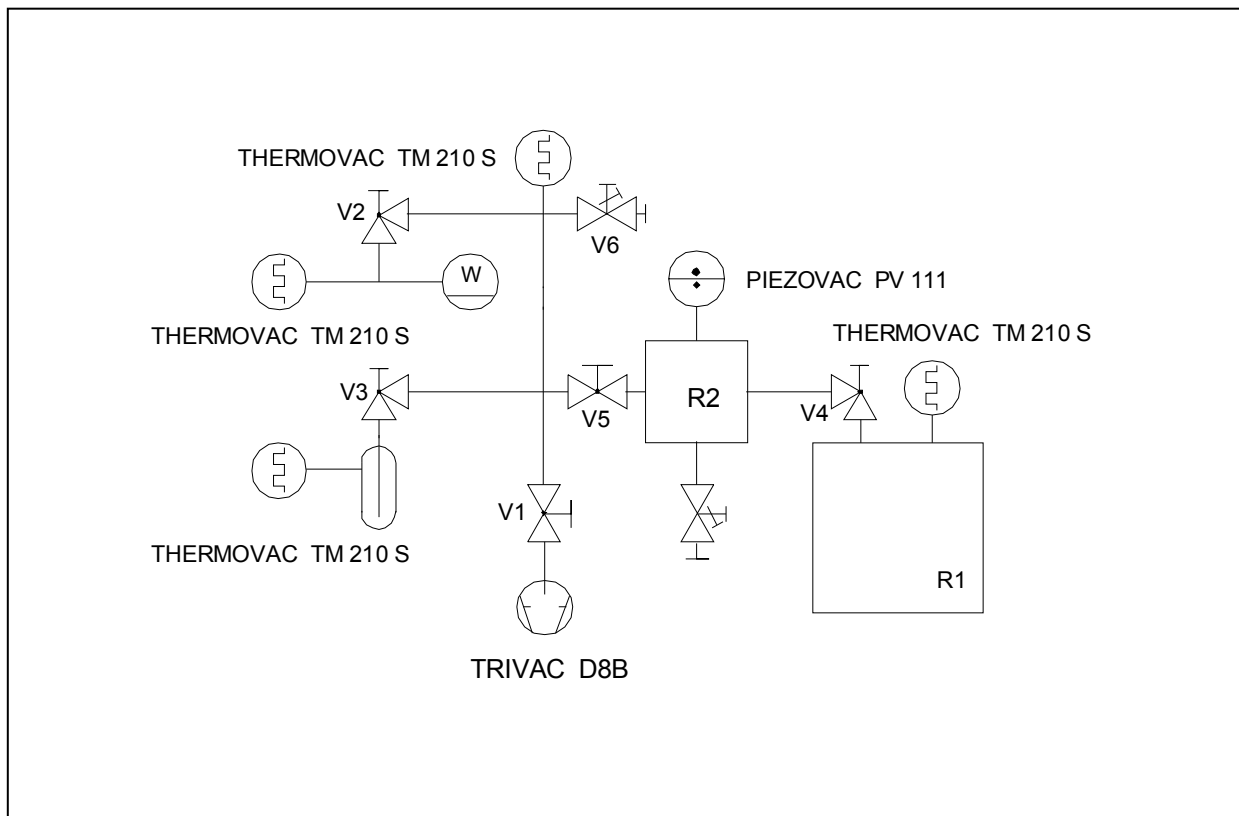
Der überwiegende Teil der angegebenen Symbole für Bauelemente der Vakuumtechnik gilt nach DIN 28401. Zum besseren Verständnis der Schaltbilder wurde jedoch das Symbol "Vakuummeter, allgemein" untersetzt.

Versuch 1 : Grob-/Feinvakuum

1. Versuchsziel:

- Kennenlernen von Aufbau und Wirkungsweise einer Drehschieberpumpe (einschließlich des Gasballastventils), einer Membran- und einer Scrollpumpe
- Untersuchung des Einflusses kondensierbarer Dämpfe (z.B. H_2O) im Grob- bzw. Feinvakuumbereich
- Bestimmung des Saugvermögens einer Drehschieberpumpe nach der Methode konstanten Volumens
- Kennenlernen der Totaldruckmesstechnik im Feinvakuumbereich
- Messung von Evakuierungskurven

2. Schema der Versuchsanlage:



3. Aufgabenstellung und Durchführung:

Machen Sie sich mit dem Aufbau der Versuchsanlage und der Bedienung und Wirkungsweise der Messgeräte (THERMOVAC TM210S mit Messröhre TR111, THERMOVAC TM21 mit Messröhre TR211 und PIEZOVAC PV111 mit Messkopf PV1001) vertraut. Die Bedienungsanleitungen der Geräte liegen am Versuchsplatz aus und die wichtigsten Abschnitte sind farbig markiert.

1. Kontrollieren Sie, ob das Ventil V1 geschlossen ist. Anschließend ist die Drehschieberpumpe anzuschalten und warmlaufen zu lassen. Warum ist es zweckmäßig eine Drehschieberpumpe erst warmlaufen zu lassen, ehe mit der Evakuierung des Rezipienten begonnen wird?
2. Schätzen Sie die Abpumpzeit t für die freien Gase aus dem Rezipientenvolumen V_{R1} anhand der Formel für den Druck-Zeit-Verlauf beim Evakuieren nach (1) oder aus der Abpumpzeit für eine Zehnerpotenz nach (2)

$$p = p_0 \exp\left(-\frac{S_{\text{eff}}}{V} t\right) + p_{\text{end}} \quad (1) \quad t = 2,3 \times \tau \quad \text{mit} \quad \tau = V / S_{\text{eff}} \quad (2)$$

ab. Dabei sind eine Leckeinströmung sowie die Gasabgabe von den Wänden nicht berücksichtigt.

Die Abpumpzeit soll im Zehnerpotenzabstand des Druckes bis $p = 10^{-1}$ mbar abgeschätzt werden. Dazu ist das Volumen V_{R1} des Rezipienten abzuschätzen und für S_{eff} ist das Nennsaugvermögen der Pumpe einzusetzen. Der Enddruck kann für die Abschätzung nach (1) weggelassen werden.

3. Nehmen Sie das Druck-Zeit-Verhalten beim Abpumpen des großen Rezipienten V_{R1} bis ca. $p = 10^{-1}$ mbar auf.
Die Zeitintervalle sind entsprechend der in Punkt 2 vorgenommenen Abschätzung so festzulegen, dass die Messpunkte einen sinnvollen Kurvenverlauf der Abpumpkurve in der Grafik ergeben.
Die Ventile V4 und V5 sind vor Beginn der Messung zu öffnen. Der Zeitpunkt $t=0$ ist mit dem Öffnen des Ventils V1 festgelegt (**Achtung:** Vorher prüfen, dass das Nadelventil V6 geschlossen ist).
Die Druckmessung erfolgt für $p > 20$ mbar mit dem Gerät PIEZOVAC PV111 und für $p < 20$ mbar mit dem Gerät THERMOVAC TM21.
Der Druck-Zeit-Verlauf ist in einem einfach logarithmischen Diagramm $\lg p(t)$ darzustellen. Daraus ist das Saugvermögen $S(p)$ der Drehschieberpumpe aus dem linearen Verlauf der Abpumpkurve zu bestimmen, nachdem in 4. das Volumen von V_{R1} experimentell bestimmt wurde.
4. Bestimmen Sie das Rezipientenvolumen des großen Rezipienten V_{R1} . Dazu ist im kleinen Rezipienten V_{R2} mittels Gaseinlass über die Trockenflasche ein gut messbarer, sinnvoller Druck ($p < 20$ mbar) einzustellen und durch Druckausgleich (statische Expansion) das Volumen V_{R1} zu bestimmen (Druckmessung mit Pirani). Leiten Sie sich mit Hilfe der thermischen Zustandsgleichung für das ideale Gas eine entsprechende Formel ab (Herleitung und Formel liegen am Versuchsplatz aus!).

Wiederholen Sie diese Volumenbestimmung, indem Sie in den Rezipienten V_{R2} erneut Gas einlassen, bis ein Druck von 500...700 mbar erreicht ist (Druckmessung mit dem Piezovac).

Das Volumen zwischen $V4$ und $V5$ beträgt $V_{R2} = 15,2$ l.

5. Nehmen Sie das Druck-Zeit-Verhalten beim Abpumpen des kleinen Rezipienten V_{R2} mit Hilfe der Membranpumpe bis ca. $p = (1...2)$ mbar auf. Anschließend wird der Vorgang mit der Scrollpumpe bis ca. $p=10^{-1}$ mbar wiederholt. Dazu ist vorher der Rezipient V_{R2} jeweils auf Normaldruck zu belüften. Tragen Sie die Evakuierungskurven mit in das Diagramm der Aufgabe 3 ein!

Die Druckmessung erfolgt **bis 20 mbar** mit dem Piezovac und darunter mit dem Manometer TM 21 über der Drehschieberpumpe (d.h. Ventil $V5$ muss bei der Evakuierung geöffnet bleiben!).

6. Abpumpen von Dämpfen:
Der Rezipient ist durch Schließen des Ventils $V5$ abzutrennen und das Ventil $V2$ zum Wasserkölbchen ist vorsichtig zu öffnen. Der Druckverlauf und die Veränderungen im Wasserkölbchen sind zu beobachten, zu protokollieren und zu interpretieren. Wodurch wird der Druck bei angeschlossenem Wasserkölbchen bestimmt?

Achtung: Das Wasser im Kölbchen nicht vollständig ausfrieren lassen !
(Kölbchen kann zerplatzen!)

Ist das Wasser im Kölbchen maximal zur Hälfte ausgefroren, ist die Pumpe durch Schließen von $V1$ abzutrennen. Der erreichte Druck ist zu notieren. Wodurch ist er bedingt ?

Warum erreicht man bei angeschlossenem Wasserkölbchen keine kleineren Druckwerte $p < 2...3$ mbar ?

7. Einfluss der Tiefkühlfalle:
Alle Ventile außer $V3$ sind zu schließen. Danach ist über das Einlassventil $V6$ das Volumen zwischen den Ventilen $V1$, $V2$ und $V5$ einschließlich der Kühlfalle zu belüften. Das Einlassventil ist zu schließen und die Kühlfalle mit flüssigem Stickstoff zu kühlen. Das Ventil $V1$ zur Drehschieberpumpe ist jetzt zu öffnen. Die sich unmittelbar über der Drehschieberpumpe und über der Kühlfalle einstellenden Drücke sind für $p < 10^{-1}$ mbar zu beobachten und zu notieren. Wie lässt sich das Ergebnis interpretieren ?

Nach Erreichen des Enddrucks wird der Einfluss der Kühlfalle besonders deutlich, wenn der LN_2 entfernt wird und die Kühlfalle vorsichtig erwärmt wird. Was beobachten Sie dabei?

8. Wozu dient das Gasballastventil? Erklären Sie Sinn und Wirkungsweise des Gasballastprinzips.

Was versteht man unter Dampfdruckverträglichkeit, wie groß ist diese für Wasserdampf für die benutzte Pumpe?

Gibt es Alternativen zum Gasballastprinzip?

3. Aufgabenstellung und Durchführung:

Bei der Aufnahme von Kennlinien an einem Testrezipienten ist es ökonomisch, mehrere Geräte gleichzeitig zu kalibrieren. Im vorliegenden Experiment sind dies ein Kalkathoden-Vakuummeter (Messröhre P2 zu COMBITRON CM351) und zwei Glühkathoden-Vakuummeter (PX zu IONIVAC IM110D und P4 zu UVM6.74); Abweichungen/Änderungen sind möglich.

1. Vorbereiten der Experimente:

Wegen der Einlaufzeit der Messgeräte sind zu Beginn folgende Arbeiten nötig:

- Einschalten des Versuchsplatzes mit dem Hauptschalter-Taster (Pumpe N2 läuft)
- Öffnen von Ventil V7 und Starten von Pumpe N1
- Öffnen des Ventils V6, nachdem die Pumpe N1 die Nenndrehzahl erreicht hat.
(**Achtung:** Vor Öffnen des Ventils V6 ist der Druck im Rezipienten C3 mittels Druckanzeige P6 –Wärmeleitungs-Vakuummeter- zu prüfen, nur für $p < 1$ mbar darf V6 geöffnet werden !)
Beobachten Sie den Abpumpvorgang und notieren Sie den erreichten Enddruck.
- Einschalten des Reibungs-Vakuummeters P3/P8 sowie der Messgeräte zu P2, PX und P4.

2. Füllen des Gasvorratsgefäßes:

Damit Gasreste aus vorangegangenen Versuchen entfernt sind, müssen Vorratsgefäß, Verbindungsleitungen, Trockenpatrone und Rezipient wenigstens zweimal mit dem bereitgestellten Prüfgas (Argon, Stickstoff, Luft, Helium,...) gespült werden:

Dazu ist der Gasvorratsbehälter C1 über das Dosierventil V1 (Beachte: Regelung des Gasstroms nur nach Öffnen des Absperrventils möglich) bis $p = 25$ mbar zu fluten. Zum Spülen des Rezipienten C3 kann Gas über das Ventil V3 vorsichtig eingelassen (Messröhren P4 und PX ausschalten, $p < 10^{-3}$ mbar) eingelassen werden. Der Behälter C1 wird am Ende über das Ventil V5 bis $p = 0.1$ mbar ausgepumpt.

Nach dem Spülen wird das Vorratsgefäß über Ventil V1 bis $p_1 = (20...25)$ mbar mit dem Messgas gefüllt.

3. Kalibrieren durch direkten Vergleich:

Bei diesem Verfahren wird die Ausgangsgröße des Prüflings (Skalenteile eines anzeigenden oder schreibenden Messgeräts, Druckanzeige) mit dem von einem unter gleichen Bedingungen (u.a. geometrische Isotropie bzgl. des Rezipienten) betriebenen Drucknormal (Gasreibungs- oder McLEOD-Vakuummeter) angezeigten Druck verglichen. Durch schrittweise dynamische Druckänderung im Messrezipienten C3 ist eine Wertetabelle der Ausgangsgröße p_i (bzw. I_4 für P4) vs. Druck p_3 aufzunehmen.

Dazu wird der Messrezipient über Ventil V6 / Pumpe N1 bis zum Enddruck evakuiert. Bei ständig geöffnetem Ventil V2 erfolgt der Gaseinlass durch Einregeln des Dosierventils V3.

Je nach dem Druckbereich unterscheidet sich die Vorgehensweise:

- a) dynamisch: Bei Drücken $p_3 < 10^{-3}$ mbar bleibt das Ventil V6 offen; mit V3 wird der gewünschte Druck eingestellt. Das Prüfgas wird ständig abgepumpt.
- b) statisch: Bei Drücken $p_3 > 10^{-3}$ mbar ist V6 geschlossen, man stellt die gewünschten Drücke durch Öffnen und Schließen von V3 stufenweise ein.

Achtung: Die Messröhre P4 (MR05, Glasröhre) kann nur für $p < 10^{-3}$ mbar betrieben werden, da ansonsten die Kathode durchbrennen kann ! Vor dem Einstellen höherer Drücke ist die Kathode (Emission) unbedingt abzuschalten !

Für jede Einstellung des Dosierventils V3 bzw. für jeden eingestellten Druck sind N (N=1...3, je nach Vereinbarung) Wertepaare aufzunehmen. Wählen Sie die eingestellten Druckwerte so, dass sie in der doppeltlogarithmischen Darstellung annähernd gleiche Abstände haben. Pro Druckdekade sind ca. 10 Messpunkte aufzunehmen.

Fertigen Sie aus der Wertetabelle eine Kennlinie des Prüflings an (doppelt logarithmische Darstellung). Schätzen Sie die Fehler der Messungen ab und tragen Sie an wenigstens drei Punkten der Einmesskurve Fehlerkreuze ein !

Der Versuch wird für 2-3 Gasarten (Luft sowie 1-2 frei wählbare Messgase) durchgeführt. Aus dem Vergleich der ermittelten Drücke bzw. Ionenströme für Luft und den Messgasen bei verschiedenen Druckwerten ist die relative Ionisierungswahrscheinlichkeit des Messgases und damit der Korrekturfaktor dieses Gases für Ionisationsvakuummeter zu bestimmen !

Für die Messröhre P4, bei der direkt der Ionenstrom gemessen wird, ist die Empfindlichkeit C der Messröhre aus dem Ionenstrom I_+ , dem Emissionsstrom I und dem Druck p zu ermitteln. Es gilt:

$$I_+ = CpI_- \quad (1)$$

4. Druckbestimmung durch statische Expansion:

Zur Durchführung der Messung wird aus der im Vorratsbehälter C1 vorhandenen Gasmenge Q_1 über das Ventil V2 eine kleine Gasmenge Q_2 in den Behälter C2 übernommen und anschließend in den Messrezipienten C3 über das Ventil V3 expandiert. Außer dem Druck p_1 im Behälter C1 müssen die Volumina von C1, C2 und C3 bekannt sein (Information vom Betreuer).

Leiten Sie sich eine Formel für den Zusammenhang zwischen dem Druck p_3 im Messrezipienten, den Volumina von C1, C2 und C3 und dem Druck p_1 im Vorratsgefäß ab !

Durch wiederholtes Expandieren lässt sich der Druck im Messrezipienten stufenweise vergrößern. Messen Sie durch mehrfaches Expandieren die Ausgangsgröße des Prüflings PX (oder andere) als Funktion des Druckes p_3 und fertigen Sie aus der Wertetabelle eine Einmesskurve des Prüflings an.

Leiten Sie sich eine Fehlerformel ab und geben Sie die Fehler für wenigstens drei Messpunkte an !

Achtung: Versuchen Sie in keinem Falle, bei laufender Turbomolekularpumpe den gefluteten oder bei einem Druck $p > 1$ mbar befindlichen Behälter C3 über das Ventil V6 zu evakuieren!

Zerstörungsgefahr für Turbomolekularpumpe und Ventil V6 !

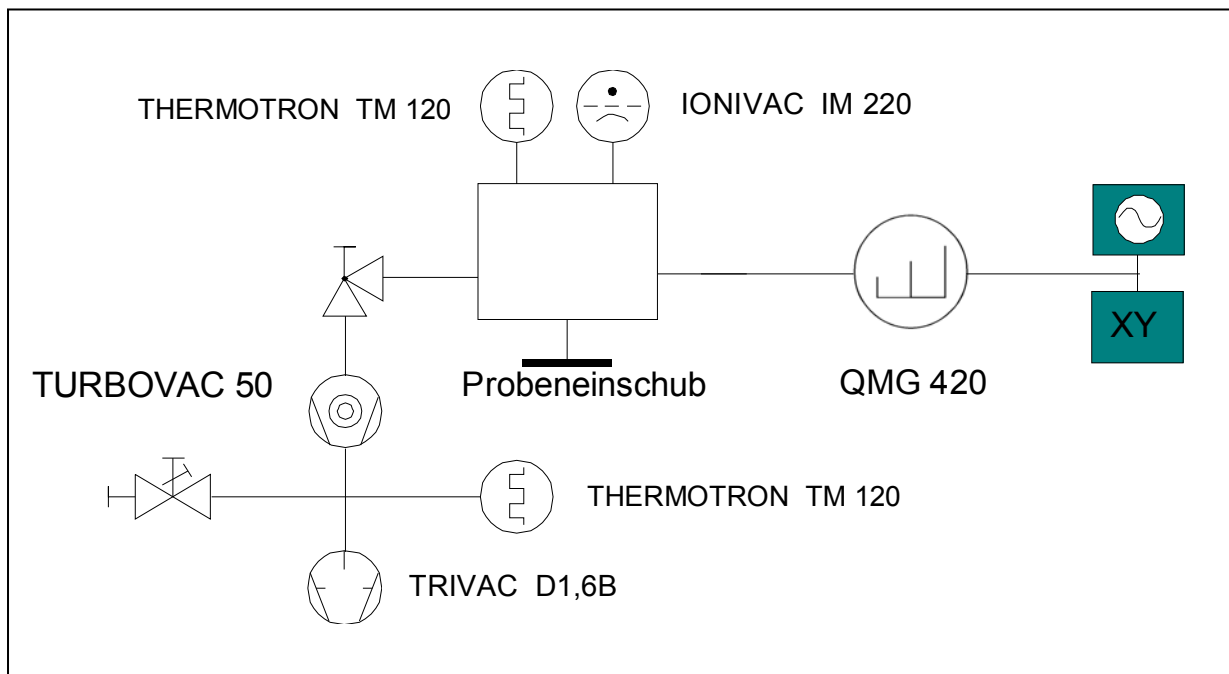
Sie können den Behälter C3 in diesem Fall nur über V3-V2-V5 evakuieren. Erst wenn $p_1 < 1$ mbar ist, darf V6 vorsichtig geöffnet werden!

Versuch 3 : Gasabgabe von Kunststoffen

1. Versuchsziel:

- Bestimmung der spezifischen Gasabgaberate von elastischen Werkstoffen (Kunststoffe, Dichtungsmaterial) nach der Methode konstanten Saugvermögens
- Untersuchung des Einflusses der Vorbehandlung von Dichtringen mit organischen Lösungsmitteln auf deren Gasabgaberate

2. Schema der Versuchsanlage:



(An Stelle des Ionivac IM 220 kann auch ein Kaltkathodenmanometer nach Penning angeschlossen sein!)

Das Grundprinzip des Messverfahrens besteht darin, dass man aus der **Differenz der Evakuierungskurven** des "leeren" Rezipienten und anschließend des Rezipienten mit eingebrachter Probe die Gasabgaberate der Probe bestimmen kann.

Das Verfahren setzt voraus, dass das Saugvermögen der Pumpe konstant ist und die Probe eine größere Gasabgabe als der Rezipient aufweist!

Am Ende jeder Messung ist der Rezipient stets unter Vakuum zu belassen!

3. Aufgabenstellung und Durchführung:

3.1 Bestimmung der Gasabgaberate (Leerwert) \dot{Q}_{leer} der Versuchsanlage

Zunächst ist eine Messung des Leerwertes \dot{Q}_{leer} der Versuchsanlage ("Leerwert" =Abgasrate der Anlage ohne Probe) vorzunehmen. Zur Abkürzung des Verfahrens wird nicht die Evakuierungskurve des leeren Rezipienten aufgenommen, sondern die **natürliche Leckrate** des Rezipienten über die Druckanstiegsmethode bestimmt. Diese natürliche Leckrate wird als **konstanter Leerwert** angenommen.

Dazu ist die Anlage mit dem Turbomolekularpumpstand zu evakuieren.

Bei einem Druck von $p < 5 \cdot 10^{-6}$ mbar wird über die Druckanstiegsmethode (Druckanstieg pro Zeit bei geschlossenem Eckventil) der Leerwert bestimmt. Dazu ist der Druckanstieg bis zu einem Druck $p \approx 5 \cdot 10^{-4}$ mbar aufzunehmen.

Der Leerwert errechnet sich aus:

$$\dot{Q}_{\text{leer}} = \frac{\Delta p}{\Delta t} V_{R1} \quad (1)$$

Dabei ist Δp der Druckanstieg bei geschlossenem Eckventil in der Zeit Δt .

Das Volumen des Rezipienten beträgt :

$V_{RQ} = 3,00$ l (mit angebauter Messröhre des Massenspektrometers) bzw.

$V_{R1} = 1,34$ l (ohne Messröhre des Massenspektrometers)

3.2 Bestimmung der spezifischen Gasabgaberate \dot{q}_{Pr} eines Vakuumdichtringes

3.2.1 Aufnahme der Evakuierungskurve mit Dichtring

Achtung: Nach der Messung von \dot{Q}_{leer} ist der Turbomolekularpumpstand abzuschalten !

Anschließend ist die gesamte Anlage über die Trockenflasche (Blaugel) **vorsichtig** zu belüften, damit die Probe in den Rezipienten eingebracht werden kann. Dazu ist der Kleinflansch KF 40 (Probeneinschub) zu öffnen und nach Einbringen der Probe sofort wieder zu verschließen. Unmittelbar danach sind die Vorpumpe und gleichzeitig die Turbomolekularpumpe einzuschalten.

Der Zeitpunkt t=0 für die Evakuierungskurven sollte mit dem Einschalten der Pumpen festgelegt werden. Der Druck-Zeit-Verlauf (Evakuierungskurve) ist zu protokollieren.

Dabei sind folgende Zeitintervalle für die Druckmessung einzuhalten:

t < 10 min : 1 Minute

10 min < t < 60 min : 5 Minuten

t > 60 min : 10 Minuten

Die Gesamtmesszeit sollte ca. 120 min betragen.

Der Druck-Zeit-Verlauf $p(t)$ ist doppelt logarithmisch (z.B. Papier Nr. 490) grafisch darzustellen.

3.2.2 Berechnung der Gasabgaberrate aus der Evakuierungskurve

Aus der Evakuierungskurve kann die Gasabgaberrate der Probe \dot{Q}_{Probe} berechnet werden. Es gilt:

$$\dot{Q}(t) = S_{\text{eff}} p(t) \quad (2)$$

$$\dot{Q}_{\text{Probe}} = \dot{Q} - \dot{Q}_{\text{leer}} \quad (3)$$

Daraus ergibt sich die spezifische Gasabgaberrate $\dot{q}_{\text{Pr}} : \dot{q}_{\text{Pr}} = \frac{\dot{Q}_{\text{Probe}}}{A}$ (4)

In den angegebenen Formeln bedeuten \dot{Q} die gemessene Gasabgaberrate von Probe und Rezipient, A die Oberfläche der Probe und S_{eff} das effektive Saugvermögen der Turbomolekularpumpe im Rezipienten. S_{eff} berechnet sich nach dem Additionstheorem von Strömungswiderständen:

$$\frac{1}{S_{\text{eff}}} = \frac{1}{S_p} + \frac{1}{L} \quad (5)$$

Für L ist der Leitwert des Eckventils einzusetzen, S_p ist das Nennsaugvermögen der Turbomolekularpumpe. Beide Werte finden Sie in den Prospektunterlagen am Versuchsplatz.

Die Gasabgaberrate der Probe \dot{Q}_{Probe} kann nun ebenfalls (doppelt logarithmisch) grafisch dargestellt werden.

Der Wert der spezifischen Gasabgaberrate \dot{q}_{Pr} (in : mbar l / s cm²) ist für $t = 10$ min, $t = 60$ min und $t = 100$ min zu berechnen.

3.3 Bestimmung des Einflusses der Vorbehandlung eines Vakuumdichtringes mit organischem Lösungsmittel auf die spezifische Gasabgaberrate \dot{q} des Dichtringes

3.3.1 Aufnahme der Evakuierungskurve ohne und nach Vorbehandlung des Probendichtringes mit Lösungsmittel

Nach Bestimmung des Leerwertes der Versuchsanlage (entsprechend 3.1) ist der Druck-Zeit-Verlauf nach Einbringen des Vakuumdichtringes (Probe) entsprechend 3.2.1 bis **etwa $t = 45 \dots 60$ min** zu protokollieren.

Anschließend wird die Probe der Anlage entnommen (Vorgang wie bei 3.2.1) und für **2...3 s in ein Lösungsmittel** (z.B. Alkohol) gelegt. Danach die Probe an Luft trocknen und erneut in die Anlage einbringen sowie analog wie unter 3.2.1 vorgehen und sofort die Evakuierungskurve aufnehmen. Der Druck-Zeit-Verlauf ist erneut für ca. 45 ... 60 min zu protokollieren.

3.3.2 Darstellung der Evakuierungskurven

Der Druck-Zeit-Verlauf $p(t)$ ist für beide Versuchsabläufe in einem Diagramm darzustellen (doppelt logarithmisch).

Was kann man daraus erkennen? Was sind Ihre Schlussfolgerungen aus den Messungen?

Wie sollten Elastomerdichtungen gereinigt werden, um die Gasabgaberate möglichst gering zu halten ?

3.3.3 Berechnung der Gasabgaberate

Die Berechnung der Gasabgaberate \dot{q}_{Pr} des Dichtringes vor bzw. nach der Behandlung mit Lösungsmittel erfolgt analog wie unter 3.2.3.

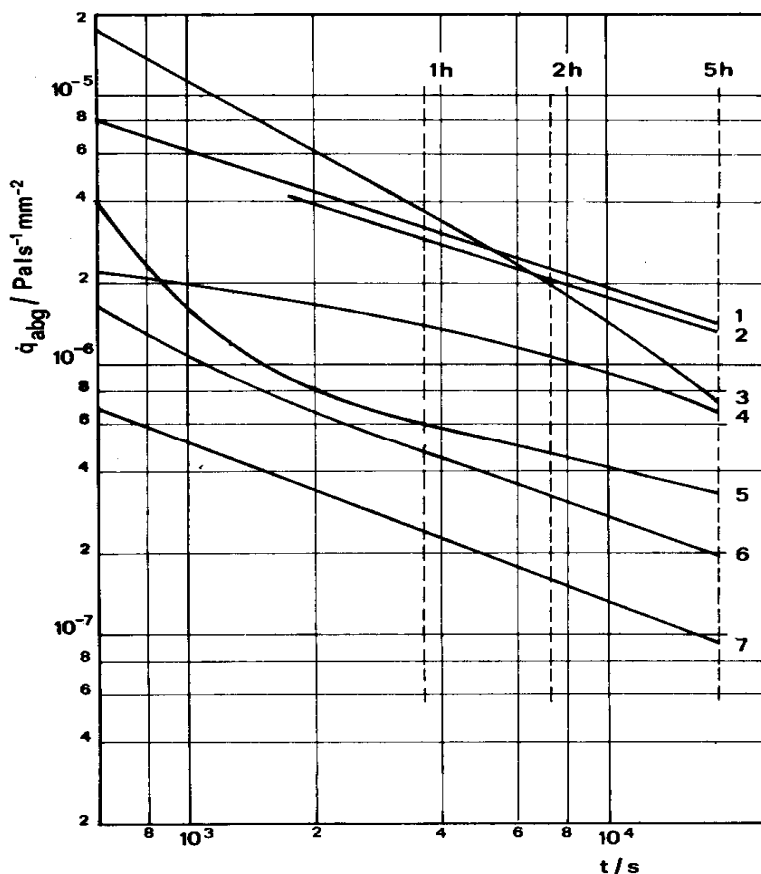


Bild 1:
Spezifische
Gasabgaberate \dot{q}_{abg} von
organischen
Hochpolymeren
als Funktion der Zeit
bei $T = 293 \text{ K}$:

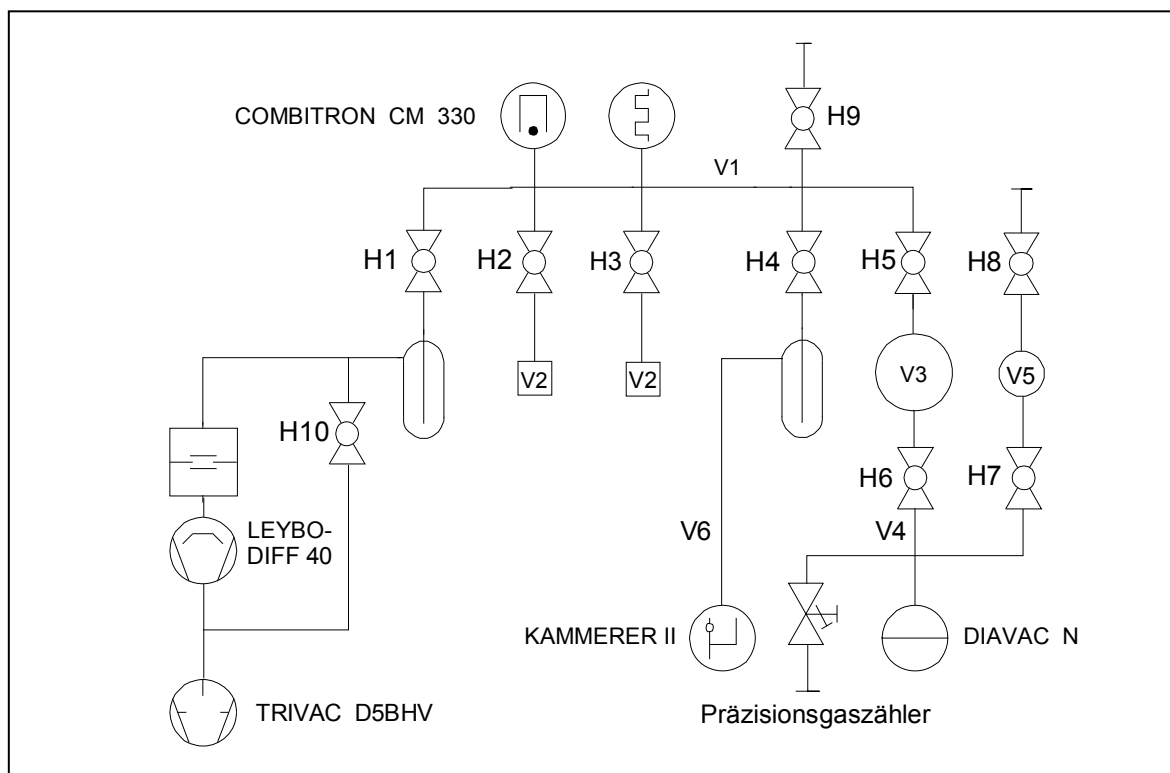
- 1 Perbunan
- 2 Polyamid
- 3 Silikonkautschuk
- 4 Plexiglas
- 5 Polyvinylchlorid
- 6 Viton
- 7 Teflon

Versuch 4 : Adsorption

1. Versuchsziel:

- Kennenlernen konstruktiver Details von Vakuumparturen aus Glas
- Messung der Materialeigenschaften (Adsorptionsisotherme für Stickstoff, Sorptionskapazität) von Festkörper-Adsorptionsmitteln
- Berechnungen zum Adsorptionsverhalten

2. Schema der Versuchsanlage:



Achtung: Der überwiegende Teil der Versuchsanlage besteht aus Glas!
Aus diesem Grunde sind besondere Sicherheitsvorschriften zu beachten:

- Tragen einer Schutzbrille, unbedingt beim Kühlen von Anlagenteilen mit flüssigem Stickstoff (LN_2)
- Öffnen bzw. Schließen von Vakuümhähnen mit beiden Händen (Bei verhärteten Schliffen Erwärmung mittels Fön vornehmen!)
- Außerdem sind die Sicherheitsvorschriften für den Umgang mit Kryoflüssigkeiten einzuhalten.

3. Aufgabenstellung und Durchführung:

Die Adsorption bezeichnet die Bindung von Atomen oder Molekülen gelöster Stoffe bzw. Gase an einer Phasengrenzfläche, vorzugsweise einer Festkörperoberfläche. Sind dafür van-der-WAALSsche Kräfte verantwortlich, wird der Prozess Physisorption genannt. Die Bindungsenergie liegt dabei in der Größenordnung von 10 kJ/mol. Der Prozess ist reversibel. Dem gegenüber steht die Chemisorption, bei der elektrostatische oder Valenzkräfte eine Rolle spielen. Die Bindungsenergie liegt im Bereich chemischer Bindungsenergien und kann mehr als 1 MJ/mol betragen.

Zur Charakterisierung des Adsorptions-/Desorptionsprozesses existieren eine Reihe von Modellen für den Zusammenhang zwischen der adsorbierten und der in der Gasphase befindlichen Stoffmenge (meist charakterisiert durch den Partialdruck oberhalb des Festkörpers) bei einer bestimmten konstanten Temperatur ("Adsorptionisotherme"). Die Modelle unterscheiden sich durch die berücksichtigten Wechselwirkungsmechanismen und die Frage der Anordnung der adsorbierten Teilchen (Mono- oder Multilag). Beispiele sind die Isothermen nach HENRY/DALTON, LANGMUIR bzw. BRUNAUER/EMMETT/TELLER (BET).

Praktische Anwendung finden Adsorptionsprozesse bei der Stoffreinigung, -trennung und -anreicherung, bei der Vakuumherzeugung (Kryopumpen) und der chemischen Analytik (Chromatographie).

Für den Versuch ist die Kenntnis der Teilvolumina der Anlage notwendig. Als Methode zur Volumenbestimmung vakuumtechnischer Bauteile oder Anlagen scheidet das Füllen dieser Behälter mit Flüssigkeiten im allgemeinen aus. Aus diesem Grunde wurde auf direkte Messung mittels eines Präzisionsgaszählers oder das Verfahren der statischen Expansion zurückgegriffen. Es gilt:

$$\begin{array}{ll} V_1 = (0,50 \pm 0,01) \text{ l} & V_4 = (0,32 \pm 0,02) \text{ l} \\ V_2 = (0,048 \pm 0,005) \text{ l} & V_5 = (0,0195 \pm 0,0010) \text{ l} \\ V_3 = (2,32 \pm 0,06) \text{ l} & V_6 = (0,77 \pm 0,02) \text{ l} \end{array}$$

2. Messung der spezifischen Sorptionskapazität von Aktivkohle Typ AS für Stickstoff:

Die spezifische Sorptionskapazität q gibt an, welche Gasmenge pro Masse ein bestimmtes Adsorptionsmittel bei Atmosphärendruck insgesamt aufnehmen kann:

$$q = \frac{Q}{m} \quad (1)$$

Mit Hilfe dieser Größe kann bspw. abgeschätzt werden, welche Adsorptionsmittelmenge notwendig ist, um einen Rezipienten bestimmten Volumens von Atmosphärendruck auf einen Druck im Feinvakuumbereich zu evakuieren.

Zu Beginn der Messung wird die gesamte Anlage mit der Vorpumpe evakuiert und anschließend über H8 mit trockenem Stickstoff geflutet. Die Vorratsblase bleibt weiter angeschlossen. Nun wird das im Volumen V_1 bzw. V_2 befindliche Adsorptionsmittel (Information zur Masse m am Versuchsplatz) mit flüssigem Stickstoff (Siedetemperatur bei Atmosphärendruck ca. $T = 78 \text{ K}$) abgekühlt. Nach (mindestens) 30 Minuten werden H7 und H8 geschlossen und der Stickstoff über dem weiterhin gekühlten

Adsorptionsmittel mit der Vorpumpe abgepumpt (Druck p_0). Ist dieser Prozess beendet, wird die Vorpumpe durch Schließen von H1 abgetrennt und das Kühlgefäß entfernt. Die Erwärmung des Adsorptionsmittels führt zur Freisetzung des durch Adsorption (Physisorption) gebundenen Stickstoffgases, was einen Druckanstieg in der Anlage bis zum Druck p zur Folge hat. Dieser ist am Membranmanometer bis zur Konstanz des Drucks zu verfolgen (Wird ein Druck von $p = 900$ mbar erreicht, ist aus Sicherheitsgründen H9 zu öffnen!).

Mit dem Gleichgewichtsdruckwert ist die freigesetzte Gasmenge:

$$Q = (p - p_0)(V_1 + V_2 + V_3 + V_4) \quad (2)$$

Die spezifische Sorptionskapazität ergibt sich daraus nach Formel (2).

Nach Beendigung des Versuchsteils ist die Apparatur mit der Drehschieberpumpe bis zu einem Druck $p < 10^{-2}$ mbar zu evakuieren.

3. Messung der Adsorptionsisothermen für Stickstoff bei 78 K an Aktivkohle Typ AS:

Die Adsorptionsisotherme spiegelt im speziellen Fall den Zusammenhang zwischen spezifischer Beladung q_i und Gleichgewichtsdruck p_i bei einer bestimmten Temperatur wider. Die Größe q_i ist die bis zum jeweiligen Zeitpunkt insgesamt eingelassene Gasmenge bezogen auf die Masse des Adsorptionsmittels.

Vor Beginn des Versuches wurde das Adsorptionsmittel durch Ausheizen bei ca. 250°C regeneriert, so dass die anfängliche Gasbeladung vernachlässigbar ist.

Der Versuch ist praktisch so auszuführen, dass die gesamte Apparatur zuerst mittels der angeschlossenen Pumpen auf den Startdruck (Drehschieberpumpe $p \sim 10^{-2}$ mbar, bei Verwendung der Diffusionspumpe $p \sim 10^{-4}$ mbar) zu evakuieren ist. Anschließend wird die Probe mit flüssigem Stickstoff abgekühlt ($T = 78$ K). Die Flüssigkeit muss den Adsorptionsraum (unterer Abschnitt des Adsorptionskölbchens) vollständig umschließen, ggf. ist während des Messprozesses nachzufüllen (Zugießen von flüssigem Stickstoff). Das Pumpensystem wird danach durch Schließen von H1 abgetrennt. Der Druck ist zu messen und zu protokollieren.

Der nachfolgende Gaseinlass erfolgt stoßweise. Dafür gibt es **zwei Möglichkeiten**:

- a) Das Volumen V_5 ist über H8 mit dem Messgas bis zum Atmosphärendruck zu füllen und anschließend über H7 mit dem Gesamtvolumen zu verbinden (Methode im **Hochvakuum-Bereich $p < 10^{-3}$ mbar**).
- b) Das Volumen V_4 wird über das Dosierventil bis zum gewünschten Druck (Membranvakuummeter) gefüllt (**Hinweis**: Sinnvolle Druckwerte liegen im Bereich $p = 100 \dots 200$ mbar). Durch Öffnen von H6 gelangt das bereitgestellte Gas in den Adsorptionsraum (Methode im **Feinvakuum-Bereich $p > 10^{-3}$ mbar**).

Nun beginnt der Adsorptionsprozess. Der Druckverlauf ist zu beobachten. Nach ca. 10-15 Minuten stellt sich über dem Adsorptionsmittel der zur Beladung q_i gehörende Gleichgewichtsdruck p_i ein. Dieser ist zu protokollieren.

Gemessen wird mit den vorhandenen Vakuummetern allerdings nicht der Druck direkt oberhalb des Adsorptionsmittels, sondern der Druck p_M an einer Stelle, die sich im Gegensatz zum Probenvolumen auf Zimmertemperatur befindet. Deshalb sind die Messwerte nach KNUDSEN (Fall der nichtisothermen Behälter: Im stationären Fall existiert in jedem Punkt des Raumes ein Gleichgewicht der Gasströme, damit kein Druckausgleich!) wie folgt zu korrigieren:

$$p_i = p_M * \sqrt{\frac{T_{N_2}}{T_{Zi}}} \quad (3)$$

Der nächste Gaseinlass schließt sich an usw. usw. Insgesamt sind 7...10 Wertepaare aufzunehmen.

Nach Beendigung der Messungen wird die Kühlung entfernt (Stativ verschieben und das Dewar-Gefäß nach unten wegführen). Das sich erwärmende Adsorptionsmittel setzt das gebundene Gas wieder frei (Desorption). Die gesamte adsorbierte Gasmenge kann aus dem sich am Membranmanometer einstellenden Druckwert ermittelt und mit dem aus der Summe der q_i -Werte errechneten Ergebnis verglichen werden (Kontrollmöglichkeit). Die in der Anlage vorhandenen Leckströme sind daraus abzuschätzen..

Der Zusammenhang $q_i(p_i)$ wird abschließend doppelt logarithmisch grafisch dargestellt.

4. Berechnung der inneren Oberfläche A_o und der Adsorptionswärme E_B nach der BET-Methode (Auswertung der Messungen aus 3.):

Unter den Annahmen a) homogene Oberfläche, b) lokale Mehrschichtadsorption, c) keine Wechselwirkung zwischen den Adsorbatteilchen kann die Adsorptionsisotherme nach der Theorie von BRUNAUER, EMMETT und TELLER durch folgende Funktion beschrieben werden:

$$\frac{q_i}{q_m} = \frac{c p_i}{(p_s - p_i)(1 + (c - 1) p_i / p_s)} \quad (4)$$

Dabei ist q_m die Monoschichtbeladung, p_s der Sättigungsdampfdruck (unter den vorliegenden Bedingungen ist $p_s \approx 1$ atm anzunehmen) und c hängt über

$$c = \exp(E_B / RT) \quad (5)$$

mit der sog. reinen Adsorptionswärme E_B zusammen.

Die angenommenen Voraussetzungen sind praktisch etwa in einem Druckbereich $p_i = (10^{-1} \dots 10)$ mbar realisiert, so dass die in diesem Bereich aufgenommenen Messwerte Grundlage der weiteren Auswertung sein sollten.

Nach Umstellen von Gleichung (4) erhält man einen linearen Zusammenhang zwischen den Größen $y = p_i q_i^{-1} (p_s - p_i)^{-1}$ und $x = p_i / p_s$. Durch grafische Darstellung $y(x)$ und Einzeichnen der Ausgleichsgeraden bzw. lineare Regressionsrechnung sind dann q_m und c bestimmbar. Weiterhin gilt:

$$A_o = q_m N_o F \quad (6)$$

Die Größe N_o steht für die Teilchenzahl pro Pam^3 und F ist der Flächenbedarf pro Molekül. Für Stickstoff sind folgende Werte einzusetzen:

$$F = 1,68 * 10^{-19} \text{ m}^2 \quad N_o = 2,47 * 10^{20} (\text{Pam}^3)^{-1} \quad (\text{bei } T = 293 \text{ K})$$

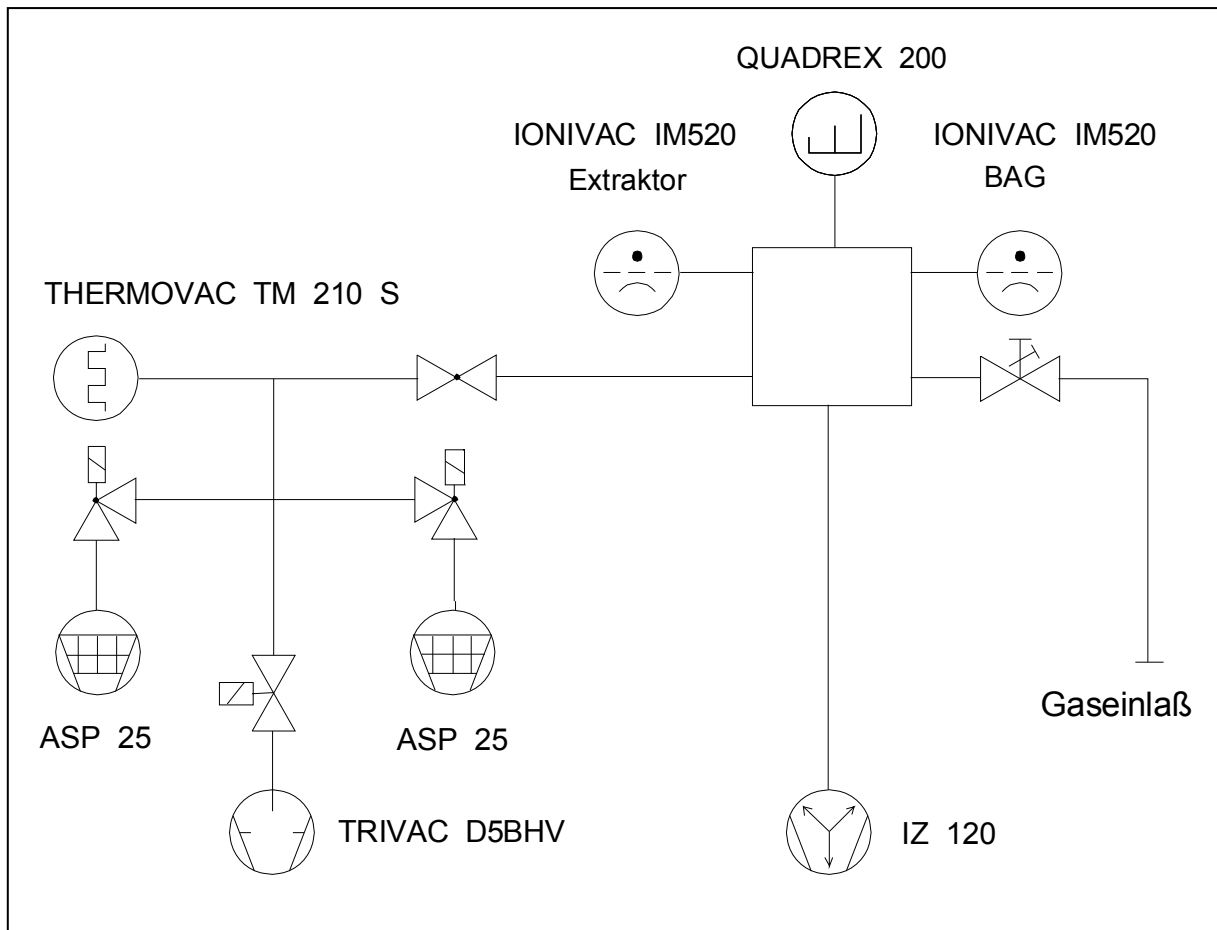
Nach dieser Methode können A_o (in m^2/g) und E_B (in kJ/mol) berechnet werden.

Versuch 5 : Partialdruckmessung

1. Versuchsziel:

- Einführung in die UHV-Gerätetechnik
- Kennenlernen der Wirkungsweise und der gerätetechnischen Besonderheiten (z.B. Selektivität) einer Ionenzerstäuberpumpe
- Qualitative Analyse von Gaszusammensetzungen mit einem Quadrupol-Massenspektrometer
- Auswertung von Massenspektren nach der Subtraktionsmethode

2. Schema der Versuchsanlage:



Achtung: Um eine Beschädigung der Messröhren zu vermeiden, sind die gegebenen bzw. in den Bedienungsanleitungen enthaltenen Hinweise unbedingt zu beachten. Speziell ist zu sichern, dass während der Messungen ein Druck $p > 10^{-5}$ mbar nicht auftritt. Außerdem sind die Sicherheitsbestimmungen zum Umgang mit Kryoflüssigkeiten (Schutzbrille!) einzuhalten.

3. Aufgabenstellung und Durchführung:

1. Erzeugung eines treibmittelfreien Feinvakuums:

Die Ionenzerstäuberpumpe IZ 120 kann gestartet werden, wenn ein Vorvakuumdruck $p = 10^{-2}$ mbar erreicht ist. Um vollkommene Treibmittelfreiheit zu gewährleisten, scheidet der Einsatz ölgedichteter mechanischer Pumpen (z.B. konventioneller Drehschieberpumpen) aus. Eine kostengünstige Alternative zu den oftmals verwendeten trockenverdichtenden Pumpen (Klauenpumpen, Scrollpumpen) stellen Adsorptionspumpen (z.B. ASP 25) dar, sofern keine kontinuierlichen Gasströme gepumpt werden müssen. Beim Einsatz mehrerer Adsorptionspumpen ist ein gestaffelter Einsatz zu empfehlen.

Zu Beginn des Versuchs ist mit Hilfe des Geräts THERMOVAC TM 210 S der Druck in der Anlage zu überprüfen. Bei $p < 10^{-2}$ mbar ist das Ventil zum Rezipienten zu schließen. Die Ionenzerstäuberpumpe kann dann gestartet werden (Netzschalter ein, Taster „HV“ ein). Die Anzeige des Totaldrucks in der Anlage kann nunmehr über den Ionenstrom der IZ-Pumpe erfolgen (Taster „mbar“ am Stromversorgungsgerät). Beim Erreichen eines Totaldrucks $p < 10^{-5}$ mbar können das Ionisations-Vakuummeter IM520 bzw. das Massenspektrometer QUADREX 200 eingeschaltet werden (Netzschalter ein, Taste „Emission“ drücken).

2. Messröhrenvergleich:

Zur Bestimmung des Totaldrucks im Rezipienten stehen vier Meßsysteme zur Verfügung:

- 1)+2) Ionisations-Vakuummeter IONIVAC IM520 mit Messröhre nach BAYARD/ALPERT (BAG) bzw. Extraktor-Messröhre (EXTR), Umschalten am Gerät
- 3) Totaldruckanzeige des Massenspektrometers QUADREX 200 und
- 4) Totaldruckanzeige der Ionenzerstäuberpumpe IZ 120.

Die Messwerte dieser Systeme sind in regelmäßigen Abständen (insbesondere bei veränderten Messbedingungen) während des Versuchs zu protokollieren und miteinander zu vergleichen (Tabelle, ca. 5-6 Messwerte pro Gerät). Auftretende Differenzen sind zu diskutieren.

3. Analyse A: Restgasspektrum der Ionenzerstäuberpumpe:

Machen Sie sich mit der Bedienung des Quadrupol-Massenspektrometers QUADREX 200 vertraut (Abschnitt 2 des Handbuchs) bzw. lassen Sie sich die wichtigsten Funktionen vom Betreuer erläutern. Die Emission (Glühkathode) kann gestartet werden, wenn ein Druck $p < 10^{-5}$ mbar vorhanden ist. Der Druck in der Anlage verbessert sich während des Versuches kontinuierlich (Auspumpvorgang).

Im ersten Versuchsteil soll ein repräsentatives Restgasspektrum (**ANALOG**-Modus, (MENU und „1“ drücken) aufgenommen werden. Die auftretenden Massenzahlen und die zugehörigen Stromwerte (Intensitäten bzw. Peakhöhen) sind zuerst in einer Tabelle zu protokollieren. Die nachfolgende qualitative Analyse beinhaltet die Zuordnung der gemessenen Massenpeaks zu den jeweiligen Gasarten. Dabei ist speziell die Bruchstückverteilung/-konzentration einzelner Gase zu beachten (Scheibe am Versuchstisch bzw. Abschnitt 4 des Handbuchs!).

Das aufgenommene Spektrum ist nun quantitativ zu analysieren:

a) Verwendung der Betriebsart **PARTIAL PRESSURE**

Die vom Gerät QUADREX200 angebotene Betriebsart PARTIAL PRESSURE (MENU und „5“ drücken) zeigt eine Tabelle, in der bereits sechs Permanentgase enthalten sind. Diese werden bei jeder Auswertung automatisch mit analysiert. Auf den sechs freien Plätzen können **zusätzliche** Gase, die bei der qualitativen Analyse gefunden wurden, mittels der Hauptmassenzahl eingegeben werden (Cursor zur Ansteuerung nutzen). Anschließend ist in die zweite Spalte der Tabelle der gasartspezifische Kalibrierungsfaktor des jeweiligen Gases einzutragen. Dieser kann dem Handbuch (Abschnitt 4, Tabelle auf der letzten Seite „Factor Chart“) entnommen werden. (Hinweis: Wurde die gemessene Intensität bei einer bestimmten Massenzahl nur anteilig einem speziellen Gas zugeordnet, ist der Kalibrierungsfaktor auch nur anteilig einzutragen). Nachfolgend rechnet der interne Prozessor die Partialdrücke mittels Peakhöhenmethode aus und gibt diese in der dritten Spalte der Tabelle für jede Gasart an.

b) alternativ: Anwendung der Subtraktionsmethode

Im Fall der Subtraktionsmethode erfolgt die Ermittlung der Partialdrücke sequentiell durch eigene Rechnung (sinnvolle Reihenfolge: He, Ar, Ne, H₂O, NH₃, O₂, N₂, CO₂, CO, H₂ usw.). Grundlage ist dabei die Annahme, dass der Peak der jeweils betrachteten Massenzahl nur durch eine Gasart hervorgerufen wird. Dann gilt:

$$p_i = \frac{I_k}{K * C_i * E_i} \quad (1)$$

Dabei sind p_i der Partialdruck der Gaskomponente i (in mbar), I_k die Peakhöhe (in mm) bei der Massenzahl k , K der Kalibrierungsfaktor des Aufzeichnungssystems (in mm/A), C_i die Ionisierungswahrscheinlichkeit und E_i die Empfindlichkeit des Massenspektrometers für die Gaskomponente i (in A/mbar). Die konkret zu verwendenden Werte liegen am Versuchsplatz aus.

Nach Ermittlung des Partialdrucks einer Gaskomponente werden dann entsprechend der Bruchstückhäufigkeit alle von dieser Gasart beeinflussten Massenpeaks korrigiert (Subtraktionsprinzip). Anschließend erfolgt die Analyse für die nächste Gasart, usw. Die Begrenztheit der Subtraktionsmethode zeigt sich daran, dass meist ein nicht genau zuzuordnender Rest des Spektrums übrigbleibt.

Diese Partialdruckwerte sind mit den Angaben, die das Massenspektrometer liefert (Betriebsart **PARTIAL PRESSURE**), zu vergleichen.)

Durch Addition aller Partialdrücke kann mittels des DALTONSchen Gesetzes (Übereinstimmung von Totaldruck und Summe der Partialdrücke bei wechselwirkungsfreien Gasen) im Vergleich mit dem vom Ionisations-Vakuummeter IM520 angezeigten Totaldruck die Richtigkeit der Analyse bzw. der Einstellung des QUADREX 200 überprüft werden.

Abschließend ist die Zusammensetzung des Gasmisches anzugeben (ca. 6...8 hauptsächlich enthaltene Gasarten). Die Partialdrücke der einzelnen Gasarten sind in die Tabelle einzutragen. Da diese Werte aber relativ unübersichtlich sind, wird die Zusammensetzung meist noch in Masse-Prozent umgerechnet. Dies geschieht durch Division jedes einzelnen Partialdrucks durch die Summe der Partialdrücke.

Die ermittelte Zusammensetzung des Restgases ist mit dem charakteristischen Spektrum einer Ionenzerstäuberpumpe zu vergleichen!

4. Analyse B: Zusammensetzung eines permanent eingelassenen Gasgemisches (z.B. Luft):

Die Analyse eines Gasgemisches unbekannter Zusammensetzung im dynamischen Regime (kontinuierlicher Einlass des Testgases in den Rezipienten, das durch die permanent laufende Ionenzerstäuberpumpe bis zu einem stabilen Druck wieder abgepumpt wird; Anwendung bspw. bei der Prozessgasüberwachung) ist die am häufigsten angewendete Analysemethode. Oftmals stellt dabei die Art des Gaseinlasses ein Problem dar, weil konventionelle Dosierventile (Nadelventile) unterschiedliche Leitwerte für verschiedene Gasarten aufweisen, und damit eine Veränderung der Gaszusammensetzung ("Entmischung") auftreten kann. Diese Schwierigkeit lässt sich bspw. durch die Verwendung eines zweistufigen Einlasssystems umgehen (hier aber nicht realisiert).

Der Einlass des Testgases erfolgt an der vorhandenen Apparatur über ein einstufiges UHV-Dosierventil. Vor Beginn des Versuchs ist die Emission des Quadrupol-Massenspektrometers abzuschalten. Anschließend wird durch vorsichtiges Öffnen des Dosierventils (**Achtung:** Totaldruckanzeige am Gerät IM520 ständig beobachten!) ein Druck p_E (Luft) im Rezipienten von etwa 10^{-6} mbar eingestellt. Die Emission ist dann erneut zu starten und das Gasspektrum (Luft) qualitativ unter Verwendung der Betriebsarten **ANALOG** und **PARTIAL PRESSURE** zu untersuchen. Die Analyseschritte entsprechen dabei denen der Aufgabe 3.! Der Gaseinlass ist nach etwa 30 Minuten zu beenden (Anfangs- und Endzeit notieren), indem das UHV-Dosierventil vollständig geschlossen wird (**Achtung:** Drehrichtung beachten!).

Abschließend sollte die experimentell ermittelte Gaszusammensetzung der Luft (Angaben wiederum in Masse-Prozent) mit Literaturangaben verglichen und eine Begründung für auftretenden Differenzen gefunden werden.

5. Untersuchung der Argon-Rückdiffusion:

Eine Spezifik von Ionenzerstäuberpumpen stellt der sog. "Memory-Effekt" für Edelgase dar. Das bedeutet, dass nach dem Pumpen von Edelgasen diese Substanzen lange im Spektrum der Pumpe nachweisbar sind. Durch die Pumpenausführung als Triode wird dieser Effekt stark herabgesetzt, keinesfalls aber vollständig unterbunden.

Indem die Ionenzerstäuberpumpe (Dosierventil geschlossen !) abgeschaltet wird (am Hochspannungsgerät „HV aus“), kann die Rückdiffusion bestimmter Gase untersucht werden. Ein Überblick ist im **ANALOG**-Betrieb möglich. Für das Verfolgen des Partialdrucks einer Gasart im Zeitverlauf ist im Massenspektrometer der **LEAK-CHECK**-Modus vorgesehen. Der Versuch soll insbesondere für die Gase H_2 , He, H_2O , N_2 und Ar durchgeführt werden.

Schätzen Sie ab, wie viel Prozent der Argon-Gasmenge, die während des etwa halbstündigen Pumpprozesses (siehe Aufgabenstellung 4.) in die Pumpe gelangt ist, durch Rückdiffusion nach Abschalten der Pumpe wieder freigesetzt wird.

Das Formelwerk hierzu lautet:

$$Q_{Ar1} = X_{Ar} * S * (p_E - p_0) * t \quad (2)$$

$$Q_{Ar2} = Y_{Ar} * (p_G - p_0) * V_{Rez} \quad (3)$$

In Formel (2), gültig für einen dynamischen Prozess, sind Q_{Ar1} die eingelassene Argon-Gasmenge, X_{Ar} der Anteil von Argon in der atmosphärischen Luft (ca. 1%), p_E der gemittelte Totaldruck während des Gaseinlasses (Aufgabenstellung 4.), S das effektive Saugvermögen der Pumpe (ca. 100 l/s) und t die Einlasszeit (Aufgabenstellung 4.).

In Formel (3), die für den Druckanstieg in einem Rezipienten ohne wirkende Pumpe gültig ist, stehen Q_{Ar2} für die freigesetzte Argon-Gasmenge, Y_{Ar} für den Anteil von Argon im Restgas nach Einstellung des Totaldruck-Gleichgewichts (Totaldruck p_G). p_G kann ca. 30 Minuten nach Abschalten der Ionenzerstäuberpumpe abgeschätzt werden, dazu wird Y_{Ar} durch einfachen Peakhöhenvergleich aus dem Gesamtspektrum (ANALOG-Modus) grob berechnet. Alternativ ist es möglich, für das Produkt $Y_{Ar} \cdot p_G$ den Argon-Partialdruck (Betriebsart **PARTIAL PRESSURE**) einzusetzen.

p_0 ist jeweils der Totaldruck im Ausgangszustand. Das Volumen des Rezipienten beträgt $V_{Rez} = 12,6$ l.

Der Versuch ist so auszuführen, dass nach Abschalten der Pumpe der Anstieg der Argon-Linie verfolgt wird bis das Gleichgewicht in etwa realisiert ist. Gegebenenfalls ist eine Abschätzung nach ca. 30 Minuten vorzunehmen.

Anschließend ist der Rückdiffusionskoeffizient Q_{Ar2}/Q_{Ar1} für Argon abzuschätzen !

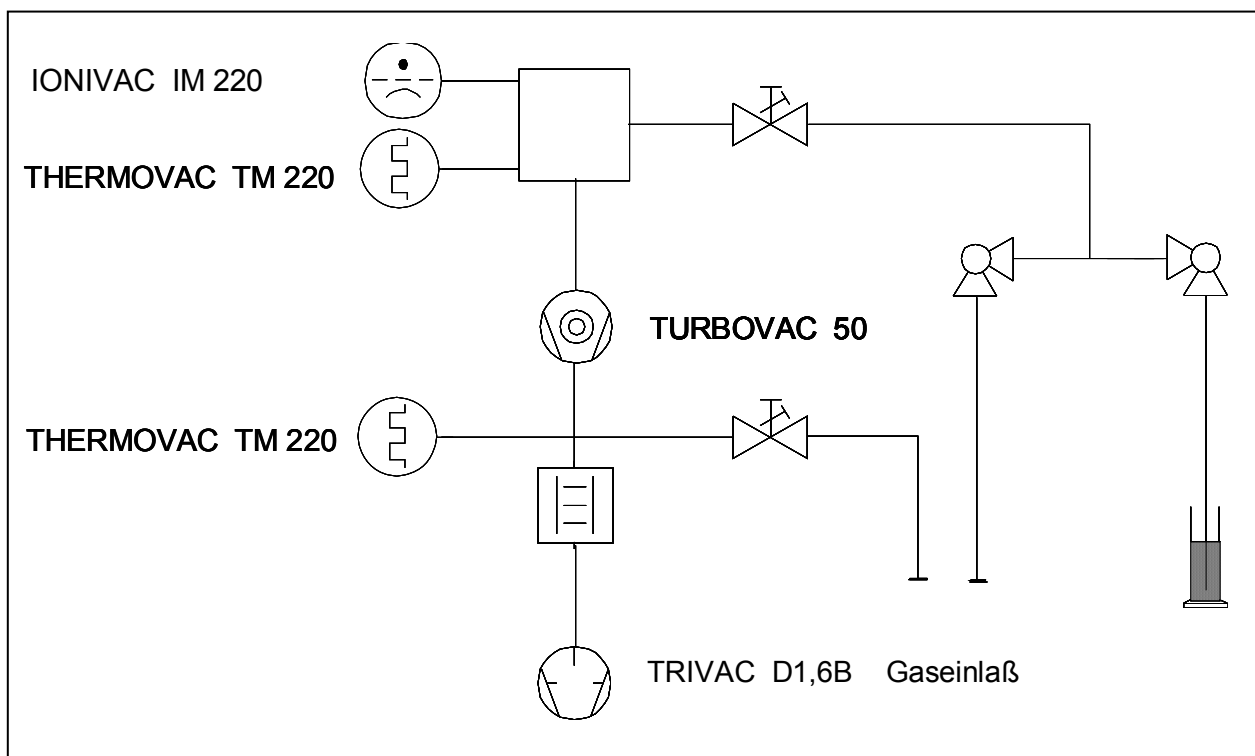
Vergleichen Sie das Rückdiffusionsverhalten mit dem anderer Speicherpumpen (z.B. Kryopumpe). Welche Konsequenzen hat dieses unterschiedliche Verhalten für die konstruktive Gestaltung der Vakuumanlagen sowie für den Regenerierungsprozess der betrachteten Speicherpumpen ?

Versuch 6 : Turbomolekularpumpe

1. Versuchsziel:

- Kennenlernen von Aufbau und Wirkungsweise einer Turbomolekularpumpe
- Bestimmung von Leistungsparametern (Enddruck, Kompressionsverhältnis, Saugvermögen) für verschiedene Gase (Wasserstoff, Helium, Stickstoff, Luft)
- Diskussion der Gasartabhängigkeit verschiedener Totaldruck-Messverfahren

2. Schema der Versuchsanlage :



3. Aufgabenstellung und Durchführung:

In den "Abnahmeregelungen für Turbomolekularpumpen" (DIN 28428) werden folgende Leistungsparameter genannt:

- Saugvermögen
- Enddruck
- Kompressionsverhältnis
- Maximaler Betriebsdruck (wird im Versuch nicht gemessen)
- Hochlaufzeit
- Vibration (wird im Versuch nicht gemessen)

1. Bestimmung der Hochlaufzeit:

Bei kleinen Rezipientenvolumina sollte eine Turbomolekularpumpe gleichzeitig mit der Vorpumpe bei Atmosphärendruck gestartet werden, weil die anlaufende Turbomolekularpumpe die Ölrückströmung in den Rezipienten verhindert.

Die Hochlaufzeit wird näherungsweise mit Hilfe des Steuergerätes bestimmt (Anfangsdruck notieren). Das Pumpsystem wird gestartet (Hauptschalter auf Schalterstellung "2") und die Zeit zwischen Anlaufen der Turbomolekularpumpe (nach Initialisierung des Gerätes Stoppuhr starten, dann Pfeiltaste rechts drücken bis unter „AktTurbospd“ die erreichte Drehzahl N angezeigt wird) und Erreichen ihrer Nennzahl von etwa $N = 1500$ Hz gemessen. Danach ist **unmittelbar** zu Aufgabe 2 überzugehen!

2. Bestimmung des Enddrucks:

Die näherungsweise Bestimmung des Enddrucks p_{H0} der Turbomolekularpumpe erfolgt durch Aufnahmen des Druck-Zeit-Verlaufs im Standard-Rezipienten und Extrapolation für $t \rightarrow \infty$. Nehmen Sie über einen Zeitraum von mindestens 60 min die Druckwerte auf und extrapolieren Sie anschließend. Die Abhängigkeit $p_H(t)$ ist in einem Diagramm darzustellen! Wie ist der Unterschied zu dem in der technischen Dokumentation angegebenen Enddruck zu erklären?

(Es ist sinnvoll, Messröhre und Rezipient vorher zu entgasen.)

3. Messung des Kompressionsverhältnisses:

Das Kompressionsverhältnis k einer Turbomolekularpumpe bringt zum Ausdruck, um welchen Faktor das Gas verdichtet werden kann. Prinzipiell kann dies aus dem Quotienten aus Vorvakuum- und Hochvakuumdruck ermittelt werden:

$$k = \frac{p_V - p_{V0}}{p_H - p_{H0}} \quad (1)$$

Dabei sind p_{H0} der in 2. ermittelte Enddruck der Turbomolekularpumpe und p_{V0} der Vorvakuumdruck bei geschlossenem Dosierventil (Richtwert $p_{V0} \sim 2 \cdot 10^{-3}$ mbar).

Die Abhängigkeit der Kompression vom Vorvakuumdruck $k(p_V)$ soll bestimmt werden. Das Messgas wird bei weiter laufender Vorvakuumpumpe auf der Vorvakuumseite eingelassen (Dosierventil: zuerst grauen Absperrring nach rechts drehend öffnen, dann vorsichtig am schwarzen Dosierring drehen), die Druckwerte auf Vor- und Hochvakuumseite sind nach ca. 1 min. Einlaufzeit zu protokollieren und anschließend auf die jeweilige Gasart umzurechnen (THERMOVAC: Einmesskurve am Messplatz, IONIVAC: relative Ionisierungswahrscheinlichkeit für Wasserstoff $C = 0,48$ und für Helium $C = 0,17$).

Das Kompressionsverhältnis k ist im Bereich $p_V = 10^{-3}$ mbar....10 mbar grafisch darzustellen (doppelt logarithmisches Koordinatenpapier) ! Warum zeigt der Verlauf der Kurve nicht das erwartete Verhalten einer konventionellen Turbomolekularpumpe?

4. Messung des Saugvermögens:

Das Saugvermögen S einer Pumpe ist ein wesentlicher dynamischer Betriebsparameter bei der Berechnung von Vakuumanlagen. Zur Bestimmung des Saugvermögens und speziell dessen Veränderung mit dem Hochvakuumdruck $S(p_H)$ ist

es erforderlich, den in die Pumpe gelangenden Gasstrom (wird am Dosierventil D auf der Hochvakuumseite eingestellt) und den Druck im Rezipienten zu messen.

Achtung: Das Dosierventil auf der Hochvakuumseite reagiert sehr fein, unbedingt Druckanzeige beobachten!

Ein einfaches Verfahren zur Messung kleiner Gasströme ist die Bürettenmethode:

An der Einlassseite des am Rezipienten angebrachten Dosierventils D befindet sich eine Rohrverzweigung, die durch D und den Hahn H2 begrenzt ist. Der weitere Abgang ist mit einer in Volumeneinheiten geteilten Kapillare K (Bürette) (Gesamtvolumen 1 ml) verbunden, die in ein Gefäß G eintaucht. Dieses ist mit einer geeigneten Sperrflüssigkeit gefüllt (niedriger Dampfdruck, z.B. Diffusionspumpenöl). Zu Beginn des Versuches ist H2 geöffnet. Dadurch herrscht in Rohrverzweigung und Kapillare der äußere Luftdruck p_L . Nach Schließen von H2 steigt die Sperrflüssigkeit in K infolge des Gasstroms, der von der Pumpe durch das Dosierventil D abgepumpt wird, langsam an. Die Herleitung des Zusammenhangs zwischen eingestelltem Gasstrom und Steiggeschwindigkeit der Sperrflüssigkeit in den Versuchsunterlagen enthalten. Es gilt:

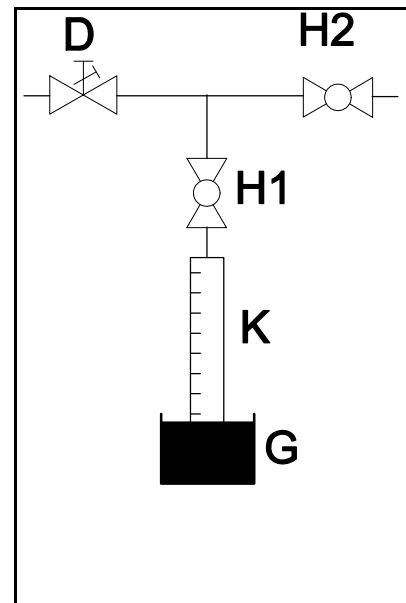
$$\dot{Q} = \frac{\Delta V}{\Delta t} \left(p_L + V_o \rho g \left(\frac{l}{A_{Bü}} + \frac{l}{A_G} \right) \right) \quad (2a)$$

$$\dot{Q} = \frac{\Delta V}{\Delta t} (p_L + 530 \text{ mbar}) \quad (2b)$$

(Die angegebene Formel (2b) ist für die im Versuch verwendete 1 ml-Bürette gültig.)

Damit ist das Saugvermögen:

$$S = \frac{\dot{Q}}{p_H - p_{H0}} \quad (3)$$



Das Messgas wird entsprechend DIN auf der Hochvakuumseite dosiert. Messgrößen sind der jeweils eingestellte Druck p_H auf der Hochvakuumseite (Konstanz während der Messung überprüfen!), der gegebenenfalls gasartspezifisch zu korrigieren ist, sowie Volumendifferenz ΔV und Zeitdauer Δt des Ölanstiegs in der Bürette. Zu Beginn ist der Luftdruck p_L zu bestimmen (Messgerät am Versuchsplatz 1).

Durch Öffnen und Schließen des Glashahnes H2 in der Verbindungsleitung zum Messgas kann das Hochsteigen des Öles unterbrochen bzw. gestartet werden.

Achtung: Das Messprinzip ist dynamisch. Das Hochsteigen des Öles über die Bürette hinaus ist unbedingt zu verhindern (H2 rechtzeitig öffnen)!

Nach Beendigung des Versuches ist das Dosierventil vollständig zu schließen. Es muss gesichert sein, dass im Bürettensystem Luftdruck herrscht (H2 offen).

Das Saugvermögen S ist im Bereich $p_H = 10^{-5} \text{ mbar} \dots 10^{-2} \text{ mbar}$ grafisch darzustellen (halblogarithmisches Koordinatenpapier)!

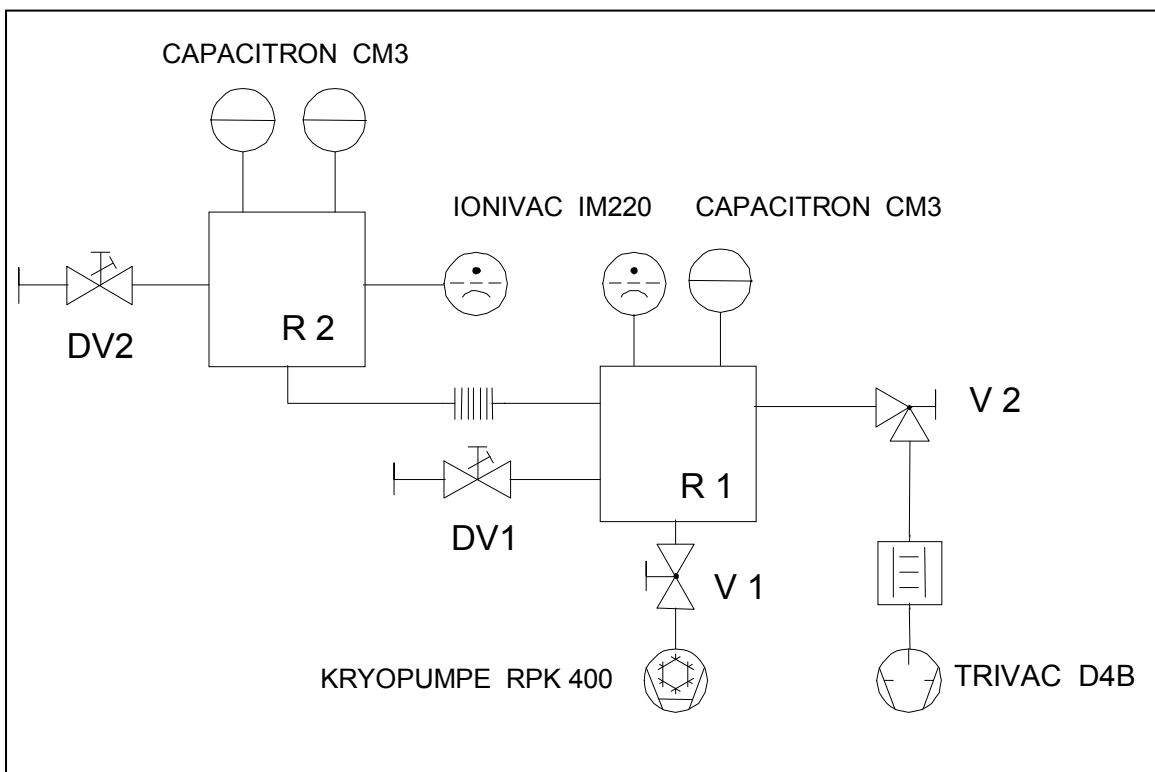
(Während der Messung des Saugvermögens S ist es möglich, das Kompressionsverhältnis k mittelbar zu bestimmen. Voraussetzung dafür ist, dass der Druck auf der Vorpumpe deutlich über dem Enddruck der Vorpumpe liegt. Die Ergebnisse sind mit in die grafische Darstellung des Kompressionsverhältnisses k einzutragen.)

Versuch 7 : Leitwertbestimmung/Kryopumpe

1. Versuchsziel:

- Bestimmung der Leitwerte verschiedener Blenden und eines Verbindungsrohres NW40 im Fein- bzw. Hochvakuum-bereich nach dem Druckdifferenzenverfahren; Vergleich mit theoretischen Berechnungen der Leitwerte
- Kennenlernen der Arbeits- und Wirkungsweise einer Refrigeratorkryopumpe und Bestimmung des effektiven Saugvermögens der Kryopumpe in den beiden Rezipienten R1 und R2.

2. Schema der Versuchsanlage:



3. Aufgabenstellung und Durchführung:

3.1 Einführung

Der Strömungsleitwert $L = W^{-1}$ bzw. der Strömungswiderstand W eines Verbindungselements sind unabhängig von der Art der Strömung wie folgt definiert:

$$I = \dot{Q} = \frac{p_2 - p_1}{W} = L(p_2 - p_1) \quad (1)$$

p_1, p_2 Drücke an den Enden des Verbindungselements; im Rezipienten R_1, R_2

I, \dot{Q} Gasstromstärke

L Strömungsleitwert des Verbindungselements

In Analogie zu elektrischen Stromkreisen gilt für die Parallelschaltung von Strömungsleitwerten

$$L = L_1 + L_2 \quad (2)$$

und für die Reihenschaltung

$$\frac{I}{L} = \frac{I}{L_1} + \frac{I}{L_2} \quad (3)$$

Die Strömungsleitwerte sind nur im Gebiet der Molekularströmung mit KNUDSEN-Zahlen **$Kn > 1$ vom Druck** unabhängig. Dabei ist Kn wie folgt definiert:

$$Kn = \frac{\Lambda}{d} \quad (4)$$

Λ mittlere freie Weglänge des Gases

d charakteristische Länge, z.B. Blenden- bzw. Rohrdurchmesser

Bei $T = 273,15$ K gelten folgende Werte für die mittlere freie Weglänge im Molekularströmungsgebiet für N_2 , H_2 und H_2O -Dampf :

$$\Lambda_{N_2} = \frac{5,9 \cdot 10^{-5}}{p} m \cdot mbar \quad ; \quad \Lambda_{H_2} = \frac{11,5 \cdot 10^{-5}}{p} m \cdot mbar$$
$$\Lambda_{H_2O} = \frac{6,8 \cdot 10^{-5}}{p} m \cdot mbar$$

Aus der Konstanz des Gasstromes zwischen Rezipient und Pumpe ergibt sich für das effektive Saugvermögen S_{eff} im Rezipienten mit dem Saugvermögen S_p der Pumpe und dem Leitwert L zwischen Pumpe und Rezipient :

$$\frac{I}{S_{eff}} = \frac{I}{S_p} + \frac{I}{L} \quad (5)$$

Die Strömungsleitwerte L verringern das Saugvermögen S_p der Pumpe im Rezipienten. Dieses effektive **Saugvermögen S_{eff}** im Rezipienten wird maßgeblich

durch den Leitwert L zwischen Pumpe und Rezipient bestimmt. Der Einfluss von L zeigt sich deutlich in dem Verhältnis von S_{eff}/S_p , das Ausnutzungsgrad einer Vakuumpumpe im Rezipienten genannt wird [aus Gleichung (5)]:

$$\frac{S_{eff}}{S_p} = \frac{L/S_p}{1 + L/S_p} \quad (6)$$

Daraus ist ersichtlich:

Für $L \ll S_p$ ist eine Vergrößerung von S_p ohne Veränderung von L sinnlos, denn aus (6) folgt $S_{eff} \approx L$, d.h. das wirksame Saugvermögen im Rezipienten wird durch den Leitwert L bestimmt.

Darin wird die große Bedeutung einer **richtigen Dimensionierung des Leitwertes eines Verbindungselementes (z.B.: Rohr, Ventil)** zwischen Pumpe und Rezipient **deutlich**.

3.2 Inbetriebnahme der Anlage:

Das Ventil V1 zur Kryopumpe muss geschlossen sein. Anschließend wird die gesamte Anlage mit der Drehschieberpumpe evakuiert.

Hat der Druck im Rezipienten R1 einen Wert $p < 10^{-3}$ mbar erreicht, ist zu unterscheiden:

3.2.1 Kryopumpe noch nicht in Betrieb:

Das Ventil zur Kryopumpe V1 ist zu öffnen und diese ist gleichfalls bis auf einen Druckwert $p_3 < 10^{-3}$ mbar (Anzeige CAPACITRON 3 zeigt $p = 0$ mbar an) zu evakuieren. Anschließend ist das Ventil V1 wieder zu schließen und die Kryopumpe einzuschalten (Kühlwasserkreislauf, dann Kompressor). Während der Abkühlzeit sind die Rezipienten weiter mit der Drehschieberpumpe zu evakuieren.

Hat die Kryopumpe nach ca. 50 Minuten ihre Arbeitstemperatur erreicht (Temperatur beträgt $T_K \approx 12...14$ K), sind das Ventil V2 zur Drehschieberpumpe zu schließen und das Ventil V1 zur Kryopumpe zu öffnen. Die Ionisations-Vakuummeter IONIVAC IM 220 sind in Betrieb zu nehmen und der Druck ist zu beobachten.

3.2.2 Kryopumpe ist bereits in Betrieb:

Das Ventil zur Drehschieberpumpe V2 ist zu schließen und durch Öffnen des Ventils V1 zur Kryopumpe diese an den Rezipienten anzuschließen.

An den Ionisations-Vakuummetern IONIVAC IM 220 wird der Druckverlauf in beiden Rezipienten bis $p_{R1} < 10^{-6}$ mbar verfolgt.

Anschließend ist die natürliche Leckrate \dot{Q}_n der Rezipienten zu bestimmen (Dazu wird die Kryopumpe abgetrennt und der Druckanstieg Δp bis **maximal** $p = 1...5 \cdot 10^{-4}$ mbar in der Zeit Δt gemessen). Es gilt:

$$\dot{Q}_n = \frac{\Delta p}{\Delta t} V_R \quad (7)$$

Dabei ist das Gesamtvolumen der Anlage $V_R = 33,1$ l.

3.3 Bestimmung der Leitwerte von Blenden und dem Verbindungsrohr im Molekularströmungsbereich:

3.3.1 Abschätzung der Knudsenzahl

Für die **zwei Blenden** mit den Lochdurchmessern $d_L = 8$ und 16 mm ist für Stickstoff (d.h. praktisch Luft) nach Gleichung (4) abzuschätzen, bis zu welchem maximalen Druck p bei jeder Blende $Kn > 1$ gilt, und damit noch mit Molekularströmung zu rechnen ist.

3.3.2 Durchführung der Messungen

In den Rezipienten R2 ist durch **vorsichtiges Öffnen** des Dosierventils DV2 eine

Gasstromstärke $I = \dot{Q}$ einzulassen.

Eine mit der Bürettenmethode (siehe Versuch 6) messbare Gasstromstärke I ergibt sich erst, wenn das Dosierventil DV2 ca. 4 Umdrehungen (= 400 Skalenteile am Ventil) aufgedreht wird. Die Herleitung der im Versuch verwendeten Formel (8) für die Bürettenmethode liegt am Versuchsplatz aus. Diese Methode ist auch im Versuch 6 unter Punkt 4 beschrieben.

Die Gasstromstärke I wird für die hier verwendete Anordnung nach folgender Formel berechnet:

$$I = \dot{Q} = \frac{\Delta V}{\Delta t} (p_L + 1600 \text{ mbar}) \quad (8)$$

(ΔV ...Volumenanstieg der Ölsäule in der 1ml-Bürette innerhalb der Zeit Δt , $\Delta V=0.01$ ml zwischen zwei Teilstrichen der Bürette, p_L ... Luftdruck)

Achtung: Der Druck im Rezipienten R2 darf wegen des Glühkathoden-Vakuummeters **nicht über $p = 7 \cdot 10^{-3}$ mbar ansteigen!**

Zu jeder eingestellten Gasstromstärke I wird sich ein dynamisches Druckgleichgewicht einstellen. Die Druckwerte p_1 und p_2 werden gemessen und daraus mit (1) der entsprechende Leitwert L berechnet.

Mögliche Gründe für Abweichungen dieser Leitwerte von den unter 3.3.4 berechneten Leitwerten sollten Sie diskutieren !

Durch vorsichtiges weiteres Öffnen des Ventils DV2 (**maximal bis 450 Skalenteile**) werden weitere 1....2 Messwerte gewonnen.

Die Messungen sind bis maximal $p_2 = 7 \cdot 10^{-3}$ mbar durchzuführen. Danach ist das Dosierventil zu schließen (Umdrehungsstellung "000" realisieren) und der sich einstellende Enddruck zu notieren.

3.3.3 Einbau einer Blende

Zum Einbau einer Blende muss die Kryopumpe abgetrennt werden (Ventil V1 schließen). Die Messröhren der Ionisationsvakuummeter werden ausgeschaltet und der Rezipient wird über das **Dosierventil DV1** belüftet. Anschliessend wird die auszumessende Blende anstelle des Tragringes **zwischen Rezipient R1 und dem Metallschlauch eingebaut**.

Danach sind die Rezipienten mit der angeschlossenen Drehschieberpumpe bis $p < (0,1 \dots 1)$ mbar zu evakuieren, die Drehschieberpumpe ist abzutrennen und die Kryopumpe zuzuschalten.

Anschließend wird das Programm aus Aufgabenstellung 3.3.2 erneut abgearbeitet.

Weshalb darf man die Kryopumpe nicht schon bei wesentlich höheren Druckwerten (z.B. bei 20...100 mbar) zuschalten ?

3.3.4 Berechnung der theoretischen Leitwerte

Die gemessenen Leitwerte L für das Verbindungsrohr und die beiden Blenden sollen mit den theoretischen Leitwerten verglichen werden.

- Für die **Blende** gilt:
$$L_B = \frac{l}{4} A * v \quad (9)$$

(für Luft bei $T = 293$ K gilt: $L_B = 11,6 * A = 9,1 \cdot d^2$ [$l \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}$])

- Für ein "**langes Rohr**" ($l > 30d$) mit Durchmesser d und Länge l gilt:

$$L_R = \frac{\pi}{12} v \frac{d^3}{l} \quad (10)$$

(für Luft bei $T = 293$ K gilt : $L_R = 12,1 \cdot d^3/l$ [$l \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}$])

- Für **kurze Rohre** ($l < 30d$) gilt : $L_K = L_R \psi$.

Der Korrekturfaktor ψ für kurze Rohre ist den Berechnungsunterlagen am Versuchsplatz bzw. dem *Bild 1* unten zu entnehmen.

Achtung: Beim Vergleich der theoretischen Werte der Blenden mit den Messwerten ist die Reihenschaltung der Leitwerte Verbindungsrohr - Blende zu beachten !

3.4. Bestimmung der effektiven Saugvermögen der Refrigeratorkryopumpe in den Rezipienten R1 und R2:

Machen Sie sich mittels der am Versuchsplatz ausliegenden Beschreibung mit der Wirkungsweise und dem prinzipiellen Aufbau der Kryopumpe vertraut und **bestimmen Sie aus den in 3.3.2 gewonnen Messwerten das effektive Saugvermögen der Kryopumpe in den Rezipienten R1 und R2.**

Das Saugvermögen einer Kryopumpe ist im gesamten Molekularströmungsbereich konstant.

Aus den gemessenen Gasstromstärken $I = \dot{Q}$ und den dazugehörigen Druckwerten p_1 während der Einströmung im Rezipient 1 und p_2 im Rezipient 2 soll mit Gleichung (11) das Saugvermögen S_{eff1} der Kryopumpe im Rezipient R1 und mit p_2 das effektive Saugvermögen S_{eff2} der Kryopumpe im Rezipient R2 bestimmt werden. **Der Enddruck p_{end} kann für die Berechnung vernachlässigt werden.**

$$S = \frac{\dot{Q}}{p - p_{end}} \quad (11)$$

$$S_{eff1} = \frac{\dot{Q}}{p_1} \quad (12) \quad ; \quad S_{eff2} = \frac{\dot{Q}}{p_2} \quad (13)$$

Wodurch ist der starke Unterschied der effektiven Saugvermögen in den beiden Rezipienten bedingt?

Wodurch wird der Enddruck der Kryopumpe bestimmt ?

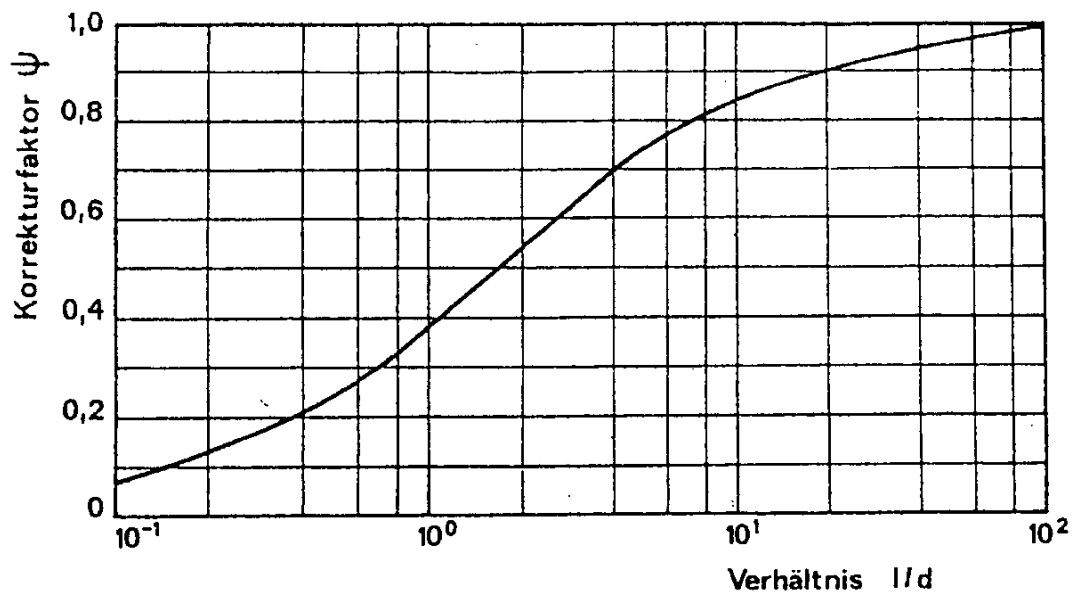


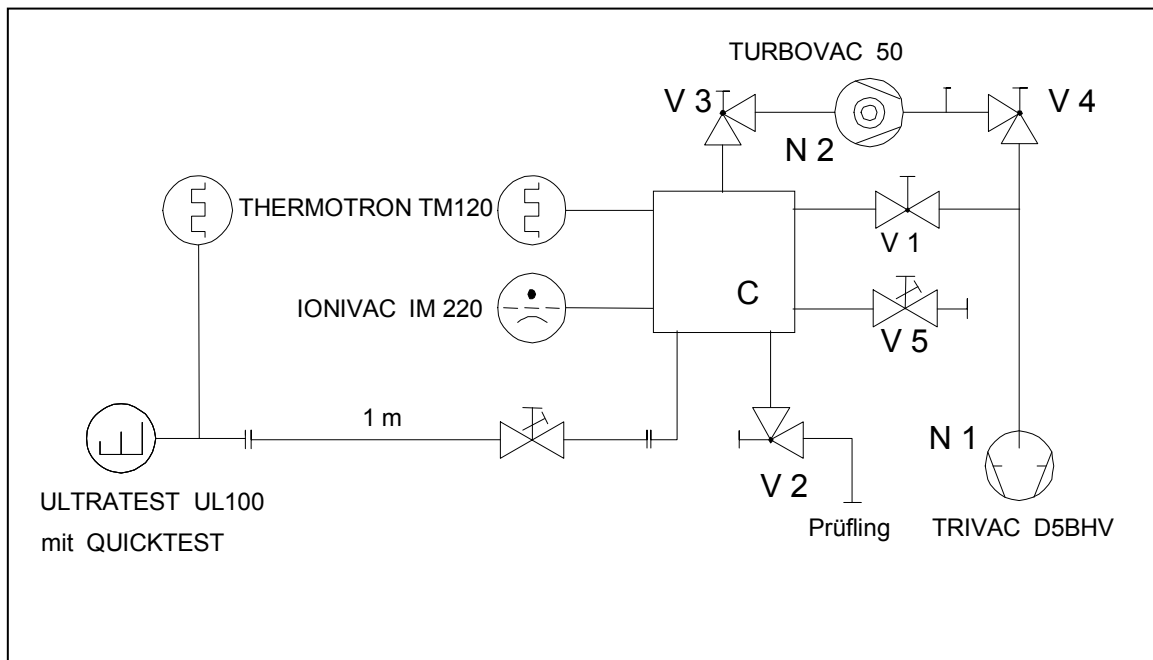
Bild 1 : Korrekturfaktor ψ für kurze Rohre als Funktion von l/d .

Versuch 8 : Leckprüfung

1. Versuchsziel:

- Kennenlernen von Aufbau, Wirkungsweise und Bedienung eines Helium-Lecksuchmassenspektrometers (LMS)
- Einführung in eine sinnvolle Folge von Prüfarbeitsgängen, Kennenlernen verschiedener Arten von Testlecks
- Einflüsse von Prüflingsvolumen und Saugvermögen auf die Anzeige eines LMS
- Praktische Arbeiten (Leckortung und Leckratenbestimmung an ausgewählten Prüflingen)

2. Schema der Versuchsanlage:



3. Aufgabenstellung und Durchführung:

1. Einführende Bemerkungen:

Die Versuche werden mit einem Helium-Lecksuchmassenspektrometer (LMS) ULTRATEST UL100 durchgeführt. Informationen zum Aufbau des Geräts, zur Lage und Funktion der Bedienelemente und zur Bedienung sind einer Kurzfassung der Bedienungsanleitung zu entnehmen. Diese liegt am Versuchsplatz aus. Das Gerät arbeitet durch die vorhandene mikroelektronische Steuerung nahezu vollautomatisch. Die Bedienung des Gerätes erfolgt nur über die Tasten der entsprechenden Bedieneinheit (**START**- und der **STOP/VENT**). Veränderungen der Geräteparameter und der internen Schalter durch die Praktikanten sind nicht zulässig.

Der Behälter C soll grundsätzlich über das Ventil V5 mit vorgeschalteter Trockenpatrone geflutet werden (Warum?). Zur Zeitersparnis kann der geflutete Behälter C mit N1 als Zusatzpumpe evakuiert werden.

Prüflecks sind vakuumtechnische Bauelemente mit einer bekannten Leckrate. Im LMS selbst ist ein Helium-Diffusionsleck fest installiert. Mit seiner Hilfe wurde das LMS so eingestellt, dass die Ausgangsgröße direkt Gasstromeinheiten ($\text{mbar}\cdot\text{l/s}$) angibt. Am Versuchsplatz stehen weitere Diffusionslecks zur Verfügung. Ein anderer Testlecktyp sind Porenlecks.

Während des Versuchs ist die Leckrate eines vorgegebenen Prüflecks zu messen. Dieses Prüfleck kann dann als Konstant-Gasstromquelle verwendet werden.

2. Allgemeine Aufgaben:

Das Gerät ULTRATEST UL100 ist ein LMS nach dem Gegenstromprinzip. An Hand der vakuumtechnischen Konstruktion (Vakuumschema nach Aufklappen der Seitenwand des Gerätes erkennbar) sind die Spezifik dieses Verfahrens sowie Vor- und Nachteile erkennbar.

Fertigen Sie ein Vakuumschema des LMS im Protokollheft an !

Überprüfen Sie, ob die Anschlussflansche geschlossen sind und schalten Sie dann die Netzspannung ein. Beobachten Sie während des Hochlaufs die Anzeigen der Bedieneinheit und die Meldungen auf dem Service-Feld. Probieren Sie die Wirkung der **START**- und der **STOP/VENT**-Taste. Messen Sie den Null-Anzeigewert A_0 (Untergrund-Anzeige). Wodurch entsteht der Null-Anzeigewert? Wie muss er bei weiteren Messungen berücksichtigt werden?

Schließen Sie ein (vom Betreuer bereitgestelltes) Prüfleck (TL) direkt an das LMS an und messen Sie die Leckrate A_{TL} . Vergleichen Sie Ihr Ergebnis mit den Herstellerangaben.

3. Untersuchung zum Einfluss verschiedener Leitungslängen:

Schließen Sie das Prüfleck TL über Leitungen verschiedener Länge (Metallschläuche KF16: $l = 0.25 \text{ m}$, 0.5 m , 1.0 m sowie Kupferrohr $l = 3.0 \text{ m}$) an das LMS an. Es ist zu beachten, dass zum Wechseln der Leitungen der Lecksucher vom Testleck abgetrennt und der Anschlussstutzen belüftet werden muss (Taste **VENT**, ca. 2...3 s betätigen).

Nach dem Umbau kann das Testleck wieder mit dem Lecksucher verbunden werden (Taste **START**). Beobachten Sie nach dem Beginn des Messvorgangs den zeitlichen Verlauf der angezeigten Leckrate A und tragen Sie den Gleichgewichtswert A_G des LMS nach Erreichen der Sättigung sowie die Zeitdauer t_G bis zum Erreichen dieses Wertes (Stoppuhr) zusammen mit den Leitungslängen in eine Tabelle ein. Wie sind die Ergebnisse zu erklären?

4. Untersuchungen zur Gasstromteilung:

Schließen Sie das LMS und das Prüfleck (an Ventil V2) an den Behälter C gemäß Vakuumschema an. Dazu ist der Behälter C ggf. über das angeschlossene Belüftungsventil bis Atmosphärendruck zu füllen. Evakuieren Sie danach den Behälter

C (LMS in Stellung **STBY**) und die Prüflleckverbindung (V1 und V2 sind offen) wieder mit der Pumpe N1 bis zum Enddruck. Schalten Sie das LMS zu (**MEAS**) und lesen Sie im stationären Zustand den Anzeigewert A des LMS ab. Vergleichen Sie das Ergebnis mit dem aus Aufgabenstellung 2. Berechnen Sie das Verhältnis der Saugvermögen der Pumpe im LMS und der Pumpe N1 !

5. Messungen zum Zeitverhalten:

1. Schließen Sie das Ventil V1 und schreiben Sie den Anzeigewert A(t) in Abhängigkeit von der Zeit t in einer Tabelle auf (Zeitmessung mittels Stoppuhr, ca. 10 min). Versuchen Sie, die Ergebnisse grafisch darzustellen (A linear, t linear)! Welcher mathematische Zusammenhang wird deutlich ?
2. Schließen Sie das Ventil V2 und nehmen Sie wieder den Anzeigewert A(t) in Abhängigkeit von der Zeit auf (mindestens 10 min). Tragen Sie das Ergebnis in ein Diagramm ein (A logarithmisch, t linear). Diskutieren Sie die Ergebnisse !

6. Messungen zum günstigsten Anschluss des LMS:

Überprüfen Sie in Analogie zu 4. den Ausschlag am LMS, wenn das Prüflleck an V2 angeschlossen ist und die Tubomolekularpumpe N2 (TMP) den Behälter C evakuiert. Schließen Sie anschließend das LMS in den Vorvakuumkreis der TMP an, nehmen Sie die Turbomolekularpumpe N2 erneut in Betrieb und stellen Sie fest, wie groß der durch das Prüflleck verursachte Ausschlag jetzt ist. Wie sind die beiden Ergebnisse zu interpretieren?

7. Bestimmung des Heliumanteils in der Luft:

Stellen Sie nun wieder den Ausgangszustand der Anlage her (d.h. Demontage der Verbindung von LMS und Behälter C). Alle nachfolgenden Aufgaben werden direkt am LMS durchgeführt.

Schließen Sie nun ein bereitgestelltes Kalibrierleck für Luft an das LMS an, starten Sie das Gerät und nehmen Sie den Anzeigewert A_{He} auf. Aus dem Verhältnis dieses Wertes zur Gasstromangabe am Kalibrierleck kann der Heliumanteil in der Luft näherungsweise ermittelt werden. Wie wird diese Messung durch die Gasartabhängigkeit des Leitwerts von Blenden o.ä. beeinflusst ?

8. Praktische Arbeiten:

- Eine Aussage über das Vorhandensein von Lecks sowie über die Leckrate eines Prüflings (Testrezipient) ist nach dem sog. "Haubentest" (integrale Lecksuche) möglich, dabei wird der Prüfling in eine gasdichte Folie verpackt, in die das Testgas (^4He) eingeleitet wird.
- Die Lokalisierung von Lecks kann anschließend durch Absprühen des Prüflings mit dem Testgas vorgenommen werden. Dabei ist zu beachten, dass der Sprühtest am Prüfling von oben nach unten vorgenommen wird (Warum ?). Führen Sie praktische Versuche an verschiedenen Testrezipienten und Bauteilen durch!
- Welche Leckraten können mit dem LMS ULTRATEST UL100 erfasst werden? Welche Möglichkeiten gibt es, auch Groblecks zu finden ?