

V70 Vakuumversuch

Version, Oktober 2022

Ziel des Versuchs

Im Rahmen dieses Versuchs sollen die Grundlagen der Vakuumphysik und der Umgang mit Komponenten der Vakuumtechnik erlernt werden. Dazu sind folgende Aufgaben durchzuführen:

1. Aufbau eines Pumpstandes zur Bestimmung der Evakuierungskurve (Druck p als Funktion der Zeit t) einer Drehschieberpumpe sowie für eine Turbomolekularpumpe (kurz Turbopumpe).
2. Bestimmung des effektiven Saugvermögens beider Pumpentypen:
 - a.) anhand der Evakuierungskurven und vergleichsweise
 - b.) mit Hilfe von Leckratenmessungen, ebenfalls Druck als Funktion der Zeit.
3. Darstellung des effektiven Saugvermögens in Abhängigkeit des Drucks.

Literatur

Fundierte Informationen finden Sie in:

1. C. Edelmann, "Vakuumphysik: Grundlagen, Vakuumerzeugung und -messung, Anwendungen", Spektrum Verlag, 1997 (ältere Ausgabe in der Bibliothek der TU Dortmund entleihbar)
2. M. Wutz, H. Adam, W. Walcher, "Theorie und Praxis der Vakuumtechnik", Vieweg, 1992 (in der Bibliothek der TU Dortmund entleihbar)
3. Verschiedene Artikel in CERN Accelerator School: Vacuum in Accelerators, 2006
<http://cds.cern.ch/record/923393/files/CERN-2007-003.pdf?version=1>
4. Internet: Wikipedia und z.B. Webseite der Firma Pfeiffer Vacuum GmbH
<http://www.pfeiffer-vacuum.de/know-how/container.action>
5. Diese Anleitung und Zusatzinformationen zum Versuch unter "Aktuelle Veranstaltungen" in
<http://www.delta.tu-dortmund.de/cms/de/Studium/index.html>

Geben Sie bitte in ihrem Protokoll **alle** verwendeten Quellen an!

Vorbereitungen

Machen Sie sich anhand von Internet- und Literaturrecherchen über folgende Stichworte kundig:

- Definition des Vakuums
- Ideales Gas, Boyle-Mariottesches Gesetz, Zustandsgleichung für ideale Gase und erwarteter Zusammenhang zwischen Druck und Zeit für Evakuierungskurve und Leckratenmessung
- Druck, Partialdruck, Druckeinheiten, Druckbereiche, Teilchenzahldichte, Teilchengeschwindigkeit, mittlere freie Weglänge
- Laminare Strömung, molekulare Strömung, Leitwert
- Gasstrom, Saugleistung, Saugvermögen und effektives Saugvermögen einer Vakuumpumpe, Leitwert eines Rohres
- Adsorption, Absorption, Desorption, Diffusion, "virtuelle" Lecks
- Methoden der Vakuumerzeugung und Messung

Machen Sie sich die Funktionsweise von unterschiedlichen Pumpentypen (insbesondere der Drehschieber- und Turbomolekularpumpe) sowie diversen Vakuummessgeräten wie z.B. Piezo- bzw. Wärmeleitungs-Vakuummeter (Piezo- / Pirani-Sensor) und Ionisations-Vakuummeter (Kaltkathode, Glühkathode) klar. Beachten Sie dabei, für welche Druckbereiche Pumpen und Messgeräte sinnvoll einsetzbar sind und welche Vor- bzw. Nachteile die unterschiedlichen Pumpen bzw. Messgeräte besitzen.

Versuchsdurchführung (Vorbereitungen)

- Machen Sie sich mit den zum Versuch gehörenden Geräten und Komponenten vertraut. Dazu gehören: Pumpen, Messgeräte, Pumpkammern, Rohrstücke (Kreuz-, T-Stücke), Schläuche, ISO-Kleinflansch-Verbindungen (Dichtungen, Zentrierringe, Spannringe), Kugel-, Nadel- und Eckventile, usw.
- **Optional:** Bauen Sie mit den vorhandenen Vakuumkomponenten die in Abb. 1 dargestellte Versuchsanordnung auf, d.h. einen Rezipienten mit allen notwendigen Pumpen, Ventilen, Rohrstücken, Dichtungen, Messanschlüssen, usw. Setzen Sie die 9V-Blockbatterie in das rote TPG202 Messgerät ein (auf die richtige Polung achten!).
- Prüfen Sie ihren Aufbau mit der Drehschieberpumpe auf Dichtigkeit. Mit der Vorvakuumpumpe sollte sich nach einigen (max. 10) Minuten ein **Enddruck p_E im Bereich von 0,02 mbar bis 0,04 mbar** (Anzeige am roten TPG202 Kombi-Messgerät mit kombiniertem Piezo-/Pirani-Sensor) einstellen. Schreiben Sie den erreichten **Enddruck p_E** für die **Drehschieberpumpe** auf! Ist der Aufbau nicht dicht, suchen Sie mit geeigneten Maßnahmen (Blindflanschen, Ventile schließen, Umbaumaßnahmen, usw.) nach möglichen undichten Stellen. Vor der ersten Messung sollte der Rezipient zusätzlich einmal für einige Minuten (z. B. während des Kolloquiums) mit der Turbopumpe evakuiert und bei Bedarf mit einem Heißluftfön erwärmt werden, um z. B. Wasseranlagerungen von der Innenoberfläche des Rezipienten zu entfernen und somit die Desorptionsrate zu verringern. Gleichzeitig kann damit die Dichtigkeit des Pumpstandes auch für den Betrieb mit der Turbopumpe überprüft werden. Wenn ein Enddruck im Bereich **$2 \cdot 10^{-5}$ mbar bis $8 \cdot 10^{-5}$ mbar** erreicht wird (Anzeige am TPG 361, Pfeiffer Vacuum „SingleGauge“) gilt der Aufbau als dicht. Schreiben Sie den **Enddruck p_E** für die **Turbopumpe** ebenfalls auf! Der **Enddruck p_E** kann sich im Laufe der Messungen verschieben, daher sollte er am Ende der Messung der Evakuierungskurve durch warten von einigen Minuten noch einmal notiert werden.

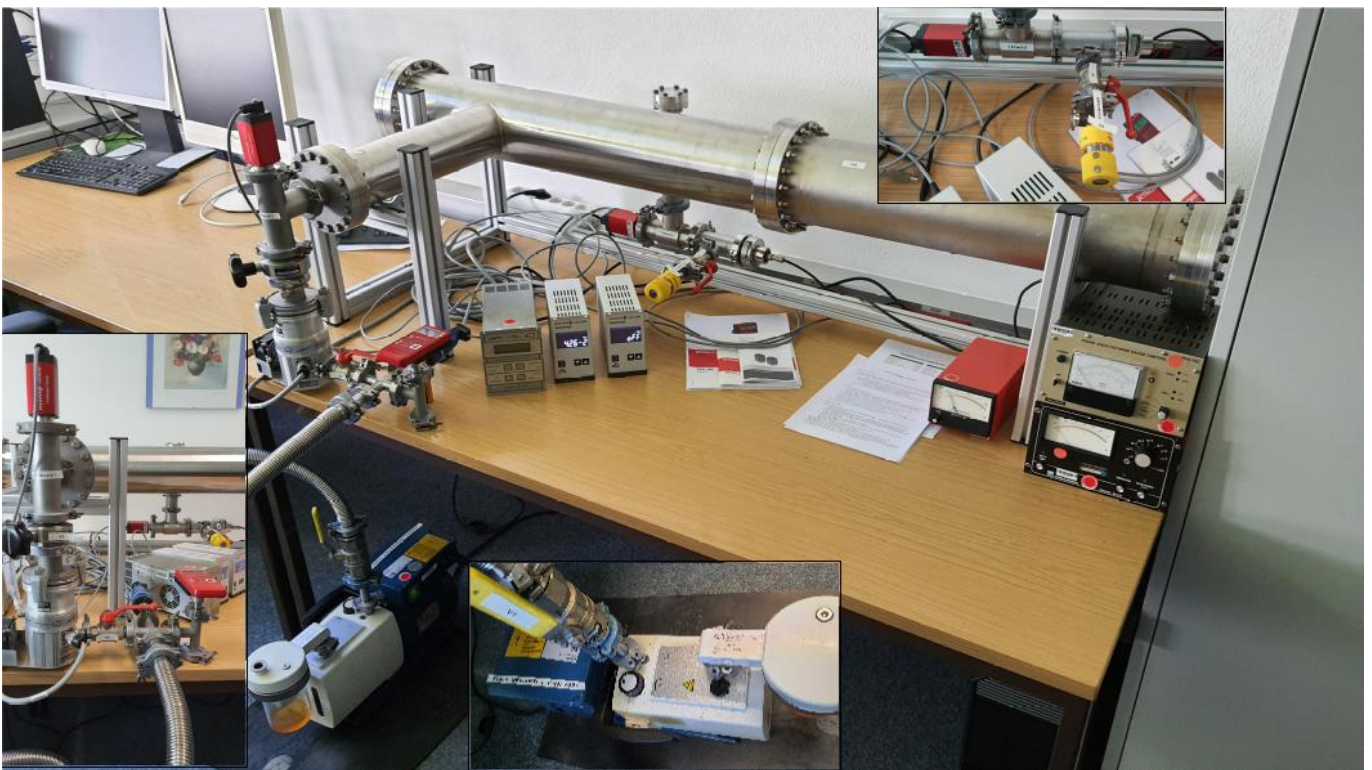


Abb. 1: Aufbau des Vakuumversuchs (Beispiel mit großem Tank).

(I) Messungen zur Drehschieberpumpe:

- Ist der Pumpstand ausreichend dicht, können Sie die **Evakuierungskurve der Drehschieberpumpe** aufnehmen. Dazu öffnen Sie das gelbe Dosierventil V5 und belüften den Rezipienten mit dem davorgeschalteten Belüftungsventil V4 bei laufender Drehschieberpumpe kurz (ca. 10 s). Startwert p_0 bei $t = 0$ ist der Normaldruck von ca. 1000 mbar. Sobald Sie das Belüftungsventil wieder schließen, messen Sie den **Druckabfall** (am **roten digitalen TPG202 Piezo-/Pirani-Kombi-Messgerät**) als Funktion der Zeit mit der Stoppuhr bzw. mit dem Smartphone (typisches Messintervall: alle 10 s, typische Messzeit: 600 s). Je nach Dichtigkeit des Rezipienten sollte in dieser Zeit ein Enddruck p_E zwischen 0,04 und 0,06 mbar erreicht werden. Führen Sie diese Messung **1-mal** durch. Fehlerbetrachtungen nicht vergessen: Wie genau können Sie den Druck und die Zeit messen? Beachten Sie später bei der Auswertung, dass das Saugvermögen S druckabhängig ist. Die Herleitung für den exponentiellen Druckabfall mit der Zeit gilt nur für $S(p) = \text{konst.}$ Es ist zu erkennen, dass sich die Geradensteigung des logarithmischen Ausdrucks

$$\ln[(p(t)-p_E)/(p_0-p_E)]$$

abschnittsweise ändert. Suchen Sie nach typisch 2 bis 3 Abschnitten mit annähernd linearem Verhalten und berechnen Sie für jeden Abschnitt eine Ausgleichsgerade mittels linearer Regressionen.

- Das Saugvermögen S einer Pumpe kann auch mit Hilfe der **Leckratenmessung** bestimmt werden. Dazu stellen Sie bei laufender Drehschieberpumpe mit Hilfe des gelben Dosierventils V5 einen konstanten Gleichgewichtsdruck p_g im Rezipienten ein (**4 Messungen bei z.B. $p_g = 0,5; 10; 50$ und 100 mbar**) und "schiebern" anschließend die Vorpumpe mit V1 ab. Dann nehmen Sie den **Druckanstieg** (am **roten digitalen TPG202 Piezo-/Pirani-Kombi-Messgerät**) als Funktion der Zeit auf (typisches Messintervall: alle 10 s, typische Messzeit: bei 0,5; 10; 50 mbar etwa 200 s). Führen Sie die Messung bei $p_g = 0,5$ mbar **3-mal** durch und bilden Sie den Mittelwert. **Sie sollten sehen, dass der statistische Fehler klein ist gegenüber dem systematischen Fehler.** Daher genügt es bei den anderen Gleichgewichtsdrücken nur **1-mal** zu messen. Es sollte sich ein linearer Druckanstieg ergeben. Stellen Sie in der Auswertung ebenfalls das Saugvermögen S als Funktion des Gleichgewichtsdrucks p_g dar. Tragen Sie in dieser Darstellung zum Vergleich auch die Ergebnisse aus den Evakuierungs-messungen zu den passenden Druckbereichen ein.
- Schätzen Sie für die spätere Auswertung die Fehler ihrer Messgrößen ab (siehe unten „Weitere Hinweise und Informationen“).

(II) Messungen zur Turbomolekularpumpe:

- Führen Sie die unter (I) beschriebenen Messungen mit der Turbopumpe durch. Öffnen Sie das schwarze Handventil V3 oberhalb der Turbopumpe. Bevor Sie die Turbopumpe einschalten ("Start" auf dem Steuergerät drücken), sollte das mit der Drehschieberpumpe erzeugte Vorvakuum besser als 0,1 mbar sein. Die Turbopumpe erhöht die Drehzahl langsam aber hörbar bis 1350 Hz (siehe Anzeige an der Steuereinheit). Erst jetzt sollten Sie die Pirani-/Kaltkathoden-Kombivakuummeter einschalten und den Druck messen. Läuft die Turbopumpe einige Zeit (15 bis 30 Minuten, z. B. während der Mittagspause), sollte der Druck wieder unter **ca. $5 \cdot 10^{-5}$ mbar** abfallen. Schreiben Sie den **Enddruck p_E** für die **Turbopumpe** auf (siehe oben).
- Nun können Sie die **Evakuierungskurve $p(t)$ der Turbopumpe** aufnehmen. Dazu belüften Sie den Rezipienten bei laufender Turbopumpe und geöffnetem Handventil (V3 direkt über der Turbopumpe) vorsichtig über das gelbe Dosierventil bis zum Vorvakuum (**$5 \cdot 10^{-3}$ mbar**). Jetzt schließen Sie das Nadelventil und Kugelventil möglichst schnell und starten gleichzeitig die Stoppuhr. Mit der Messung der $p(t)$ -Kurve beginnen Sie nach wenigen Sekunden. Führen Sie die Messung für die Mittelwertbildung mindestens **3-mal** durch (Messzeit: 120 s, **1 Wert je 5 s**).

Auch hier sollten Sie sehen, dass der statistische Fehler klein ist gegenüber dem systematischen Fehler.

- Die Bestimmung des Saugvermögens der Turbopumpe anhand der **Leckratenmessung** läuft analog zur Messung mit der Drehschieberpumpe. Sie stellen bei geöffnetem Ventil V3 zur Turbopumpe mit dem Dosierventil einen Gleichgewichtsdruck p_g (d.h. eine definierte Leckrate) ein und messen zeitgleich mit dem Schließen des Handventils V3 oberhalb der Turbopumpe die Druckerhöhung als Funktion der Zeit. Führen Sie diese Messung bei **mindestens 4 Leckraten** (z.B. $p_g = 5 \cdot 10^{-5}$; $7 \cdot 10^{-5}$; $1 \cdot 10^{-4}$; $2 \cdot 10^{-4}$ mbar) jeweils **1-mal** durch (Messzeit jeweils ca. 120 s). Notieren Sie die sich einstellende Druckdifferenz zwischen den beiden PKR 360 Messgeräten.
- Entnehmen Sie aus dem Betriebsheft bzw. dem Aufkleber auf der Pumpe das von den Herstellern angegebene "theoretische" Saugvermögen (siehe Hinweise unten). Unter welchen Bedingungen werden diese Werte erreicht?
- **Optional: Bauen Sie ein Testrohr mit kleinerem Querschnitt zwischen den beiden PKR 360 ein. Geeignet für den Einbau ist der Übergang zu dem großen Vakuumrohr oberhalb der Turbopumpe. Notieren Sie die sich einstellende Druckdifferenz zwischen den beiden PKR 360 Messgeräten. Messen Sie für einen der Gleichgewichtsdrücke auch den Druckanstieg (Leckratenmessung) und ermitteln daraus das effektive Saugvermögen mit beiden PKR 360. Versuchen Sie die Beobachtung zu erklären.**

(III) Volumenbestimmung (optional):

- Nachdem die oben genannten Messungen abgeschlossen sind, müssen Sie noch das evakuierte Gesamtvolumen des Rezipienten und aller beteiligten Komponenten bestimmen. Eine Liste bekannter Volumina liegt aus und kann verwendet werden. Für sonstige Komponenten messen Sie mit Lineal, Maßband und einer Schieblehre jeweils deren Innendurchmesser und Länge. Bei der Volumenberechnung können Sie von einer Zylindersymmetrie ausgehen.
Beachten Sie, dass das Gesamtvolumen jeweils ab dem Ansaugstutzen bzw. Abschieberventil der jeweiligen Pumpe berechnet werden muss und daher für die verschiedenen Messungen nicht identisch sein kann. Schätzen Sie auch hier den Fehler der Volumenbestimmung für die spätere Auswertung ab (Fehlerfortpflanzung beachten).

Hinweise zum Protokoll und der Auswertung

- Beschreiben Sie in Ihrem Protokoll die oben genannten Versuchsziele und theoretischen Grundlagen kurz und knapp (Bilder sagen oft mehr als tausend Worte). Nennen Sie auch Anwendungsfelder der Vakuumphysik bzw. Vakuumtechnik. Geben Sie dabei alle Quellen an und kennzeichnen Sie ggf. wörtliche Zitate deutlich.
- **Vakuumerzeugung:**
Gehen Sie auf die verschiedenen Pumpentypen und Kategorien (Transport-, kinetische und Speicher-Pumpen) ein und beschreiben Sie die Funktionsweise der verwendeten Pumpen: Drehschieber- und Turbopumpe. Welche Druckbereiche werden von welchen Pumpen abgedeckt?
- **Vakuummessung:**
Beschreiben Sie die unterschiedlichen Messverfahren der im Versuch eingesetzten Vakuummeter: Piezo-, Pirani-Vakuummeter sowie die Kalt-, und Glühkathoden-Ionisations-Vakuummeter (Bayard-Alpert-Glühkathode). Welche Messbereiche werden abgedeckt?
- Beschreiben Sie Ihren Versuchsaufbau mit beschrifteten Skizzen (verwenden Sie möglichst die DIN 28401-Symbole der Vakuumtechnik, siehe [Zusatzinformationen](#)) und mindestens einem Foto Ihres Messaufbaus.
 - Welche Geräte wurden eingesetzt? (Handbücher liegen aus)
 - Wie wurde das Fein- und Hochvakuum hergestellt?

- Welche Probleme sind aufgetreten? (Ursachen, mögliche Fehlerquellen)
- Beschreiben Sie den Ablauf der Versuchsdurchführung.
 - Wie wurde was gemessen?
 - Mögliche Fehler erörtern (Genauigkeit der Messgeräte siehe Handbücher bzw. Hinweise unten oder Internet-Recherche, weitere Fehlerbetrachtungen).
- Auswertung:
 - Messreihen auflisten (Evakuierungskurven, Leckratenmessungen, Volumenbestimmung bitte nachvollziehbar dokumentieren).
Originalmitschriften bitte eingescannt an das Protokoll anfügen!
 - Fehlerrechnung / Fehlerfortpflanzung bitte mit Herleitung der hierbei verwendeten Gleichungen.
 - Tabellarische Darstellung aller Messgrößen und Ergebnisse **mit Fehlerangaben**:
 - Evakuierungskurven: Angabe aller Druckwerte (inkl. Startdruck p_0 und Enddruck p_E) mit zugehörigen Zeiten, Angabe der Werte von $\ln[(p(t)-p_E)/(p_0-p_E)]$, Parameter der Ausgleichsgeraden. Da das Saugvermögen $S(p)$ nicht konstant ist, sind mehrere Ausgleichsgeraden erforderlich (siehe Anmerkungen oben).
 - Leckratenmessungen: Angabe aller Druckwerte (inkl. Gleichgewichtsdruck p_g) mit zugehörigen Zeiten, Parameter der Ausgleichsgeraden.
 - Grafische Darstellung aller Messungen **mit Fehlerbalken** und den mittels linearer Regression angepassten Geraden. Die bei jeder Messaufgabe zu einem Druckwert gemessenen Zeiten werden gemittelt, sodass aus den wiederholten Messungen ein Graph des Druckverlaufs als Funktion der gemittelten Zeiten entsteht.
 - Als Endergebnis soll für beide Pumpen das effektive Saugvermögen als Funktion des Drucks aus den jeweiligen Evakuierungs- und Leckratenmessungen tabellarisch und graphisch (ein Graph pro Pumpe) mit Fehlerangaben zusammengefasst werden.
- Diskussion der Ergebnisse:
 - Zusammenfassung der Endergebnisse
 - Vergleich mit den Herstellerangaben
 - Mögliche Unterschiede erklären (Desorption, Leitwert, S_{eff} , o.ä.), Fehlerquellen diskutieren
 - Verbesserungsvorschläge

Weitere Hinweise und Informationen

- Das Deckblatt bitte mit Versuchsnamen, Durchführungs- und Abgabedatum, Namen der Praktikumssteilnehmer/innen sowie Abgabedatum der Version des Protokolls versehen.
- Erstellen Sie Bilder vom Aufbau und übernehmen Sie dann nur aussagekräftige und beschriftete Abbildungen in das Protokoll.
- Verwenden Sie bei der Auswertung nur die signifikanten Stellen und rechnen Sie die Werte in sinnvolle Einheiten um.
- Zwischen Maßzahl und Einheit steht immer ein Leerzeichen, lassen Sie vor und nach dem Gleichheitszeichen immer eine Lücke.
- Symbole in Formeln und im Text immer kursiv (z.B. Druck p oder Zeit t).

Volumina des Pumpstandes (großer langer Tank):

- Drehschieberpumpenmessungen: 34 Liter +/-10%
- Turbopumpenmessungen: 33 Liter +/-10%

Pumpen:

- Drehschieberpumpe der Firma ILMVAC Typ 300883/AKD16; Herstellerangabe für das Saugvermögen: 4,6-5,5 m³/h; Enddruck: 2*10⁻³ mbar

- Turbo SST81 der Firma ILMVAC bei 1350 Hz betrieben; Herstellerangabe für das Saugvermögen: 77 Liter/s

Messgeräte:

- PKR 360, Pfeiffer Vacuum, kombinierter Pirani/Kaltkathode-Sensor (2 x rote Messgeräte verbaut am Rezipienten) ausgelesen mit 2 x Anzeigegeräte TPG 361, Pfeiffer Vacuum („SingleGauge“):
Messbereich: $1 \cdot 10^{-9} \dots 1000$ hPa
Messgenauigkeit (N₂): $1 \cdot 10^{-8} \dots 100$ hPa: 30 % des Messwertes
 $100 \dots 1000$ hPa: 50 % des Messwertes
- TPG202, Pfeiffer Vacuum, kombinierter Piezo/Pirani-Sensor:
Messbereich: $1200 \dots 5 \cdot 10^{-4}$ hPa
Genauigkeit: 1200-10 hPa: 0,3 % vom Vollausschlag
 $10-2 \cdot 10^{-3}$ hPa: 10 %
 $\leq 2 \cdot 10^{-3}$ hPa : < Faktor 2 vom Messwert