V70 Vakuumversuch

Version, Dezember 2024

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, TP)
- 2. Bestimmung des effektiven Saugvermögens S_{eff} beider Pumpentypen:
 - a.) anhand der Evakuierungskurven und vergleichsweise
 - b.) mit Hilfe von Leckratenmessungen, ebenfalls Druck p als Funktion der Zeit t
- 3. Darstellung des effektiven Saugvermögens in Abhängigkeit des Drucks
- 4. Einbau einer Engstelle zwischen den Vakuummesssonden und Vergleich der effektiven Saugvermögen

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)
- 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. Webseiten der Firmen Pfeiffer Vacuum GmbH oder Leybold GmbH: https://www.pfeiffer-vacuum.com/global/de oder https://www.leybold.com/de-de
- 5. Vakuumtechnologie zusammenfassend z. B.: PEP-Vakuum-Neu.pdf (tugraz.at)
- 6. Diese Anleitung und Zusatzinformationen zum Versuch unter "Aktuelle Veranstaltungen" in https://delta.tu-dortmund.de/studium/lehrveranstaltungen/vakuumversuch-v70/#/

Bitte geben Sie in Ihrem Protokoll **alle** verwendeten Quellen an und kennzeichnen Sie die mit KI-Tools sprachlich und inhaltlich bearbeiteten Stellen!

Vorbereitungen

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

- Definition des Vakuums, Gasdruck in einem Behälter (Rezipient)
- Total-, Partialdruck, Druckeinheiten, Druckbereiche, Teilchenzahldichte, Teilchengeschwindigkeit, mittlere freie Weglänge
- Ideales Gas, Boyle-Mariottesches Gesetz, Zustandsgleichung für ideale Gase und erwarteter Zusammenhang zwischen Druck und Zeit für Evakuierungskurve und Leckratenmessung
- Gasstrom (p-V-Durchfluss), Strömungsarten: Laminare, turbulente, Knudsen, molekulare Strömung, Strömungswiderstand, Leitwert (Leitwert eines Rohres)
- Unterschiede: Saugleistung, Saugvermögen S und effektives Saugvermögen S_{eff} einer Vakuumpumpe
- 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 sowie 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! Siehe Bedienungsanleitung).
- Prüfen Sie ihren Aufbau mit der Drehschieberpumpe auf Dichtigkeit. Schalten Sie zunächst die DP ein. Mit der Vorvakuumpumpe sollte sich nach einigen (max. 10) Minuten ein Enddruck pe im Bereich von 0,02 mbar bis 0,04 mbar (Anzeige am roten TPG-202 Kombi-Messgerät mit kombiniertem Piezo-/Pirani-Sensor) einstellen. 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 (TP) 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. Schalten sie zusätzlich zur DP die TP ein ("Start" auf dem Steuergerät drücken). Wenn ein Enddruck im Bereich 2·10⁻⁵ mbar bis 8·10⁻⁵ mbar erreicht wird (Anzeige am TPG-361, Pfeiffer Vacuum "SingleGauge") gilt der Aufbau als ausreichend dicht. Schreiben Sie den Enddruck p∈ für die Turbopumpe ebenfalls auf. Wichtig: Der Enddruck p∈ kann sich während der Messungen verschieben, daher muss er am Ende der Messungen zur Bestimmung der Evakuierungskurven nach einigen Minuten Wartezeit erneut notiert werden!

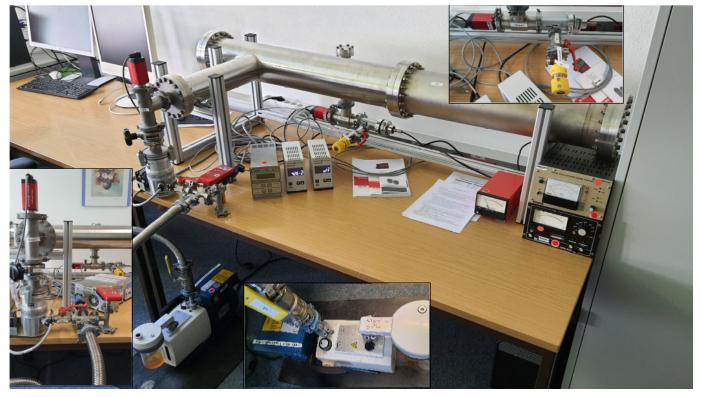


Abb.1: Aufbau des Vakuumversuchs (Beispiel mit großem Tank).

Allgemeine Hinweise zur automatischen Datenerfassung:

Sämtliche Druckmessgeräte (TPG202 und PKR361) können mittlerweile mit Hilfe eines Python-Skripts und einem Notebook automatisiert ausgelesen werden. Die zeitliche Auflösung beträgt 1 Messung pro Sekunde. Für alle nachfolgend aufgeführten Messungen starten Sie bitte immer zunächst das Skript aus der Thonny-Python-Programmierumgebung und betätigen erst anschließend die entsprechenden Ventile für die jeweilige Messung. Ein zeitgleiches Starten des Skripts und Betätigen der Ventile ist nicht notwendig. Den Zeitpunkt t₀ = 0 s (Ventilbetätigung) erkennen sie später in den Datenfiles an der plötzlich eintretenden Druckänderung. Sämtliche Messwerte werden kontinuierlich mitgeschrieben und in Daten-Files mit Zeitangabe abgelegt. Zusätzlich wird während der Messungen zur Kontrolle ein einfacher Echtzeitplot angezeigt.

Legen sie, zur besseren Übersicht, auf dem Notebook eine sinnvolle Datenstruktur unter Ihrem Namen an (z. B. Ordnernamen für jede Pumpe und jede Einzelmessung) und kopieren sie nach jeder Einzelmessung die Daten in die per Ordnernamen zugeordneten Unterverzeichnisse.

(I) Messungen zur Drehschieberpumpe (DP):

 Ist der Pumpstand ausreichend dicht, können Sie die Evakuierungskurve der Drehschieberpumpe (DP) aufnehmen:

Dazu öffnen Sie das gelbe Dosierventil V5 und belüften zunächst den Rezipienten mit dem davorgeschalteten Belüftungsventil V4 (roter Griff) bei laufender aber per V1 abgeschieberten Drehschieberpumpe, bis der Normaldruck erreicht ist (typisch ca. 10 s). Nach dem Belüften schließen sie V5 und V4 wieder. Nun starten die das Python-Skript. Startwert p_0 sollte der Normaldruck von ca. 1000 mbar sein. Sobald Sie das Absperrventil V1 an der DP wieder öffnen (t_0 = 0 s), messen Sie den **Druckabfall** mit dem **roten digitalen TPG202 Piezo-/Pirani-Kombi-Messgerät** (steht im PC-Modus) als Funktion der Zeit (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. Lassen Sie die Pumpe noch weitere ca. 5 Minuten laufen und schreiben Sie den dann erreichten **Enddruck** p_E für die **DP** auf! Führen Sie diese Messung **1-mal** durch. Beachten Sie später bei der Auswertung, dass das Saugvermögen S_{eff} druckabhängig ist. Die Herleitung für den exponentiellen Druckabfall mit der Zeit gilt nur für S(p) = konstant. Es ist zu erkennen, dass sich die Geradensteigung des logarithmischen Ausdrucks

$\ln[(p(t)-p_{\rm E})/(p_{\rm 0}-p_{\rm E})]$

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_{eff} einer Pumpe kann auch mit Hilfe der Leckratenmessung bestimmt werden. Dazu stellen Sie bei laufender Drehschieberpumpe und geöffnetem Belüftungsventil V4 sowie Absperrventil V1 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 wieder ab. Dann nehmen Sie den Druckanstieg wieder mit dem roten digitalen TPG-202 Piezo-/Pirani-Kombi-Messgerät (steht im PC-Modus) als Funktion der Zeit auf (typische Messzeit: 200 s). Führen Sie die Messung bei p_g = 100 mbar 3-mal durch und bilden Sie den Mittelwert. Sie sollten auch hier 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_{eff} als Funktion des Gleichgewichtsdrücks p_g dar. Tragen Sie in dieser Darstellung zum Vergleich auch die Ergebnisse aus den Evakuierungsmessungen 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 (TP):

- 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 auf der Rückseite 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. 5·10⁻⁵ mbar abfallen.
- 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 V5 bis zum Vorvakuum (5·10⁻³ mbar). Sobald der Vorvakuumdruck "konstant" eingestellt ist, starten die das Python-Skript und schließen nach wenigen Sekunden das Dosierventil V5 und Belüftungsventil V4 möglichst gleichzeitig. Führen Sie die Messung für die Mittelwertbildung mindestens 3-mal durch (Messzeit ca.120 s). Auch hier sollten Sie sehen, dass der statistische Fehler klein ist gegenüber dem systematischen Fehler. Lassen Sie die TP noch etwas länger laufen (ca. 5 Minuten) und schreiben Sie den dann erreichten Enddruck p∈ der TP für die spätere Auswertung auf.
- 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 pg (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.: pg = 5·10⁻⁵; 7·10⁻⁵; 1·10⁻⁴; 2·10⁻⁴ mbar) jeweils 1-mal durch (Messzeit jeweils ca. 120 s).
- Entnehmen Sie aus dem Betriebsheft bzw. dem Aufkleber auf der Pumpe das von den Herstellern angegebene "theoretische" Saugvermögen (siehe Hinweise unten). Unter welchen "Idealbedingungen" werden diese Werte erreicht?
- Bauen Sie ein Testrohr mit kleinerem Querschnitt zwischen den beiden PKR-360 Sensoren 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 Messgeräten. Versuchen Sie die Beobachtung zu erklären.

(III) Volumenbestimmung (optional): (ansonsten Volumenangabe am Ende der Anleitung)

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- (Penning), und Glühkathoden-Ionisations-Vakuummeter (Bayard-Alpert-Glühkathode). Welche Messbereiche decken die jeweiligen Vakuummeter ab?
- Beschreiben Sie Ihren Versuchsaufbau mit beschrifteten Skizzen (verwenden Sie möglichst die DIN 28401-Symbole der Vakuumtechnik, siehe Zusatzinformationen) und mindestens einem beschrifteten Foto Ihres Messaufbaus.
 - O Welche Geräte wurden eingesetzt? (Handbücher liegen aus)
 - O Wie wurde das Grob-/Fein- und Hochvakuum hergestellt?
 - O Welche Probleme sind aufgetreten? (Ursachen, mögliche Fehlerquellen)
- Beschreiben Sie den Ablauf der Versuchsdurchführung.
 - O Wie wurde was gemessen?
 - Mögliche Fehler erörtern (Genauigkeit der Messgeräte siehe Handbücher bzw. Hinweise unten oder Internet-Recherche, weitere Fehlerbetrachtungen). Literatur zur Fehlerrechnung z. B.: https://www.ulfkonrad.de/physik/groessen/fehlerrechnung oder W. Walcher, "Praktikum der Physik", Kap. 1.2 (Teubner Studienbuch)
- Auswertung:
 - Messreihen auflisten (Evakuierungskurven, Leckratenmessungen, gegebenenfalls Mittelwert des Drucks und den statistischen Fehler des Druckmittelwertes, Volumenbestimmung (optional) - bitte nachvollziehbar dokumentieren). Daten mit Abstand von 10 s aus den Original-Files extrahieren/reduzieren und in das Protokoll tabellarisch mit Fehlerangabe (im Anhang) aufnehmen.
 - Originalmitschriften bitte eingescannt an das Protokoll anfügen und die überarbeitete/bereinigte Original-Datenfiles mit Auswerteskript an die Betreuer per Email schicken.
 - O Fehlerrechnung und Fehlerfortpflanzung bitte mit Herleitung der hierbei verwendeten Fehlergleichungen (ΔIn[...], Δs_{eff}^{Leck}, Δs_{eff}^{Eva}). Bitte exemplarisch einmal für die Evakuierungskurven (Δs_{eff}^{Eva}) und einmal für die Leckratenmessungen (Δs_{eff}^{Leck}) im Protokoll mit aufführen.
 - O Tabellarische Darstellung aller Messgrößen und Ergebnisse mit Fehlerangaben:
 - Evakuierungskurven: Angabe von Druckwerte alle 10 s (inkl. Startdruck p₀ und Enddruck p∈) mit zugehörigen Zeiten, Angabe der Werte von In[(p(t)-p∈)/(p₀-p∈)] und Fehler ΔIn[...], Parameter der Ausgleichsgeraden. Da das Saugvermögen S(p) nicht konstant ist, sind mehrere Ausgleichsgeraden erforderlich (siehe Anmerkungen oben). Bei der Drehschieberpumpe reichen Werte für die ersten 200 s.
 - Leckratenmessungen: Angabe der Druckwerte alle 10 s (inkl. Gleichgewichtsdruck p_g) mit zugehörigen Zeiten und Parameter der Ausgleichsgeraden.
 - O Grafische Darstellung aller Messungen **mit Fehlerbalken** und den mittels linearer Regression angepassten Geraden. Bei den Dreifachmessungen werden die Messwerte gemittelt, sodass aus den wiederholten Messungen ein Graph des Druckverlaufs als Funktion der gemittelten Werte entsteht.
 - O Als **Endergebnis** soll für beide Pumpen das effektive Saugvermögen S_{eff} als Funktion des Drucks aus den jeweiligen Evakuierungs- und Leckratenmessungen tabellarisch und graphisch (ein Graph pro Pumpe) mit Fehlerangaben ΔS_{eff} (im Graph mit Fehlerbalken) zusammengefasst werden.

- Diskussion der Ergebnisse:
 - Zusammenfassung der Endergebnisse
 - o Vergleich mit den Herstellerangaben. Passen die Werte im Rahmen des Messfehlers?
 - o Mögliche Unterschiede erklären: Druckbereiche, Strömungsarten, Desorption, Leitwert (Unterschied: S und S_{eff}), o.ä., Fehlerquellen diskutieren
 - Verbesserungsvorschläge

Weitere Hinweise und Informationen

- Das Deckblatt bitte mit Versuchsnamen, Durchführungs- und Abgabedatum, Namen der Praktikumsteilnehmer/innen, sowie Versionsnummer und Abgabedatum der Version 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%
- Turbomolekularpumpenmessungen: 33 Liter +/-10%

Pumpen:

- Drehschieberpumpe der Firma ILMVAC Typ 300883/AKD16; Herstellerangabe für das Saugvermögen: 4,6-5,5 m³/h: theoretischer Enddruck: 2*10-3 mbar
- Turbopumpe SST81 der Firma ILMVAC bei 1350 Hz betrieben; Herstellerangabe für das Saugvermögen: 77 Liter/s (N₂)

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: $1*10^{-9}...1000 \text{ hPa}$ Messgenauigkeit (N₂): $1*10^{-8}...100 \text{ hPa}$: 30 % des Messwertes

100 ... 1000 hPa: 50 % des Messwertes

• TPG-202, Pfeiffer Vacuum, kombinierter Piezo/Pirani-Sensor:

Messbereich: 1200 ... 5*10-4 hPa

Genauigkeit: 1200-10 hPa: 0,3 % vom Vollausschlag

10-2*10⁻³ hPa: 10 %

≤ 2*10⁻³ hPa : < Faktor 2 vom Messwert