

## **GRUNDLAGEN**

---

Grundlagen der Vakuumtechnik

$$S = \frac{dV}{dt}$$

# Grundlagen der Vakuumtechnik

überarbeitet und zusammengestellt von  
**Dr. Walter Umrath**  
unter Mitwirkung von

Dr. Hermann Adam †, Alfred Bolz, Hermann Boy, Heinz Dohmen, Karl Gogol,  
Dr. Wolfgang Jorisch, Walter Mönning, Dr. Hans-Jürgen Mundinger,  
Hans-Dieter Otten, Willi Scheer, Helmut Seiger, Dr. Wolfgang Schwarz,  
Klaus Stepputat, Dieter Urban, Heinz-Josef Wirtzfeld, Heinz-Joachim Zenker

## **Vorwort**

Seit dem letzten unveränderten Nachdruck der „Grundlagen der Vakuumtechnik“ im Jahre 1987 gab es einerseits bei LEYBOLD eine Reihe von Neuentwicklungen auf diesem Gebiet, wie z.B. die trockenlaufende Chemiepumpe ALL-ex, das Kryopumpen-System COOLVAC-FIRST mit Schnellregenerierung, magnetgelagerte Turbo-Molekularpumpen, A-Serie Vakuummeter, die Massenspektrometer-Transmitter TRANSPECTOR und XPR, Leckdetektoren der UL-Serie, den Leckdetektor ECOTEC 500 für Kältemittel und beliebige andere Gase und andererseits wurden in der nun vorliegenden neuen Ausgabe der „Grundlagen“ einige Abschnitte viel ausführlicher behandelt als in der alten Version (Restgasanalyse bei niedrigen Drücken, das Messen niedriger Drücke, Drucküberwachung, Drucksteuerung und Druckregelung, Lecks und Lecksuche). Neu aufgenommen wurden die Abschnitte Beschichtungsmeß- und Regelgeräte und Anwendungen der Vakuumtechnik für Beschichtungsverfahren. Natürlich war das „Ausbildungszentrum Vakuumtechnik“ von LEYBOLD Köln bei der Zusammenstellung der Unterlagen und der Neufassung vieler Abschnitte auf die Hilfe von Kollegen angewiesen, bei denen ich mich hier ausdrücklich bedanken möchte – nicht zuletzt bei der Abteilung Kommunikation, für die professionelle Vorbereitung zum Druck. Leider konnte Herr Dr. H. Adam, der seinerzeit die allererste Version der „Grundlagen“ zusammengestellt hat, den Druck dieser Auflage nicht mehr erleben. Obwohl schon lange in Pension, hat er noch bis knapp vor seinem Tode an den Korrekturen dieser Auflage mitgearbeitet. Ich hoffe, daß dieses Heft in gleicher Weise Anklang findet, wie die alte Version.

Dr. Walter Umrath  
Köln, im März 1997



<b>1. Vakuumphysik</b>	
<b>Formelzeichen,</b>	
<b>Einheiten und</b>	
<b>Definitionen</b>	9
<b>1.1 Vakuumtechnische Grundbegriffe</b>	9
<b>1.2 Die atmosphärische Luft</b>	12
<b>1.3 Die Gasgesetze und Modellvorstellungen</b>	12
<b>1.3.1 Kontinuumstheorie</b>	12
<b>1.3.2 Kinetische Gastheorie</b>	13
<b>1.4 Die Druckbereiche der Vakuumtechnik und ihre Charakterisierung</b>	13
<b>1.5 Strömungsarten und Strömungsleitwerte</b>	13
<b>1.5.1 Strömungsarten</b>	13
<b>1.5.2 Berechnung von Strömungsleitwerten</b>	15
<b>1.5.3 Leitwerte von Rohrleitungen und Öffnungen</b>	15
<b>1.5.4 Leitwerte anderer Bauelemente</b>	16
<b>2. Vakuumerzeugung</b>	17
<b>2.1 Vakuumpumpen: Übersicht über die verschiedenen Arten von Vakuumpumpen</b>	17
<b>2.1.1 Oszillationsverdränger-Vakuumpumpen</b>	17
<b>2.1.1.1 Membranpumpen</b>	17
<b>2.1.2 Flüssigkeitsgedichtete Rotations-Verdrängerpumpen</b>	19
<b>2.1.2.1 Flüssigkeitsringvakumpumpen</b>	19
<b>2.1.2.2 Ölgedichtete Rotations-Verdrängerpumpen</b>	19
<b>2.1.2.2.1 Drehschieberpumpen (TRIVAC A, TRIVAC B, TRIVAC E, SOGEVAC)</b>	19
<b>2.1.2.2.2 Sperrschieberpumpen (E-Pumpen)</b>	21
<b>2.1.2.2.3 Trochoidenpumpen</b>	22
<b>2.1.2.2.4 Der Gasballast</b>	22
<b>2.1.3 Trockenlaufende Rotations-Verdrängerpumpen</b>	25
<b>2.1.3.1 Wälzkolbenpumpen (Rootspumpen)</b>	25
<b>2.1.3.2 Klauenpumpen</b>	29
<b>2.1.3.2.1 Klauenpumpen mit innerer Verdichtung für die Halbleiter-industrie („DRYVAC“-Reihe)</b>	31
<b>2.1.3.2.2 Klauenpumpen ohne innere Verdichtung für die Chemie („ALL-ex“)</b>	33
<b>2.1.4 Zubehör zu Rotations-Verdrängerpumpen</b>	36
<b>2.1.5 Kondensatoren</b>	36
<b>2.1.6 Treibmittelpumpen</b>	38
<b>2.1.6.1 Öl-Diffusionspumpen</b>	39
<b>2.1.6.2 Öl-Dampfstrahlpumpen</b>	41
<b>2.1.6.3 Treibmittel</b>	42
<b>2.1.6.4 Treibmittelrückströmung und ihre Unterdrückung (Dampfsperren, Baffle)</b>	43
<b>2.1.6.5 Wasserstrahl- und Wasserdampfstrahlpumpen</b>	44
<b>2.1.7 Turbo-Molekularpumpen</b>	45
<b>2.1.8 Sorptionspumpen</b>	49
<b>2.1.8.1 Adsorptionspumpen</b>	49
<b>2.1.8.2 Verdampferpumpen</b>	50
<b>2.1.8.3 Ionen-Zerstäuberpumpen (IZ-Pumpen)</b>	50
<b>2.1.8.4 Massivgetterpumpen (NEG-Pumpen)</b>	52
<b>2.1.9 Kryopumpen</b>	53
<b>2.1.9.1 Arten von Kryopumpen</b>	53
<b>2.1.9.2 Kaltkopf und dessen Arbeitsweise</b>	54
<b>2.1.9.3 Die Refrigerator-Kryopumpe</b>	55
<b>2.1.9.4 Bindung von Gasen an Kaltflächen</b>	55
<b>2.1.9.5 Saugvermögen und Lage der Kaltflächen</b>	56
<b>2.1.9.6 Kenngrößen einer Kryopumpe</b>	57
<b>2.2 Auswahl des Pumpverfahrens</b>	59
<b>2.2.1 Übersicht über die gebräuchlichsten Vakuumverfahren</b>	59
<b>2.2.2 Abpumpen von Gasen (trockene Prozesse)</b>	60
<b>2.2.3 Abpumpen von Gasen und Dämpfen (nasse Prozesse)</b>	61
<b>2.2.4 Trocknungsprozesse</b>	63
<b>2.2.5 Erzeugung ölfreier (kohlenwasserstofffreier) Vakua</b>	64
<b>2.2.6 Ultrahochvakuum: Arbeitstechnik</b>	65
<b>2.3 Dimensionierung der Vakuumanlage und Bestimmung der Pumpengröße</b>	65
<b>2.3.1 Evakuieren eines Vakuumbehälters (ohne zusätzlichen Gas- oder Dampfanfall)</b>	66
<b>2.3.1.1 Evakuieren eines Behälters im Grobvakumbereich</b>	66
<b>2.3.1.2 Evakuieren eines Behälters im Hochvakumbereich</b>	67
<b>2.3.1.3 Evakuieren eines Behälters im Feinvakumbereich</b>	67
<b>2.3.2 Wahl der geeigneten Vorpumpe</b>	68
<b>2.3.3 Ermittlung von Auspumpzeiten aus Nomogrammen</b>	69
<b>2.3.4 Evakuieren eines Behälters bei Anfall von Gasen und Dämpfen</b>	70
<b>2.3.5 Pumpendimensionierung bei Trocknungsprozessen</b>	70
<b>2.3.6 Flansche und ihre Abdichtungen</b>	72
<b>2.3.7 Auswahl geeigneter Ventile</b>	72
<b>2.3.8 Gasschleusen und Verschußventile</b>	74
<b>3. Vakuummessung, -überwachung,-steuerung und -regelung</b>	74
<b>3.1 Grundsätzliches zum Messen niedriger Drücke</b>	75
<b>3.2 Vakuummeter mit gasartunabhängiger Druckanzeige</b>	76
<b>3.2.1 Feder-Vakuummeter</b>	76
<b>3.2.2 Membran-Vakuummeter</b>	76
<b>3.2.2.1 Kapselfeder-Vakuummeter</b>	76
<b>3.2.2.2 DIAVAC Membran-Vakuummeter</b>	76
<b>3.2.2.3 Präzisions-Membran-Vakuummeter</b>	77
<b>3.2.2.4 Kapazitive Vakuummeter</b>	77
<b>3.2.3 Flüssigkeits- (Quecksilber-) Vakuummeter</b>	78
<b>3.2.3.1 U-Rohr-Vakuummeter</b>	78
<b>3.2.3.2 Kompressions-Vakuummeter (nach McLeod)</b>	78
<b>3.3 Vakuummeter mit gasartabhängiger Druckanzeige</b>	79
<b>3.3.1 Reibungs-Vakuummeter (VISCOVAC)</b>	80
<b>3.3.2 Wärmeleitungs-Vakuummeter</b>	80
<b>3.3.3 Ionisations-Vakuummeter</b>	82
<b>3.3.3.1 Ionisations-Vakuummeter mit kalter Kathode (Penning-Vakuummeter)</b>	82
<b>3.3.3.2 Ionisations-Vakuummeter mit Glühkathode</b>	83
<b>3.4 Justieren, Eichen und Kalibrieren; DKD, PTB, Nationale Standards</b>	85
<b>3.4.1 Beispiele für fundamentale Druckmeßmethoden als Standardverfahren zum Kalibrieren von Vakuummetern</b>	86
<b>3.5 Drucküberwachung, -steuerung und -regelung in Vakuumbehältern</b>	87
<b>3.5.1 Grundsätzliches zur Drucküberwachung und -steuerung</b>	87

<b>3.5.2</b> Automatische Sicherung, Überwachung und Steuerung von Vakuumanlagen .....	88	<b>4.7.2</b> Multiplex/DOS Software MQX (1 PC + 1...8 MS) .....	106	<b>5.5.2.7</b> Teilstrombetrieb .....	120
<b>3.5.3</b> Druckregelung und -Steuerung in Grob- und Feinvakuumanlagen .....	89	<b>4.7.3</b> Prozeßorientierte Software Transpector-Ware .....	106	<b>5.5.2.8</b> Anschluß an Vakuumanlagen ..	120
<b>3.5.4</b> Druckregelung in Hoch- und Ultrahochvakuumanlagen ...	92	<b>4.7.4</b> Entwicklungssoftware Transpector-View .....	106	<b>5.5.2.9</b> Zeitkonstante .....	121
<b>3.5.5</b> Anwendungsbeispiele mit Membranreglern .....	92	<b>4.8</b> Partialdruckregelung .....	106	<b>5.6</b> Grenzwerte/Spezifikationen des Leckdetektors .....	121
<b>4. Massenspektrometrische Gasanalyse bei niedrigen Drücken .....</b>			108	<b>5.7</b> Lecksuchtechniken mit Helium-Leckdetektoren .....	122
<b>4.1</b> Allgemeines .....	94	<b>5.1</b> Leckarten .....	108	<b>5.7.1</b> Sprühtechnik (Lokale Dichtheitsprüfung) .....	122
<b>4.2</b> Geschichtliches .....	94	<b>5.2</b> Leckrate, Leckgröße, Massenstrom .....	108	<b>5.7.2</b> Schnüffeltechnik (Lokale Dichtheitsprüfung nach der Überdruckmethode) .....	122
<b>4.3</b> Das Quadrupol-Massenspektrometer (TRANSPECTOR) .....	94	<b>5.2.1</b> Die Helium-Standard-Leckrate .....	110	<b>5.7.3</b> Hüllentests (Integrale Dichtheitsprüfung) .....	122
<b>4.3.1</b> Aufbau des Sensors .....	95	<b>5.2.2</b> Umrechnungsformeln .....	110	<b>5.7.3.1</b> Hüllentest mit Helium-Überdruck im Prüfling .....	123
<b>4.3.1.1</b> Die normale (offene) Ionenquelle .....	95	<b>5.3</b> Begriffe und Definitionen .....	110	<b>a)</b> Hüllentest mit Konzentrationsmessung und anschließender Leckratenermittlung .....	123
<b>4.3.1.2</b> Das Quadrupol-Trennsystem ...	96	<b>5.4</b> Lecksuchmethoden ohne Lecksuchgerät .....	111	<b>b)</b> Direkte Messung der Leckrate mit dem LD (massive Hülle) .....	123
<b>4.3.1.3</b> Das Nachweissystem (Detektor) .....	97	<b>5.4.1</b> Druckanstiegsprüfung .....	112	<b>5.7.3.2</b> Hüllentest mit Prüfling unter Vakuum .....	123
<b>4.4</b> Gaseinlaß und Druckanpassung ..	97	<b>5.4.2</b> Druckabfallprüfung .....	112	<b>a)</b> Hülle = „Plastikzelt“ .....	123
<b>4.4.1</b> Dosierventil .....	97	<b>5.4.3</b> Dichtheitsprüfung mit gasartabhängigen Vakuummetern ..	113	<b>b)</b> Massive Hülle .....	123
<b>4.4.2</b> Druckwandler .....	97	<b>5.4.4</b> Blasen-Tauchprüfung (Bubble-Test) .....	113		
<b>4.4.3</b> Geschlossene Ionenquelle .....	98	<b>5.4.5</b> Blasen-Sprühprüfung .....	113		
<b>4.4.4</b> AGM (Aggressiv gas monitor) ..	98	<b>5.4.6</b> Blasen-Vakuumboxprüfung .....	113		
<b>4.5</b> Massenspektrometrische Kenngrößen (Spezifikationen) ..	98	<b>5.4.7</b> Krypton 85 – Prüfung .....	113		
<b>4.5.1</b> Linienbreite .....	98	<b>5.4.8</b> Der Hochfrequenzvakuumprüfer ..	113		
<b>4.5.2</b> Massenbereich .....	98	<b>5.4.9</b> Prüfung mit chemischen Reaktionen und Farbeindringprüfung ..	114		
<b>4.5.3</b> Empfindlichkeit .....	100	<b>5.5</b> Leckdetektoren (LD) und ihre Arbeitsweisen .....	114		
<b>4.5.4</b> Kleinster nachweisbarer Partialdruck .....	100	<b>5.5.1</b> Halogen-Leckdetektoren (HLD 4000, D-Tek) .....	114		
<b>4.5.5</b> Kleinstes nachweisbares Partialdruckverhältnis .....	100	<b>5.5.2</b> Leckdetektoren mit Massenspektrometern (MS) .....	115		
<b>4.5.6</b> Linearitätsbereich .....	100	<b>5.5.2.1</b> Die Funktionsweise eines Leckdetektors mit MS .....	115		
<b>4.5.7</b> Angaben über Oberflächen und Ausheizbarkeit .....	101	<b>5.5.2.2</b> Nachweisgrenze, Untergrund, Gasspeicherung im Öl (Gasballast), gleitende Nullpunkt-unterdrückung .....	116		
<b>4.6</b> Auswertung von Spektren .....	101	<b>5.5.2.3</b> Kalibrieren von Leckdetektoren, Prüflecks .....	117		
<b>4.6.1</b> Ionisierung und grundsätzliche Probleme der Gasanalyse .....	101	<b>5.5.2.4</b> Leckdetektoren mit Quadrupol-MS (ECOTEC 500) ..	118		
<b>4.6.2</b> Partialdruckmessung .....	103	<b>5.5.2.5</b> Helium-Leckdetektoren mit 180°-Sektorfeld-MS (UL 100 Plus, UL 200, UL 400, UL 500) .....	118		
<b>4.6.3</b> Qualitative Gasanalyse .....	104	<b>5.5.2.6</b> Hauptstrom- und Gegenstrom-Leckdetektor .....	119		
<b>4.6.4</b> Quantitative Gasanalyse .....	105				
<b>4.7</b> Software für Prozeßanwendungen .....	106				
<b>4.7.1</b> Standard/DOS Software SQX für Einzelgeräte (1 PC + 1 MS) ..	106				

<b>7. Anwendungen der Vakuum-Beschichtungsverfahren</b> .....	132	<b>8.3.3.1</b> Allgemeine Betriebshinweise ..	143	Tab XII	Einige gebräuchliche Lösungsmittel .....	149
<b>7.1 Vakumbeschichtungstechnik</b> .....	132	<b>8.3.3.2</b> Wartung .....	143	Tab XIII	Sättigungsdampfdruck und Dampfdichte von Wasser ..	150
<b>7.2 Beschichtungsquellen</b> .....	132	<b>8.3.4</b> Diffusions- und Dampfstrahlpumpen .....	144	Tab XIV	Explosionsklassen von Fluiden .....	151
<b>7.2.1</b> Thermische Verdampfer (Schiffchen etc.) .....	132	<b>8.3.4.1</b> Treibmittelwechsel und Reinigen der Pumpe .....	144	Tab XV	Chemische Beständigkeit gebräuchlicher gummielastischer Dichtungswerkstoffe .....	152
<b>7.2.2</b> Elektronenstoßverdampfer (Elektronenkanonen) .....	133	<b>8.3.4.2</b> Betriebsfehler bei Diffusions- und Dampfstrahlpumpen .....	144	Tab XVI	Bildzeichen der Vakuumtechnik .....	153
<b>7.2.3</b> Kathodenerstäubung (Sputtern) .....	133	<b>8.3.5</b> Adsorptionspumpen .....	144	Tab XVII	Temperaturvergleichs- und Umrechnungstabelle .....	155
<b>7.2.4</b> Chemische Dampfabscheidung (PVD) .....	134	<b>8.3.5.1</b> Verringerung der Adsorptionskapazität .....	144	Abb. 9.1	Abhängigkeit der Mittleren freien Weglänge vom Druck p für verschiedene Gase bei 20°C .....	155
<b>7.3 Vakumbeschichtungsverfahren/Anlagentypen</b> .....	134	<b>8.3.5.2</b> Auswechseln des Molekularsiebes .....	145	Abb. 9.2	Gaskinetisches Diagramm für Luft und 20°C .....	155
<b>7.3.1</b> Teilebeschichtung .....	134	<b>8.3.6</b> Titan-Verdampferpumpen .....	145	Abb. 9.3	Abnahme des Luftdruckes und Änderung der Temperatur mit der Entfernung von der Erde .....	156
<b>7.3.2</b> Bandbeschichtung .....	135	<b>8.3.7</b> Ionenerstäuberpumpen .....	145	Abb. 9.4	Änderung der Gaszusammensetzung der Atmosphäre mit der Entfernung von der Erde .....	156
<b>7.3.3</b> Optische Schichten .....	136	<b>8.4 Hinweise zum Arbeiten mit Vakuummetern</b> .....	145	Abb. 9.5	Leitwerte von Rohren üblicher Nennweiten mit Kreisquerschnitt für Laminarströmung .....	156
<b>7.3.4</b> Glasbeschichtung .....	136	<b>8.4.1</b> Hinweise zum Einbau von Vakuummeter-Meßsystemen .....	145	Abb. 9.6	Leitwerte von Rohren üblicher Nennweiten mit Kreisquerschnitt für Molekularströmung .....	156
<b>7.3.5</b> Anlagen für die Herstellung von Datenspeichern .....	137	<b>8.4.2</b> Verschmutzungen des Meßsystems und ihre Beseitigung .....	145	Abb. 9.7	Nomogramm zur Ermittlung der Auspumpzeit $t_p$ eines Behälters im Grobvakuumgebiet .....	157
<b>8. Betriebshinweise für Vakuumapparaturen</b> .....	139	<b>8.4.3</b> Einfluß magnetischer und elektrischer Felder .....	146	Abb. 9.8	Nomogramm zur Ermittlung der Leitwerte von Rohren mit kreisförmigem Querschnitt für Luft bei 20°C im Gebiet der Molekularströmung .....	158
<b>8.1 Fehlerursachen bei nicht- oder zu spätem Erreichen des gewünschten Enddruckes</b> .....	139	<b>8.4.4</b> Verbindungen, Netzgeräte, Meßsysteme .....	146	Abb. 9.9	Nomogramm zur Ermittlung der Leitwerte von Rohrleitungen im gesamten Druckgebiet .....	159
<b>8.2 Verschmutzung von Vakuumbehältern und ihre Beseitigung</b> .....	139	<b>9. Tabellen, Formeln, Nomogramme, Diagramme, Bildzeichen</b> .....	147	Abb. 9.10	Ermittlung der Auspumpzeit im Feinvakuumgebiet unter Berücksichtigung der Gasabgabe von den Wänden .....	160
<b>8.3 Allgemeine Hinweise für Vakuumpumpen und Vakuummeßgeräte</b> .....	139	Tab I Die gesetzlichen Druckheiten, sowie das Torr und ihre Umrechnung ..	147	Abb. 9.11	Sättigungsdampfdruck verschiedener Stoffe .....	161
<b>8.3.1</b> Ölgedichtete Rotationsverdrängerpumpen (Dreh- und Sperrschieberpumpen) .....	139	Tab II Umrechnung von Druckeinheiten .....	147	Abb. 9.12	Sättigungsdampfdruck von Treibmitteln für Öl- und Quecksilber-Treibmittelpumpen .....	161
<b>8.3.1.1</b> Ölverbrauch, Ölverschmutzung, Ölwechsel .....	139	Tab III Mittlere freie Weglänge .....	147			
<b>8.3.1.2</b> Wahl des Pumpenöls beim Abpumpen aggressiver Dämpfe .....	140	Tab IV Wichtige gaskinetische Formeln .....	147			
<b>8.3.1.3</b> Maßnahmen beim Abpumpen verschiedener chemischer Substanzen .....	141	Tab V Wichtige Zahlenwerte .....	148			
<b>8.3.1.4</b> Betriebsfehler bei Gasballastpumpen; mögliche Fehlerquellen bei Nichterreichen des geforderten Enddruckes .....	142	Tab VI Saugvermögensseinheiten und ihre Umrechnung .....	148			
<b>8.3.2</b> Wälzkolbenpumpen (Rootspumpen) .....	142	Tab VII Umrechnung von (a,b) pV-Durchfluß- und Massendurchfluß-Einheiten .....	148			
<b>8.3.2.1</b> Allgemeine Betriebshinweise, Aufstellung und Inbetriebnahme .....	142	Tab VIII Zusammensetzung der atmosphärischen Luft .....	149			
<b>8.3.2.2</b> Ölwechsel, Wartungsarbeiten .....	142	Tab IX Druckbereiche der Vakuumtechnik und ihre Charakterisierung .....	149			
<b>8.3.2.3</b> Hinweise bei Betriebsstörungen .....	143	Tab X Gasabgabe von Werkstoffen .....	149			
<b>8.3.3</b> Turbo-Molekularpumpen .....	143	Tab XI Nennweiten und Innendurchmesser von Rohren und Öffnungen mit Kreisquerschnitt (nach PNEUROP) .....	149			

Abb. 9.13 Sättigungsdampfdruck vakuumtechnisch wichtiger Metalle ..... 161	<b>10. Die gesetzlichen Einheiten in der Vakuumtechnik</b> ..... 166	<b>11. Vakuumtechnisch wichtige nationale und internationale Normen und Empfehlungen</b> ..... 171
Abb. 9.14 Dampfdruck von nicht- metallischen Dichtungs- mitteln ..... 162	<b>10.1 Einführung</b> ..... 166	<b>11.1 In der Vakuumtechnik besonders zu beachtende nationale und internationale Normen und Empfehlungen</b> ..... 171
Abb. 9.15 Sättigungsdampfdruck von Substanzen bei sehr niedrigen Temperaturen ..... 162	<b>10.2 Alphabetische Liste von Größen, Formelzeichen und Einheiten, die in der Vakuumtechnik und ihren Anwendungen häufig vorkommen</b> ..... 166	
Abb. 9.16 Gebräuchliche Arbeitsbereiche von Vakuumpumpen ..... 162	<b>10.3 Anmerkungen zur alphabetischen Liste des Abschnittes 10.2</b> ..... 169	
Abb. 9.16a Meßbereiche gebräuchlicher Vakuummeter ..... 163	<b>10.4 Tabellen</b> ..... 170	<b>12. Literaturverzeichnis</b> ..... 176
Abb. 9.17 Spezifischer Rauminhalt von Wasserdampf ..... 164	<b>10.4.1 SI – Basiseinheiten</b> ..... 170	
Abb. 9.18 Elektrische Durchbruch- spannung für Luft (Paschenkurve) ..... 164	<b>10.4.2 Abgeleitete kohärente SI-Einheiten mit besonderen Namen und Einheitenzeichen</b> ..... 170	
Abb. 9.19 Phasendiagramm von Wasser ..... 165	<b>10.4.3 Atomphysikalische Einheiten</b> ..... 170	<b>13. Stichwortverzeichnis</b> ..... 185
	<b>10.4.4 Abgeleitete, nicht kohärente SI-Einheiten mit besonderen Namen und Einheitenzeichen</b> ..... 170	

# 1. Größen, deren Formelzeichen, Einheiten und Definitionen

(Vergleiche DIN 28400, Teil 1, 1990, DIN 1314 und DIN 28402)

## 1.1 Vakuumtechnische Grundbegriffe

### Druck $p$ (mbar)

von Fluiden (Gasen, Flüssigkeiten). (Größe: Druck; Formelzeichen:  $p$ ; Einheit: Millibar; Einheitenzeichen: mbar). Der Druck ist nach DIN 1314 definiert als Quotient von Normalkraft auf die Fläche und Inhalt dieser Fläche (Flächenbezogene Kraft). Wenn auch das Torr als Einheit für den Druck nicht mehr verwendet wird (siehe Abschnitt 10), so soll dennoch kurz die »Anschaulichkeit« dieser Druckeinheit erwähnt werden: 1 Torr ist derjenige Gasdruck, der eine Quecksilbersäule bei 0°C um 1 mm zu heben vermag. (Der normale Atmosphärendruck beträgt 760 Torr oder 760 mm Hg). Der Druck  $p$  kann durch Indices näher gekennzeichnet werden:

### Absoluter Druck $p_{abs}$

In der Vakuumtechnik wird stets der absolute Druck angegeben, so daß der Index »abs« im allgemeinen entfallen kann.

### Totaldruck $p_t$

Der Totaldruck in einem Behälter setzt sich aus der Summe der Partialdrücke (Teildrucke) aller darin befindlichen Gase und Dämpfe zusammen.

### Partialdruck $p_i$

Der Partialdruck eines bestimmten Gases oder Dampfes ist derjenige Druck, den dieses Gas bzw. dieser Dampf haben würde, wenn sie allein im Behälter vorhanden wären.

**Wichtiger Hinweis:** Unter Partialdruck in einem Gas-Dampf-Gemisch wird – insbesondere in der Grobvakuumtechnik – oft die *Summe* der Partialdrücke aller im Gemisch vorhandenen, nicht kondensierbaren Komponenten verstanden; zum Beispiel bei dem »**Partialenddruck**« einer Drehschieberpumpe.

### Sättigungsdampfdruck $p_s$

Der Druck des gesättigten Dampfes heißt Sättigungsdampfdruck  $p_s$ . Bei einem gegebenem Stoff ist  $p_s$  eine Funktion der Temperatur.

### Dampfdruck $p_d$

Anteiliger Druck der bei Temperatur von flüssigem Stickstoff ( $\text{LN}_2$ ) kondensierbaren Dämpfe.

### Normdruck $p_n$

Unter Normdruck  $p_n$  versteht man nach DIN 1343 den Druck  $p_n = 1013,25 \text{ mbar}$ .

### Enddruck $p_{end}$

Der in einem Vakuumbehälter erreichbare niedrigste Druck, der sogenannte Enddruck  $p_{end}$ , wird nicht nur vom Saugvermögen der Pumpe, sondern auch von dem Dampfdruck  $p_d$  der in der Pumpe verwendeten Schmier-, Dichtungs- und Treibmittel bestimmt. Wird ein Behälter beispielsweise lediglich mit einer ölgedichteten Verdrängerpumpe evakuiert, so wird der erreichbare Enddruck in erster Linie durch den Dampfdruck des verwendeten Pumpenöls, je nach Sauberkeit des Behälters außerdem noch durch die von den Behälterwänden abgegebenen Dämpfe und naturgemäß auch von der Dichtheit des Vakuumbehälters bestimmt.

### Umgebungsdruck $p_{amb}$ oder Atmosphärendruck (absolut)

### Überdruck $p_e$

(Index aus dem Englischen: »excessive«)

$$p_e = p_{abs} - p_{amb}$$

Dabei bedeuten positive Werte von  $p_e$  Überdruck und negative Unterdruck.

### Arbeitsdruck $p_{arb}$

Beim Evakuieren eines Behälters werden aus diesem Gase und/oder Dämpfe entfernt. Dabei verstehen wir unter Gas Materie in gasförmigem Zustand, die bei der Betriebstemperatur nicht kondensierbar ist. Dampf ist ebenfalls Materie in gasförmigem Zustand, die aber bei den herrschenden Temperaturen kondensierbar ist. Gesättigter Dampf schließlich ist Materie, die bei der herrschenden Temperatur als Gas mit der flüssigen Phase des gleichen Stoffes im Gleichgewicht steht. Eine strenge Unterscheidung zwischen Gasen und Dämpfen wird an den folgenden Textstellen nur dann gemacht, wenn es zum Verständnis erforderlich ist.

### Teilchenanzahldichte $n$ ( $\text{cm}^{-3}$ )

Die volumenbezogene Anzahl  $n$  der Gasteilchen ist nach der kinetischen Gastheorie

vom Druck  $p$  und der thermodynamischen Temperatur  $T$  abhängig gemäß

$$p = n \cdot k \cdot T \quad (1.1)$$

$n$  . . . Teilchenanzahldichte  
 $k$  . . . Boltzmann-Konstante.

Bei einer bestimmten Temperatur ist demnach der Druck eines Gases lediglich von der Teilchenanzahldichte, nicht aber von der Gasart abhängig. Die Art eines gasförmigen Teilchens wird unter anderem durch seine Masse  $m_T$  charakterisiert.

### Gasdichte $\rho$ ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ , $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ )

Das Produkt aus Teilchenanzahldichte  $n$  und Teilchenmasse  $m_T$  ist die Gasdichte  $\rho$ :

$$\rho = n \cdot m_T \quad (1.2)$$

### Das ideale Gasgesetz

Zwischen der Masse  $m_T$  eines Gasteilchens und der molaren Masse  $M$  dieses Gases besteht die Beziehung

$$M = N_A \cdot m_T \quad (1.3)$$

Die Avogadro-Konstante  $N_A$  gibt an, wieviel Gasteilchen in einem Mol Gas enthalten sind. Darüber hinaus ist sie der Proportionalitätsfaktor zwischen Gaskonstante  $R$  und Boltzmann-Konstante  $k$ :

$$R = N_A \cdot k \quad (1.4)$$

Aus den vorstehenden Gleichungen (1.1) bis (1.4) folgt unmittelbar der Zusammenhang zwischen dem Druck  $p$  und der Gasdichte  $\rho$  eines idealen Gases

$$\rho = p \cdot \frac{R \cdot T}{M} \quad (1.5)$$

In der Praxis wird häufig ein bestimmtes abgeschlossenes Volumen  $V$  betrachtet, in dem sich das Gas unter einem bestimmten Druck  $p$  befindet. Ist  $m$  die Masse des Gases, die sich in dem Volumen befindet, so ist

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (1.6)$$

Aus Gleichung (1.5) folgt damit unmittelbar die Allgemeine Zustandsgleichung für ideale Gase

$$p \cdot V = \frac{m}{M} \cdot R \cdot T = v \cdot R \cdot T \quad (1.7)$$

Hier ist der Quotient  $m/M$  die Anzahl der im Volumen  $V$  befindlichen Mole  $v$ .

Für  $m/M = 1$ , also für 1 Mol gilt die einfachere Form:

$$p \cdot V = R \cdot T \quad (1.7a)$$

Das folgende Zahlenbeispiel möge, unter Benutzung der Zahlenwerte in Tabelle IV (Abschnitt 9), den Zusammenhang zwischen Masse des Gases und Druck bei Gasen mit unterschiedlicher molarer Masse veranschaulichen. In einem 10-Liter Volumen sei bei 20°C

- a) 1g Helium
- b) 1g Stickstoff

enthalten. Bei Verwendung der Gleichung (1.7) ergibt sich dann mit  $V = 10\text{ l}$ ,  $m = 1\text{ g}$ ,  $R = 83,14 \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ,  $T = 293 \text{ K}$  (20°C)

im Falle a) mit  $M = 4 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$  (einatomiges Gas):

$$p = \frac{1 \cdot 1 \cdot 83,14 \cdot \text{mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 293 \cdot \text{K}}{10 \cdot \text{l} \cdot \text{K} \cdot 4 \cdot \text{g} \cdot \text{mol}^{-1}} = \\ = 605 \text{ mbar}$$

im Falle b) mit  $M = 28 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$  (zweiatomiges Gas):

$$p = \frac{1 \cdot 1 \cdot 83,14 \cdot \text{mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 293 \cdot \text{K}}{10 \cdot \text{l} \cdot \text{K} \cdot 28 \cdot \text{g} \cdot \text{mol}^{-1}} = \\ = 86,5 \text{ mbar}$$

Hieraus ergibt sich, paradox erscheinend, daß eine bestimmte Masse eines leichten Gases einen höheren Druck ausübt als die gleiche Masse eines schwereren Gases. Berücksichtigt man jedoch, daß bei gleicher Gasdichte (siehe Gleichung 1.2) mehr Teilchen eines leichten Gases (großes  $n$ , kleines  $m$ ) vorhanden sind als beim schweren Gas (kleines  $n$ , großes  $m$ ), so wird das Ergebnis verständlich, weil für die Höhe des Druckes bei gleicher Temperatur (siehe Gleichung 1.1) nur die Teilchenanzahl dichte  $n$  maßgebend ist.

Hauptaufgabe der Vakuumtechnik ist, die Teilchenanzahl dichte  $n$  in einem vorgegebenen Volumen  $V$  zu verringern. Bei konstanter Temperatur kommt dies immer einer Erniedrigung des Gasdruckes  $p$  gleich. Es muß an dieser Stelle aber ausdrücklich darauf hingewiesen werden, daß sich eine Druckerniedrigung (unter Beibehaltung des Volumens) nicht nur durch eine Verringerung der Teilchenanzahl dichten  $n$  sondern (gemäß Gleichung 1.5) auch durch Erniedrigung der Temperatur  $T$  bei gleichbleibender Gasdichte erreichen läßt. Dieser wichti-

ge Sachverhalt muß immer dann berücksichtigt werden, wenn im Volumen  $V$  nicht überall die gleiche Temperatur herrscht.

In der Vakuumtechnik werden die folgenden wichtigen Begriffe häufig benutzt:

### Volumen $V$ (l, m<sup>3</sup>, cm<sup>3</sup>)

Mit Volumen wird

- a) der rein geometrische, meist vorgegebene, ausrechenbare Rauminhalt eines Vakuumbehälters oder einer ganzen Vakuumanlage einschließlich der Leitungen und Verbindungsräume bezeichnet.
- b) das druckabhängige Volumen eines Gases oder Dampfes, das z.B. durch eine Pumpe gefördert oder durch ein Sorptionsmittel sorbiert wird.

### Volumendurchfluß (Volumenstrom) $q_v$ (l/s, m<sup>3</sup>/h, cm<sup>3</sup>/s)

Volumendurchfluß bezeichnet das Volumen des pro Zeiteinheit durch ein Leitungselement bei dem jeweils herrschenden Druck und der jeweils herrschenden Temperatur strömenden Gases. Dabei muß man sich klar machen, daß je nach Druck und Temperatur die Anzahl der geförderten Teilchen bei gleichem Volumendurchfluß verschieben ist.

### Saugvermögen $S$ (l/s, m<sup>3</sup>/h, cm<sup>3</sup>/s)

Das Saugvermögen einer Pumpe ist der Volumendurchfluß durch die Ansaugöffnung der Pumpe.

$$S = \frac{dV}{dt} \quad (1.8a)$$

Bleibt  $S$  während des Pumpvorganges konstant, so kann man statt des Differentialquotienten den Differenzenquotienten setzen:

$$S = \frac{\Delta V}{\Delta t} \quad (1.8b)$$

(Eine Umrechnungstabelle für die verschiedenen Einheiten des Saugvermögens befindet sich in Abschnitt 9, Tabelle VI).

### Gasmenge (pV-Wert), (mbar · s)

Die Menge eines Gases kann man durch seine Masse oder sein Gewicht in den üblichen Masse- oder Gewichtseinheiten angeben. In der vakuumtechnischen Praxis ist jedoch das Produkt  $p \cdot V$  oft interessanter als Masse oder Gewicht einer Gasmenge. Es hat die Dimension einer Energie und

wird in Millibar · Liter (mbar · l) angegeben (Gleichung 1.7). Bei Kenntnis von Gasart und Temperatur läßt sich an Hand von Gleichung 1.7b die Masse  $m$  der Gasmenge aus dem Produkt  $p \cdot V$  errechnen:

$$p \cdot V = \frac{m}{M} \cdot R \cdot T \quad (1.7)$$

$$m = \frac{p \cdot V \cdot M}{R \cdot T} \quad (1.7b)$$

In der Praxis spricht man meistens, nicht ganz richtig, von der »Gasmenge«  $p \cdot V$  eines bestimmten Gases. Diese Angabe ist unvollständig: stillschweigend wird dabei die Gastemperatur  $T$ , meist die Zimmertemperatur (293 K), als bekannt vorausgesetzt.

**Beispiele:** Die Masse von 100 mbar · l Stickstoff ( $N_2$ ) bei Zimmertemperatur (ca. 300 K) ist:

$$m = \frac{100 \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot 28 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}}{83 \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \cdot 300 \text{ K}} = \\ = \frac{2800}{300 \cdot 83} \text{ g} = 0,113 \text{ g}$$

Analog dazu bei  $T = 300 \text{ K}$ :

$$1 \text{ mbar} \cdot \text{l} O_2 = 1,28 \cdot 10^{-3} \text{ g } O_2$$

$$70 \text{ mbar} \cdot \text{l} Ar = 1,31 \cdot 10^{-1} \text{ g } Ar$$

Die pro Zeiteinheit durch ein Leitungselement strömende Gasmenge kann man – entsprechend den beiden oben beschriebenen Begriffen für Gasmengen – auf zweierlei Weise angeben und zwar als:

**Massendurchfluß  $q_m$**  (kg/h, g/s), auch **Massenstrom** genannt, wobei dies die zeitbezogene Masse eines Gases ist, die durch ein Leitungselement strömt

$$q_m = \frac{m}{t} \quad \text{oder als}$$

**pV-Durchfluß  $q_{pv}$**  (mbar · l · s<sup>-1</sup>), auch **pV-Strom** genannt.

Der pV-Durchfluß ist das Produkt aus Druck und Volumen einer durch ein Leitungselement strömenden Gasmenge dividiert durch die Zeit, also:

$$q_{pv} = \frac{p \cdot V}{t} = \frac{d(p \cdot V)}{dt}$$

Der pV-Strom ist ein Maß für den Massenstrom des Gases, wobei die Temperatur anzugeben ist.

### Saugleistung einer Pumpe $q_{pV}$

Die Saugleistung einer Pumpe ist entweder gleich dem Massendurchfluß durch die Ansaugöffnung der Pumpe:

$$q_m = \frac{m}{t} \quad (1.9)$$

oder gleich dem pV-Durchfluß durch die Ansaugöffnung der Pumpe:

$$q_{pV} = \frac{p \cdot V}{t} \quad (1.10)$$

meist angegeben in mbar  $\cdot \text{s}^{-1}$ . Hierin ist p der Druck auf der Ansaugseite der Pumpe. Sind p und V auf der Ansaugseite der Pumpe konstant, so ist die Saugleistung dieser Pumpe durch die einfache Beziehung

$$q_{pV} = p \cdot S \quad (1.10a)$$

gegeben, wobei S das Saugvermögen dieser Pumpe beim Ansaugdruck p ist.

(Die Saugleistung einer Pumpe wird vielfach auch mit Q bezeichnet)

Der Begriff der Saugleistung ist in der Praxis von großer Bedeutung und darf nicht mit dem Saugvermögen verwechselt werden! Die Saugleistung ist die von der Pumpe in der Zeiteinheit abtransportierte Gasmenge in mbar  $\cdot \text{s}$ ; das Saugvermögen ist die von der Pumpe in der Zeiteinheit zur Verfügung gestellte »Transportkapazität« in  $\text{m}^3/\text{h}$  oder  $\text{~s}$ .

Die Saugleistung ist wichtig für die Bestimmung der Größe einer Vorpumpe im Verhältnis zur Größe einer in Reihe geschalteten Hochvakumpumpe um sicherzustellen, daß das von der Hochvakumpumpe geförderte Gas sicher von der Vorpumpe »übernommen« werden kann (siehe Abschnitt 2.32).

### Strömungsleitwert L ( $\text{~s}^{-1}$ )

Der pV-Durchfluß durch ein beliebiges Leitungselement, z.B. Rohr- oder Schlauchleitungen, Ventile, Düsen, Öffnungen in einer Wand zwischen zwei Behältern usw., ist gegeben durch

$$q_{pV} = L(p_1 - p_2) = \Delta p \cdot L \quad (1.11)$$

Hierin ist  $\Delta p = (p_1 - p_2)$  die Differenz der Drücke am Ein- und Ausgang des Leitungs-

elementes. Der Proportionalitätsfaktor L wird als Strömungsleitwert oder kurz als Leitwert bezeichnet. Er ergibt sich aus der Geometrie des Leitungselementes und ist in einigen Fällen einfacher Anordnungen erreichbar (siehe Abschnitt 1.5)

Im Gebiet des Hoch- und Ultrahochvakuums ist L eine druckunabhängige Konstante, im Gebiet des Grob- und Feinvakuums aber eine vom Druck abhängige Größe. Infolgedessen muß die Berechnung von L für die Leitungselemente in den einzelnen Druckbereichen getrennt durchgeführt werden (näheres hierüber siehe Abschnitt 1.5).

In Anlehnung an die Definition des Volumendurchflusses kann man auch sagen: Der Leitwert L ist der Volumendurchfluß durch ein Leitungselement. Die Gleichung (1.11) kann man als »Ohm'sches Gesetz der Vakuumtechnik« bezeichnen, in dem  $q_{pV}$  dem Strom,  $\Delta p$  der Spannung und L dem elektrischen Leitwert entspricht. In Analogie zum Ohmschen Gesetz der Elektrizitätslehre ist der Strömungswiderstand

$$W = \frac{1}{L}$$

als reziproker Wert des Störungsleitwertes eingeführt worden. Die Gleichung (1.11) läßt sich dann umschreiben in:

$$q_{pV} = \frac{1}{W} \cdot \Delta p \quad (1.12)$$

Daraus folgt unmittelbar für die Serenschaltung:

$$W_{\text{ges}} = W_1 + W_2 + W_3 \dots \quad (1.13)$$

Bei Parallelschaltung gilt:

$$\frac{1}{R_{\text{Ges}}} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} + \frac{1}{R_3} + \dots \quad (1.13a)$$

### Leckrate $q_L$ (mbar $\cdot \text{s}^{-1}$ )

Nach der obigen Definition ist es ohne weiteres verständlich, daß die Größe einer Gasströmung durch Lecks, also durch unerwünschte Leitungselemente, auch in mbar  $\cdot \text{s}^{-1}$  angegeben wird. Eine Leckrate wird oft unter der Bedingung gemessen oder angegeben, daß auf der einen Seite des Lecks Atmosphärendruck und auf der anderen Vakuum ( $p < 1 \text{ mbar}$ ) herrscht. Falls unter genau diesen Bedingungen Helium (z.B. als Prüfgas) durch das Leck strömt, spricht man von »Helium-Standard-Bedingungen«.

### Gasabgabe (mbar $\cdot \text{s}^{-1}$ )

Unter der Gasabgabe versteht man die Abgabe von Gasen und Dämpfen von den Wänden eines Vakuumbehälters oder anderen Bauteilen in das Innere einer Vakumanlage. Auch diese Gasmenge wird durch das Produkt  $p \cdot V$  charakterisiert, wobei V das Volumen des Behälters ist, in das die Gase abgegeben werden und p, besser  $\Delta p$ , die Druckerhöhung, die durch die abgegebenen Gase in diesem Volumen hervorgerufen wird.

### Gasabgaberate (mbar $\cdot \text{s}^{-1}$ )

Die Gasabgaberate ist die zeitbezogene Gasabgabe, angegeben in mbar  $\cdot \text{s}^{-1}$ .

### Gasabgaberate (mbar $\cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ ) (flächenbezogen)

Für die Abschätzung der abzupumpenden Gasmenge ist die Kenntnis der Größe der inneren Oberfläche, deren Material und Oberflächenbeschaffenheit, ihrer flächenbezogenen Gasabgaberate und deren zeitlicher Verlauf wichtig.

### Mittlere freie Weglänge $\lambda$ (cm) und Stoßrate z ( $\text{s}^{-1}$ )

Die Vorstellung, daß ein Gas aus einer großen Anzahl diskreter Teilchen besteht, zwischen denen abgesehen von den Zusammenstößen keine Kräfte wirken, hat zu einer Reihe von theoretische Überlegungen geführt, die wir heute unter der Bezeichnung »Kinetische Gastheorie« zusammenfassen.

Eine der ersten und zugleich hervorragendsten Leistungen dieser Theorie war die Berechnung des Gasdruckes p als Funktion der Gasdichte und des mittleren Geschwindigkeitsquadrates  $\bar{c}^2$  der einzelnen Gasteilchen der Teilchenmasse  $m_T$ :

$$p = \frac{1}{3} \cdot \rho \cdot \bar{c}^2 = \frac{1}{3} \cdot n \cdot m_T \cdot \bar{c}^2 \quad (1.14)$$

$$\text{mit } \bar{c}^2 = 3 \cdot \frac{k \cdot T}{m_T} \quad (1.15)$$

Die Gasteilchen fliegen mit allen möglichen Geschwindigkeiten geradlinig durcheinander und stoßen dabei sowohl mit den Behälterwänden als auch untereinander (elastisch) zusammen. Diese Bewegung der Gasteilchen wird mit Hilfe der kinetischen Gastheorie zahlenmäßig beschrieben. Die durchschnittliche zeitbezogene Anzahl der Zusammenstöße eines Teilchens, die sogenannte Stoßzahl z und die Strecke, die jedes

Gasteilchen im Mittel zwischen zwei Zusammenstößen mit anderen Teilchen zurücklegt, die sogenannte mittlere freie Weglänge  $\bar{c}$ , werden als Funktion der mittleren Teilchengeschwindigkeit  $\bar{c}$ , des Teilchendurchmessers  $2r$  und der Teilchenanzahl dichte  $n$  – in sehr guter Näherung – wie folgt beschrieben:

$$z = \frac{\bar{c}}{\lambda} \quad (1.16)$$

$$\text{mit } \bar{c} = \sqrt{\frac{8 \cdot k \cdot T}{\pi \cdot m_T}} = \sqrt{\frac{8 \cdot R \cdot T}{\pi \cdot M}} \quad (1.17)$$

$$\text{und } \lambda = \frac{1}{\pi \cdot \sqrt{2} \cdot n \cdot (2r)^2} \quad (1.18)$$

Hiernach ist die mittlere freie Weglänge  $\lambda$  der Teilchenanzahl dichte  $n$  und damit, gemäß Gleichung (1.1), dem Druck  $p$  umgekehrt proportional. Bei konstanter Temperatur  $T$  gilt daher für jedes Gas die Beziehung

$$\lambda \cdot p = \text{const} \quad (1.19)$$

Zur Berechnung der mittleren freien Weglänge  $\lambda$  für beliebige Drücke bei verschiedenen Gasen dienen die Tabelle III sowie das Diagramm 9.1 im Abschnitt 9. An gleicher Stelle sind die wichtigsten Gleichungen der Gaskinetik für die Vakuumtechnik zusammengestellt (Tabelle IV).

### Flächenstoßrate $z_A$ ( $\text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ) und Bedeckungszeit $\tau$ (s)

Zur Kennzeichnung des Druckzustandes im Ultrahochvakuum-Bereich wird häufig die Zeitdauer angegeben, die zum Aufbau einer monomolekularen oder monoatomaren Schicht auf einer gasfreien Oberfläche unter der Voraussetzung benötigt wird, daß jedes Teilchen auf der Oberfläche haften bleibt. Diese Bedeckungszeit hängt eng mit der sogenannten Flächenstoßrate  $z_A$  zusammen. Bei einem ruhenden Gas gibt die Flächenstoßrate die Anzahl der Teilchen an, die je Zeit- und Flächeneinheit auf die Oberfläche im Vakuumbehälter auftreffen:

$$z_A = \frac{n \cdot \bar{c}}{4} \quad (1.20)$$

Ist  $a$  die Anzahl der für ein bestimmtes Gas aufnahmefähigen Oberflächenplätze je Flächeneinhalt, so ist die Bedeckungszeit

$$\tau = \frac{a}{z_A} = \frac{4 \cdot a}{n \cdot \bar{c}} \quad (1.21)$$

**Volumen-Stoßrate  $z_V$**  ( $\text{cm}^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$ )  
Dies ist das Produkt aus Stoßrate  $z$  und **halber** Teilchenanzahl dichte  $n$ , da der Zusammenstoß von **zwei** Teilchen nur als **ein** Stoß zu zählen ist:

$$z_V = \frac{n}{2} \cdot z \quad (1.21a)$$

## 1.2 Die atmosphärische Luft

Jede auf der Erde befindliche Vakuumanlage enthält vor ihrem Auspumpen Luft und ist während ihres Betriebes stets von Luft umgeben. Daher ist es notwendig, die physikalischen und chemischen Eigenschaften der atmosphärischen Luft zu kennen.

Die Atmosphäre besteht aus einer Reihe von Gasen, zu denen in der Nähe der Erdoberfläche noch Wasserdampf hinzukommt. Der Druck der Luatatmosphäre wird auf Meeressniveau bezogen. Die durchschnittliche Höhe diese Druckes beträgt 1013 mbar (gleich der früher verwendeten physikalischen Atmosphäre). In der Tabelle VIII, Abschnitt 9 ist die Zusammensetzung der Normalatmosphäre mit einer relativen Feuchtigkeit von 50% bei einer Temperatur von 20°C angegeben. Vakuumtechnisch ist bei der Zusammensetzung der Luft besonders zu beachten:

- Der je nach Feuchtigkeitsgehalt in der Luft enthaltene Wasserdampf, der bei einem Auspumpen einer Vakumanlage eine besondere Rolle spielt (siehe Abschnitt 2.2.3).
- Der erhebliche Anteil des Edelgases Argon, der in Zusammenhang mit Auspumpvorgängen durch Sorptionspumpen zu beachten ist (siehe Abschnitt 2.1.8).
- Trotz des geringen Gehaltes von nur etwa 5ppm (parts per million) Helium in der Luft macht sich dieses Edelgas besonders bei solchen Ultrahochvakuum-Anlagen bemerkbar, die mit Viton gedichtet sind oder aus Glas bzw. Quarz bestehen. Helium vermag durch diese Stoffe in meßbarer Menge zu diffundieren.

Mit der Höhe über der Erdoberfläche nimmt der Druck der atmosphärischen Luft ab (siehe Abb 9.3 in Abschnitt 9). In etwa 100 km Höhe besteht Hochvakuum, oberhalb 400 km Ultrahochvakuum. Auch die Zusammensetzung der Luft ändert sich mit der Entfernung von der Erdoberfläche (siehe Abb. 9.4 in Abschnitt 9).

## 1.3 Die Gasgesetze und Modellvorstellungen

### 1.3.1 Kontinuumstheorie:

**Modellvorstellung:** Gas ist »gießbar« und strömt ähnlich wie eine Flüssigkeit (Fluid). Die Kontinuumstheorie und die folgende Zusammenstellung der Gasgesetze beruht auf Erfahrung und kann alle Vorgänge in Gasen in der Nähe des Atmosphärendruckes erklären. Erst als es gelang, Gase durch immer bessere Vakuumpumpen so sehr zu verdünnen, daß die mittlere freie Weglänge weit über die Gefäßabmessungen anstieg, waren weitergehende Annahmen nötig, die schließlich zur kinetischen Gastheorie geführt haben. Die kinetische Gastheorie gilt im gesamten Druckgebiet, die Kontinuumstheorie stellt den (historisch älteren) Sonderfall der Gasgesetze für atmosphärische Bedingungen dar.

### Zusammenstellung der wichtigsten Gasgesetze (Kontinuumstheorie)

#### Gesetz von Boyle-Mariotte

$$p \cdot V = \text{konst.}$$

für  $T = \text{konstant}$  (isotherm)

#### Gesetz von Gay-Lussac (Charles)

$$V = V_0(1 + \beta \cdot t)$$

für  $p = \text{konstant}$  (isobar)

#### Gesetz von Amonton

$$p = p_0(1 + \gamma \cdot t)$$

für  $V = \text{konstant}$  (isochor)

#### Gesetz von Dalton

$$\sum_i p_i = p_{\text{total}}$$

#### Gesetz von Poisson

$$p \cdot V^\kappa = \text{konst}$$

(adiabatisch)

#### Gesetz von Avogadro

$$\frac{m_1}{V_1} : \frac{m_2}{V_2} = M_1 : M_2$$

## Allgemeine Gasgleichung

$$p \cdot V = \frac{m}{M} \cdot R \cdot T = v \cdot R \cdot T$$

auch: **Zustandsgleichung für ideale Gase**  
(aus der Kontinuumstheorie)

## Van der Waals-Gleichung

$$(p + \frac{a}{V_m^2}) \cdot (V_m - b) = R \cdot T$$

a, b = Konstante (Binnendruck, Kovolumen)  
 $V_m$  = molares Volumen oder Molvolumen  
auch: **Zustandsgleichung für reale Gase**

## Clausius-Clapeyron'sche Gleichung

$$L = T \cdot \frac{dp}{dT} \cdot (V_{m,d} - V_{m,fl})$$

L = Verdampfungswärme,  
T = Verdampfungstemperatur  
 $V_{m,d}$ ,  $V_{m,fl}$  = Molvolumen von Dampf  
bzw. Flüssigkeit

## 1.3.2 Kinetische Gastheorie

Nach dem Siegeszug der atomistischen Weltanschauung verbunden mit dem Zwang die Vorgänge in stark verdünnten Gasen zu erklären (wo die Kontinuumstheorie versagt) wurde die »Kinetische Gastheorie« entwickelt. Mit ihrer Hilfe kann nicht nur die allgemeine Gasgleichung auf anderem Weg hergeleitet werden, sondern auch viele andere Gaskinetische Größen wie Stoßzahlen, mittlere freie Weglänge, Wiederbedeckungszeit, Diffusionskonstante und viele andere Größen berechnet werden.

### Modellvorstellungen/Grundannahmen:

1. Atome/Moleküle sind punktförmig,
2. Kräfte unter diesen werden nur bei Stößen übertragen,
3. die Stöße sind elastisch,
4. »molekulare Unordnung«.

Ein besonders vereinfachtes Modell stammt von **Krönig**: In einem Würfel sind N Teilchen, die zu je  $\frac{1}{6}$  mit der Geschwindigkeit c auf die Würffelflächen zufliegen; ist die Kantenlänge des Würfels 1 cm so sind in ihm n Teilchen (Teilchenanzahl dichte); pro Zeiteinheit erreichen  $n \cdot c \cdot \Delta t / 6$  Moleküle jede Wand, wo die Impulsänderung je Molekül wegen der Richtungsänderung um  $180^\circ$  gleich  $2 \cdot m_T \cdot c$  ist. Die Summe der

Impulsänderungen aller auftreffenden Moleküle ergibt die auf diese Wand wirkende Kraft bzw. den pro Flächeneinheit auf die Wand wirkenden Druck.

$$\frac{n}{6} \cdot c \cdot 2 \cdot m_T \cdot c = \frac{1}{3} \cdot n \cdot c^2 \cdot m_T = p$$

$$\text{mit } n = \frac{N}{V}$$

$$\text{wird daraus } p \cdot V = \frac{1}{3} \cdot N \cdot m_T \cdot c^2$$

## Allgemeine Gasgleichung (aus der kinetischen Gastheorie)

Ersetzt man  $c^2$  durch  $\bar{c}^2$ , so ergibt ein Vergleich dieser beiden »allgemeinen« Gasgleichungen:

$$p \cdot V = \frac{m}{M} \cdot R \cdot T = \frac{1}{3} \cdot N \cdot m_T \cdot \bar{c}^2 \quad \text{oder}$$

$$p \cdot V = N \cdot \left( \frac{m_T \cdot R}{M} \right) \cdot T = \frac{2}{3} \cdot N \cdot \left( \frac{m_T \cdot \bar{c}^2}{2} \right)$$

Der Klammerausdruck auf der linken Seite ist die Boltzmann-Konstante k, der auf der rechten Seite ein Maß für die mittlere kinetische Energie der Moleküle:

Boltzmann-Konstante

$$k = \frac{m_T \cdot R}{M} = 1,38 \cdot 10^{-23} \frac{\text{J}}{\text{K}}$$

Mittlere kinet. Energie der Moleküle

$$\bar{E}_{\text{kin}} = \frac{m_T \cdot \bar{c}^2}{2}$$

$$\text{also } p \cdot V = n \cdot k \cdot T = \frac{2}{3} \cdot N \cdot \bar{E}_{\text{kin}}$$

In der Form gibt die Gasgleichung eine gas-kinetische Deutung der Temperatur!

Die Teilchenmasse ist

$$m_T = \frac{M}{N_A} = \frac{\text{Masse / mol}}{\text{Teilchen / mol}}$$

darin ist  $N_A$  die Avogadro-Konstante (früher: Loschmidtsche Zahl).

Avogadro-Konstante

$$N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

Für 1 Mol ist  $\frac{m_T}{M} = 1$  und

$V = V_m = 22,414 \text{ l}$  (Molvolumen);

Damit ergibt sich bei Normalbedingungen ( $T_n = 273,15 \text{ K}$  und  $p_n = 1013,25 \text{ mbar}$ ) aus der Allgemeinen Gasgleichung

$$p \cdot V = \frac{m}{M} \cdot R \cdot T$$

für die Allgemeine Gaskonstante

$$R = \frac{1013,25 \text{ mbar} \cdot 22,4 \text{ l} \cdot \text{mol}^{-1}}{273,15 \text{ K}} = \\ = 83,14 \frac{\text{mbar} \cdot \text{l}}{\text{mol} \cdot \text{K}}$$

## 1.4 Die Druckbereiche der Vakuumtechnik und ihre Charakterisierung

(siehe hierzu auch Tabelle IX in Abschnitt 9)  
In der Vakuumtechnik ist es üblich, den großen Druckbereich, der mehr als 16 Zehnerpotenzen umfaßt, in kleinere Bereiche zu unterteilen, die man im allgemeinen wie folgt begrenzt:

Grobvakuum (GV)	1000 – 1	mbar
Feinvakuum (FV)	$1 - 10^{-3}$	mbar
Hochvakuum (HV)	$10^{-3} - 10^{-7}$	mbar
Ultrahochvakuum (UHV)	$10^{-7} - (10^{-14})$	mbar

Dieser Einteilung haftet natürlich eine gewisse Willkür an. So bezeichnet vor allem der Chemiker das ihn interessierende Gebiet zwischen 100 und 1 mbar häufig als Zwischenvakuum und manch ein Techniker spricht im gesamten Vakuumbereich nicht von Vakuum, sondern von Unterdruck. Die oben aufgeführten Druckbereiche lassen sich aber recht gut durch Betrachtung gas-kinetischer Zusammenhänge und nach Art der Gasströmungen unterscheiden. Auch die Arbeitstechnik in den verschiedenen Bereichen ist unterschiedlich.

## 1.5 Strömungsarten und Strömungsleitwerte

In der Vakuumtechnik treten hauptsächlich 3 Strömungsarten auf: Die viskose oder Kontinuumströmung, die Molekularströmung und als Übergang zwischen diesen beiden die Knudsenströmung.

### 1.5.1 Strömungsarten

#### Viskose- oder Kontinuumströmung

Sie kommt fast ausschließlich im Grobvakuum vor. Den Charakter dieser Strömung

bestimmen die Wechselwirkungen der Teilchen untereinander, daher spielt die innere Reibung, die Viskosität der strömenden Substanz, eine große Rolle. Treten Wirbel beim Strömungsvorgang auf, so spricht man von **turbulenter Strömung**, findet ein Gleiten verschiedener Schichten des strömenden Mediums gegeneinander statt, so nennt man die Strömung **laminar**.

Eine laminare Strömung in kreiszyndrischen Rohren mit parabolischer Geschwindigkeitsverteilung heißt **Poiseuille'sche Strömung**. Dieser Spezialfall kommt in der Vakuumtechnik besonders häufig vor. Viskose Strömung liegt generell dann vor, wenn die mittlere freie Weglänge der Teilchen sehr viel kleiner als der Durchmesser der Leitung ist:  $\lambda \ll d$ .

Eine charakteristische Größe für den Zustand einer viskosen Strömung ist die dimensionslose **Reynoldszahl Re**.

Re ist eine dimensionslose Größe – nämlich das Produkt aus Rohrdurchmesser, Strömungsgeschwindigkeit, Dichte und Reziprokwert der Zähigkeit (innere Reibung) des strömenden Gases. Für  $Re > 2200$  ist die Strömung turbulent, für  $Re < 2200$  laminar.

Bei der viskosen Strömung ist das Phänomen der verblockten Strömung zu beachten (auch kurz als *Verblockung* bezeichnet). Es spielt beim Belüften und Evakuieren eines Vakuumbehälters und bei Lecks eine Rolle:

Gas strömt immer dann, wenn eine Druckdifferenz  $\Delta p = (p_1 - p_2) > 0$  vorhanden ist. Die Gasstromstärke, d.h. die zeitbezogene, strömende Gasmenge steigt mit zunehmender Druckdifferenz an. Im Falle der viskosen Strömung jedoch nur so lange, bis die ebenfalls ansteigende Strömungsgeschwindigkeit die Schallgeschwindigkeit erreicht hat. Dies ist bei einer bestimmten, als »kritisch« bezeichneten Druckdifferenz der Fall:

$$\Delta p_{\text{krit}} = p_1 \left[ 1 - \left( \frac{p_2}{p_1} \right)_{\text{krit}} \right] \quad (1.22)$$

Ein weiterer Anstieg von  $\Delta p > \Delta p_{\text{krit}}$  führt zu keinem weiteren Anstieg des Gasstromes; dieser ist verblockt. Die Theorie der Gas-

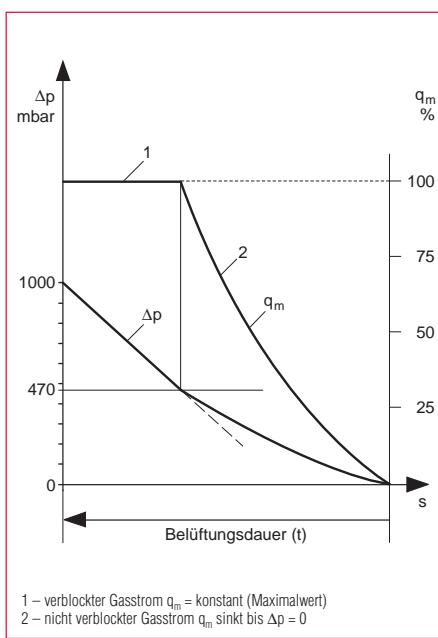


Abb. 1.1  
Schematische Darstellung des Belüftens eines evakuierten Behälters

dynamik liefert für Luft bei 20°C den kritischen Wert

$$\left( \frac{p_2}{p_1} \right)_{\text{krit}} = 0,528 \quad (1.23)$$

Das Diagramm in Abb. 1.1 stellt schematisch das Belüften eines evakuierten Behälters durch eine Wandöffnung (Belüftungsventil) mit Umgebungsluft von  $p = 1000$  mbar dar. Für die kritische Druckdifferenz ergibt sich gemäß obiger Angaben  $\Delta p_{\text{krit}} = 1000 \cdot (1 - 0,528) \text{ mbar} \approx 470 \text{ mbar}$ ; d.h. für  $\Delta p > 470 \text{ mbar}$  verblockte Strömung, für  $\Delta p < 470 \text{ mbar}$  Abnahme des Gasstromes.

### Molekularströmung

Die Molekularströmung ist im Hoch- und Ultrahochvakumbereich vorherrschend. In diesen Bereichen können sich die Teilchen ohne gegenseitige Behinderung frei bewegen. Molekularströmung liegt vor, wenn die mittlere freie Wegstrecke eines Teilchens sehr viel größer als der Durchmesser der Leitung ist:  $\lambda \gg d$ .

### Knudsenströmung

Der Übergang von viskoser Strömung zur molekularen Strömung ist die Knudsenströmung. Sie herrscht im Feinvakuumgebiet vor:  $\lambda \approx d$ .

Das Produkt aus dem Druck  $p$  und dem Rohrdurchmesser  $d$  für ein bestimmtes Gas bei einer bestimmten Temperatur kann als charakteristische Größe für die ver-

schiedenen Strömungsarten dienen. Für Luft bei 20°C bestehen unter Verwendung der Zahlenwerte aus Tabelle III im Abschnitt 9 folgend äquivalente Beziehungen:

### Grobvakuum – Viskose Strömung

$$\lambda < \frac{d}{100} \Leftrightarrow p \cdot d > 6,0 \cdot 10^{-1} \text{ mbar} \cdot \text{cm}$$

### Feinvakuum – Knudsen-Strömung

$$\begin{aligned} \frac{d}{100} < \lambda < \frac{d}{2} &\Leftrightarrow \\ \Leftrightarrow 6 \cdot 10^{-1} > p \cdot d > 1,3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar} \cdot \text{cm} \end{aligned}$$

### Hoch- und Ultrahochvakuum- Molekularströmung

$$\lambda > \frac{d}{2} \Leftrightarrow p \cdot d < 1,3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar} \cdot \text{cm}$$

Im Gebiet der viskosen Strömung ist die Vorzugsrichtung der Geschwindigkeit aller Gasmoleküle gleich der makroskopischen Strömungsrichtung des Gases. Eine derartige Ausrichtung wird dadurch erzwungen, daß die Gasteilchen dicht gepackt sind und untereinander weit häufiger zusammenstoßen als mit den Begrenzungswänden der Apparatur. Die makroskopische Geschwindigkeit des Gases ist eine »Gruppengeschwindigkeit« und ist nicht identisch mit der »Thermischen Geschwindigkeit« der Gasmoleküle.

Im Gebiet der Molekularströmung überwiegen dagegen Stöße der Teilchen auf die Wände. Durch Reflexion, aber auch durch Desorption nach einer gewissen Verweilzeit auf den Behälterwänden, kann ein Gasteilchen im Hochvakumbereich jede beliebige Richtung erlangen, von einer Strömung im makroskopischen Sinn kann nicht mehr gesprochen werden.

Es wäre wenig sinnvoll, wollte man die Vakuumdruckbereiche in Abhängigkeit von den jeweiligen geometrischen Betriebsbedingungen festlegen. Die Grenzen der einzelnen Druckbereiche (siehe Tabelle IX in Abschnitt 9) sind so gewählt worden, daß bei normal dimensionierten Laboranlagen im Grobvakuum die Stöße der Gasteilchen untereinander, im Hoch- und Ultrahochvakuum dagegen die Stöße der Gasteilchen auf die Behälterwände überwiegen.

Im Hoch- und Ultrahochvakuumbereich ist die Beschaffenheit der Wände eines Vakuumbehälters von ausschlaggebender Bedeutung, denn unterhalb  $10^{-3}$  mbar befinden sich durchwegs mehr Gasmoleküle auf den Oberflächen als im Gasraum selbst. Nimmt man an, daß sich auf der Innenwand einer evakuierten Kugel von  $1 \text{ cm}^3$  Volumen eine monomolekulare adsorbierte Schicht befindet, so ist das Verhältnis der Anzahl der adsorbierten Teilchen zur Anzahl der freien Teilchen im Raum:

$$\begin{array}{lll} \text{bei } 1 & \text{mbar} & 10^{-2} \\ \text{bei } 10^{-6} & \text{mbar} & 10^{+4} \\ \text{bei } 10^{-11} & \text{mbar} & 10^{+9} \end{array}$$

Aus diesem Grund dient zur Charakterisierung des Ultrahochvakuums und zur Abgrenzung dieses Bereiches gegen den Hochvakuumbereich die Bedeckungszeit  $\tau$  (siehe Abschnitt 1.1). Die Bedeckungszeit  $\tau$  beträgt im Hochvakuum nur Bruchteile von Sekunden, im Ultrahochvakuum dagegen Minuten und Stunden. Gasfreie Oberflächen lassen sich daher nur unter Ultrahochvakuum-Bedingungen herstellen und über längere Zeiträume aufrecht erhalten.

Mit dem Druck ändern sich noch weitere physikalische Eigenschaften. So sind unter anderem die Wärmeleitfähigkeit und die innere Reibung von Gasen im Feinvakuumgebiet sehr stark vom Druck abhängig. Im Grob- und Hochvakuumgebiet dagegen sind diese beiden Eigenschaften nahezu druckunabhängig.

Daher ist es verständlich, daß nicht nur die Pumpen, die man zur Erzeugung von Drücken in den unterschiedlichen Vakuumbereichen braucht, unterschiedlich sind, sondern auch die zur Messung der Drücke verwendbaren Vakuummeter. Eine übersichtliche Zuordnung von Pumpen und Meßgeräten für die einzelnen Druckbereiche ist in Abb. 9.16. und 9.16a im Abschnitt 9 aufgeführt.

### 1.5.2 Berechnung von Strömungsleitwerten

Das zum Evakuieren eines Behälters oder zum Durchführen eines Prozesses in einer Vakuumanlage erforderliche effektive Saugvermögen stimmt nur dann mit dem katalogmäßig angegebenen Saugvermögen der verwendeten Pumpe (oder des Pumpenag-

gregates) überein, wenn die Pumpe direkt mit dem Behälter oder der Anlage verbunden ist. Dies ist praktisch nur sehr selten möglich. Fast immer ist die Zwischenschaltung eines Rohrleitungssystems erforderlich, das Ventile, Abscheider, Kühlfallen usw. enthält. Dieses stellt einen Strömungswiderstand dar, der zur Folge hat, daß das effektive Saugvermögen  $S_{\text{eff}}$  stets kleiner ist als das Saugvermögen  $S$  der Pumpe oder der Pumpenkombination. Um also am Behälter ein bestimmtes effektives Saugvermögen zu gewährleisten, muß man das Saugvermögen der Pumpe entsprechend höher wählen. Der Zusammenhang zwischen  $S$  und  $S_{\text{eff}}$  ist durch folgende vakuumtechnische Grundgleichung gegeben:

$$\frac{1}{S_{\text{eff}}} = \frac{1}{S} + \frac{1}{L} \quad (1.24)$$

$L$  ist der gesamte Strömungsleitwert des Rohrsystems, der sich aus den Einzelwerten der verschiedenen in Serie liegenden Bauteile (Ventile, Dampfsperren, Abscheider usw.) zusammensetzt:

$$\frac{1}{L} = \frac{1}{L_1} + \frac{1}{L_2} + \frac{1}{L_3} + \dots + \frac{1}{L_n} \quad (1.25)$$

Gleichung (1.24) sagt, daß nur im Falle  $L = \infty$  (also Strömungswiderstand  $W = 0$ )  $S = S_{\text{eff}}$  wird. Zur Berechnung der Leitwerte  $L$  für Rohrleitungen stehen dem Vakuumtechniker eine Reihe brauchbarer Gleichungen zur Verfügung; die Leitwerte von Ventilen, Kühlfallen, Abscheidern und Dampfsperren müssen in der Regel durch Versuche bestimmt werden.

Generell ist zu beachten, daß der Leitwert eines vakuumtechnischen Bauteiles keineswegs einen konstanten, druckunabhängigen Wert hat, sondern sehr stark von der Art der Strömung (Strömungskontinuum, Molekularströmung; siehe unten) und damit vom Druck abhängt. Bei der Verwendung von Leitwertzahlen in vakuumtechnischen Berechnungen ist daher stets darauf zu achten, daß in einem bestimmten Druckgebiet nur die dort gültigen Leitwerte verwendet werden.

### 1.5.3 Leitwerte von Rohrleitungen und Öffnungen

Leitwerte hängen außer vom Druck und der Art des strömenden Gases auch noch von der Querschnittsform der Leitung (z.B.

kreisförmiger Querschnitt, elliptischer Querschnitt), von deren Länge sowie davon ab, ob die Rohrleitung gestreckt ist oder Krümmungen aufweist. Daher kommt es, daß zur Berücksichtigung der praktisch vorkommenden, gebräuchlichen Fälle verschiedene Gleichungen erforderlich sind, von denen jede nur für einen bestimmten Bereich anwendbar ist. Dies ist bei Berechnungen stets zu beachten.

a) **Leitwert für eine gerade, nicht zu kurze Rohrleitung der Länge  $l$**  mit Kreisquerschnitt vom Durchmesser  $d$  für das Druckgebiet der Laminar-, Knudsen- und Molekularströmung, gültig für Luft von  $20^\circ\text{C}$  (Knudsen-Gleichung):

$$L = 135 \frac{d^4}{l} \bar{p} + 12,1 \frac{d^3}{l} \cdot \frac{1 + 192 \cdot d \cdot \bar{p}}{1 + 237 \cdot d \cdot \bar{p}} \ell/\text{s} \quad (1.26)$$

$$\text{mit } \bar{p} = \frac{p_1 + p_2}{2}$$

$d$  = Rohr-Innendurchmesser in cm

$l$  = Rohrlänge in cm ( $l \geq 10 d$  !)

$p_1$  = Druck am Rohranfang (in Strömungsrichtung) in mbar

$p_2$  = Druck am Rohrende (in Strömungsrichtung) in mbar

Schreibt man (1.26) in der Form

$$L = 12,1 \cdot \frac{d^3}{l} \cdot f(d \cdot \bar{p}) \quad (1.26a)$$

$$\text{mit} \quad (1.27)$$

$$f(d \cdot \bar{p}) = \frac{1 + 203 \cdot d \cdot \bar{p} + 2,78 \cdot 10^3 \cdot d^2 \cdot \bar{p}^2}{1 + 237 \cdot d \cdot \bar{p}}$$

so kann man aus dem Verlauf der Funktion  $f(d \cdot \bar{p})$  die beiden wichtigen Grenzfälle ableiten:

**Grenzfall der laminaren Strömung**  
( $d \cdot \bar{p} > 6 \cdot 10^{-1}$  mbar · cm):

$$L = 135 \cdot \frac{d^4}{l} \cdot \bar{p} \ell/\text{s} \quad (1.28a)$$

**Grenzfall der Molekularströmung**  
( $d \cdot \bar{p} < 10^{-2}$  mbar · cm) :

$$L = 12,1 \cdot \frac{d^3}{l} \ell/\text{s} \quad (1.28b)$$

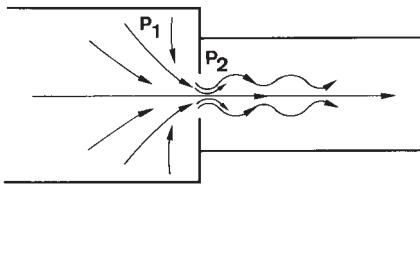


Abb. 1.2  
Strömung eines Gases durch eine Öffnung (A) bei hohen Drücken (viskoser Strömung)

### Im Gebiet der Molekularströmung ist der Leitwert unabhängig vom Druck!

Im Übergangsgebiet  $10^{-2} < d \cdot \bar{p} < 6 \cdot 10^{-1}$  mbar · cm muß die vollständige Knudsen-Gleichung (1.26) verwendet werden. Leitwerte gerader Rohre üblicher Nennweiten sind in den Diagrammen der Abb. 9.5 (Laminarströmung) sowie der Abb. 9.6 (Molekularströmung) in Abschnitt 9 angegeben. Weitere Nomogramme zur Leitwertbestimmung siehe ebenfalls Abschnitt 9 (Abb. 9.8 und 9.9).

b) **Leitwerte L einer Öffnung A** (A in  $\text{cm}^2$ ): Für den Fall des Strömungskontinuums (viskose Strömung) gelten für Luft und 20°C mit  $p_2/p_1 = \delta$  nach Prandtl die Gleichungen:

$$\text{für } \delta \geq 0,528 \quad (1.29)$$

$$L_{\text{visk}} = 76,6 \cdot \delta^{0,712} \cdot \sqrt{1-\delta^{0,288}} \cdot \frac{A}{1-\delta} \cdot \frac{\ell}{s}$$

$$\text{für } \delta \leq 0,528 \quad (1.29a)$$

$$L_{\text{visk}} = 20 \cdot A \cdot \frac{\ell}{1-\delta} \cdot \frac{s}{s}$$

$$\text{und für } \delta \leq 0,03 \quad (1.29b)$$

$$L_{\text{visk}} = 20 \cdot A \cdot \frac{\ell}{s}$$

$\delta = 0,528$  ist für Luft das kritische Druckverhältnis  $\left(\frac{p_2}{p_1}\right)_{\text{krit}}$

Für  $\delta < 0,528$  ist die Strömung verblockt, der Gasstrom also konstant. Für den Fall der Molekularströmung (Hochvakuum) gilt – ebenfalls für Luft –

$$L_{\text{mol}} = 11,6 \cdot A \cdot \frac{\gamma}{s} \quad (A \text{ in } \text{cm}^2) \quad (1.30)$$

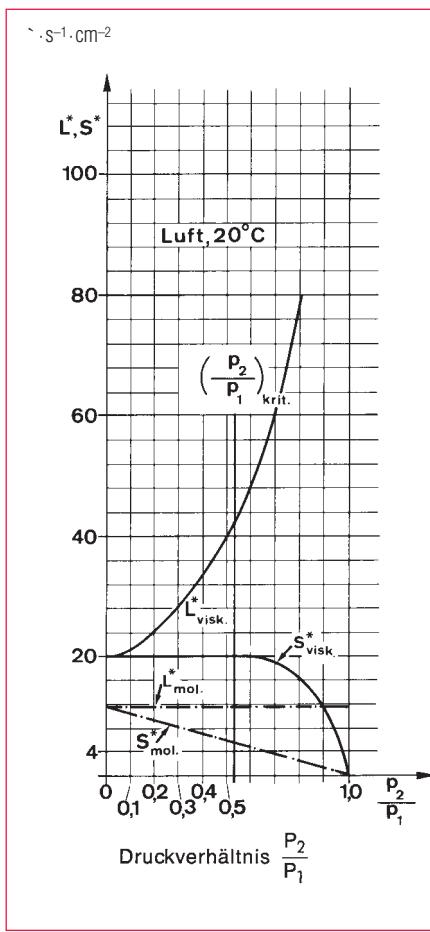


Abb. 1.3  
Flächenbezogene Leitwerte  $L^*$  und  $L^*$  sowie flächenbezogene Saugvermögen  $S^*$  und  $L^*$  einer Öffnung A in Abhängigkeit vom Druckverhältnis  $p_2/p_1$  für Luft von 20°C

In Abb. 1.3 sind zusätzlich die auf die Fläche A bezogenen Saugvermögen  $S^*_{\text{visk}}$  und  $S^*_{\text{mol}}$  einer Öffnung in Abhängigkeit von  $\delta = p_2/p_1$  angegeben. Die angegebenen Gleichungen gelten für Luft bei 20 °C. In die hier nicht angegebenen, allgemeinen Gleichungen geht die molare Masse des strömenden Gases ein. Beim Arbeiten mit

anderen Gasen sind die für Luft angegebenen Leitwerte mit den Faktoren der Tabelle 1.1 zu multiplizieren.

### Nomographische Bestimmung von Leitwerten

Die Leitwerte von Rohrleitungen und Öffnungen für Luft und andere Gase lassen sich auf nomographischem Wege ermitteln. Es ist nicht nur die Ermittlung des Leitwertes einer Rohrleitung bei vorgegebenen Werten für Durchmesser, Länge und Druck möglich, sondern auch die Dimensionierung des erforderlichen Rohrdurchmessers einer Leitung, wenn ein Pumpsatz bei vorgegebenem Druck und vorgegebener Länge der Leitung ein bestimmtes effektives Saugvermögen erreichen soll oder die Bestimmung der maximal zulässigen Rohrlänge, wenn die übrigen Parameter bekannt sind. Die erhaltenen Werte gelten natürlich nicht für turbulente Strömungen. In Zweifelsfällen sollte die Reynoldszahl Re (siehe Abschnitt 1.5.1) durch die näherungsweise gültige Beziehung

$$Re = 15 \cdot \frac{q_{pv}}{d} \quad (1.31)$$

abgeschätzt werden.  $q_{pv} = S \cdot p$  ist darin die Durchflußleistung in mbar · s, d der Durchmesser der Rohrleitung in cm.

Eine Zusammenstellung von Nomogrammen, die sich in der Praxis bewährt haben, ist in Abschnitt 9 enthalten.

### 1.5.4 Leitwerte anderer Bauelemente

Wenn die Leitung Kniestücke oder Bögen (z.B. Eckventile) hat, können diese dadurch berücksichtigt werden, daß eine größere ef-

Gas (20 °C)	Molekularströmung	Laminarströmung
Luft	1,00	1,00
Sauerstoff	0,947	0,91
Neon	1,013	1,05
Helium	2,64	0,92
Wasserstoff	3,77	2,07
Kohlendioxid	0,808	1,26
Wasserdampf	1,263	1,73

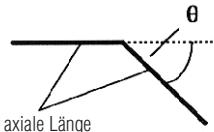
Tabelle 1.1  
Umrechnungsfaktoren (siehe Text)

fektive Länge  $l_{\text{eff}}$  der Rohrleitung angenommen wird, die sich folgendermaßen abschätzen lässt:

$$l_{\text{eff}} = l_{\text{axial}} + 1,33 \cdot \frac{\theta}{180^\circ} \cdot d \quad (1.32)$$

mit

$l_{\text{axial}}$  : axiale Länge der Leitung (in cm)  
 $l_{\text{eff}}$  : effektive Länge der Leitung (in cm)  
 $d$  : Innendurchmesser der Leitung (in cm)  
 $\theta$  : Winkel des Knies (in Winkel °)



Leitwerte von Dampfsperren, Kühlfallen, Adsorptionsfallen und Ventilen sind für den Bereich der Molekularströmung bei den technischen Daten dieser Bauteile im Katalog aufgeführt. Bei höheren Drücken, d. h. also im Bereich der Knudsen- und der laminaren Strömung, haben Ventile etwa den gleichen Leitwert wie Rohrleitungen entsprechender Nennweiten und axialen Längen. Für Eckventile muß bei der Leitwert-Berechnung ein Kniestück berücksichtigt werden.

Bei Staubfiltern, die oft zum Schutze von Gasballast- und Wälzkolbenpumpen verwendet werden, ist katalogmäßig die Drosselung in % bei verschiedenen Drücken aufgeführt. Andere Bauelemente, namentlich die Abscheider und Kondensatoren, sind so konstruiert, daß sie das Saugvermögen nicht nennenswert drosseln.

Als Faustregel zur Dimensionierung von Vakuumleitungen gilt: **Die Leitungen müssen möglichst kurz und weit sein.** Sie müssen wenigstens den gleichen Querschnitt haben wie der Saugstutzen der Pumpe. Ist es wegen besonderer Umstände nicht möglich, die Saugleitung kürzer zu machen, so empfiehlt es sich, wo immer dies aus konstruktiven und wirtschaftlichen Gründen möglich ist, eine kleine Wälzkolbenpumpe in die Saugleitung einzuschalten. Diese wirkt dann wie eine Förderpumpe, die den Leitungswiderstand herabsetzt.

## 2. Vakuumerzeugung

### 2.1. Vakuumpumpen: Übersicht über die verschiedenen Arten von Vakuumpumpen

Um in einem bestimmten gaserfüllten Volumen die Gasdichte und damit (siehe Gleichung 1.5) den Gasdruck zu verringern, müssen Gasteilchen aus dem Volumen entfernt werden: hierzu dienen Vakuumpumpen. Grundsätzlich unterscheidet man zwei Gruppen von Vakuumpumpen:

- solche, die über eine oder mehrere Kompressionsstufen die Gasteilchen aus dem auszupumpenden Volumen entfernen und in die atmosphärische Luft befördern (Kompressionspumpen). Die Förderung der Gasteilchen erfolgt durch Verdrängen oder Impulsübertragung;
- Vakuumpumpen, welche die zu entfernenden Gasteilchen an einer festen Wand, die oft einen Teil der Begrenzung des auszupumpenden Volumens ausmacht, kondensieren oder auf andere Weise (z. B. chemisch) binden.

Eine dem heutigen Stand der Technik und den praktischen Anwendungen gemäß Einteilung unterscheidet folgende Pumpentypen, von denen die ersten drei Gruppen zu den Kompressionspumpen zählen, die restlichen zwei Gruppen zu den Kondensations- und Getterpumpen:

- Pumpen, die durch periodisch sich vergrößernde und verkleinernde Schöpfräume arbeiten (Drehtriebelpumpen und Sperrschieberpumpen, früher auch Trochoidenpumpen);
- Pumpen, die bei gleichbleibendem Schöpfraum Gasmengen von der Niederdruck- auf die Hochdruckseite transportieren (Wälzkolben- und Turbo-Molekularpumpen);
- Pumpen, deren Pumpwirkung im wesentlichen durch Diffusion von Gasen in einen gasfreien Dampfstrahl hoher Geschwindigkeit zustande kommt (Treibmittelpumpen);
- Pumpen, die Dämpfe durch Kondensatoren abpumpen (Kondensatoren), ferner Pumpen, die sogenannte Permanentgase durch Kondensation bei sehr tiefen Temperaturen abpumpen (Kryopumpen);
- Pumpen, die durch Adsorption oder Absorption Gase an weitgehend gasfreien Oberflächen binden oder in ihnen einzulagern (Sorptionspumpen).

Eine Übersicht über diese Gruppen von Vakuumpumpen gibt das Schema der Tabelle 2.1.

#### 2.1.1 Oszillationsverdränger-Vakuumpumpen

##### 2.1.1.1 Membranpumpen

Membranpumpen gewinnen in letzter Zeit unter anderem aus Umweltaspekten an Bedeutung. Sie sind eine Alternative zu Wasserstrahlvakuumpumpen, da sie kein Abwasser produzieren. Insgesamt kann eine Membranvakuumpumpe bis zu 90% Betriebskosten im Vergleich zu einer Wasserstrahlpumpe einsparen. Gegenüber Drehtriebelpumpen ist der Schöpfraum völlig frei von Öl. Konstruktionsbedingt werden auch keine ölüberlagerten Simmerringe benötigt. Membranvakuumpumpen sind ein- oder mehrstufige, trockenverdichtende Vakuumpumpen (es werden bis zu vierstufige Membranpumpen gebaut). Dabei wird eine Membran mit ihrem äußeren Umfang zwischen Pumpenkopf und Gehäusewand eingespannt (Abbildung 2.1). Sie wird durch ein Pleuel über einen Exzenter oszillierend bewegt. Der sich abwechselnd vergrößernde und verkleinernde Schöpf- bzw. Kompressionsraum bewirkt den Pumpvorgang. Die Ventile sind so angeordnet, daß während der Vergrößerung des Schöpfraumes eine Verbindung zur Ansaugleitung besteht. Beim Verdichten ist der Arbeitsraum mit der Auspuffleitung verbunden. Die Membran trennt den Getrieberraum hermetisch vom Förderraum ab, so daß dieser frei von Öl und Schmiermitteln bleibt (trockene Vakuumpumpe). Membran und Ventile sind die einzigen Teile, die mit dem zu pumpenden Medium in Kontakt kommen. Beschichtet man die Membran mit PTFE und fertigt Ein- und Auslaßventil aus einem hochfluorierten Elastomer wie z.B. bei der DIVAC von LEYBOLD, so kann man aggressive Dämpfe und Gase abpumpen. Sie ist deshalb vor allem für vakuumtechnische Anwendungen im Chemielabor geeignet.

Bedingt durch die begrenzte elastische Deformierbarkeit der Membran ergibt sich ein vergleichsweise geringes Saugvermögen. Bei diesem Pumprinzip verbleibt am oberen

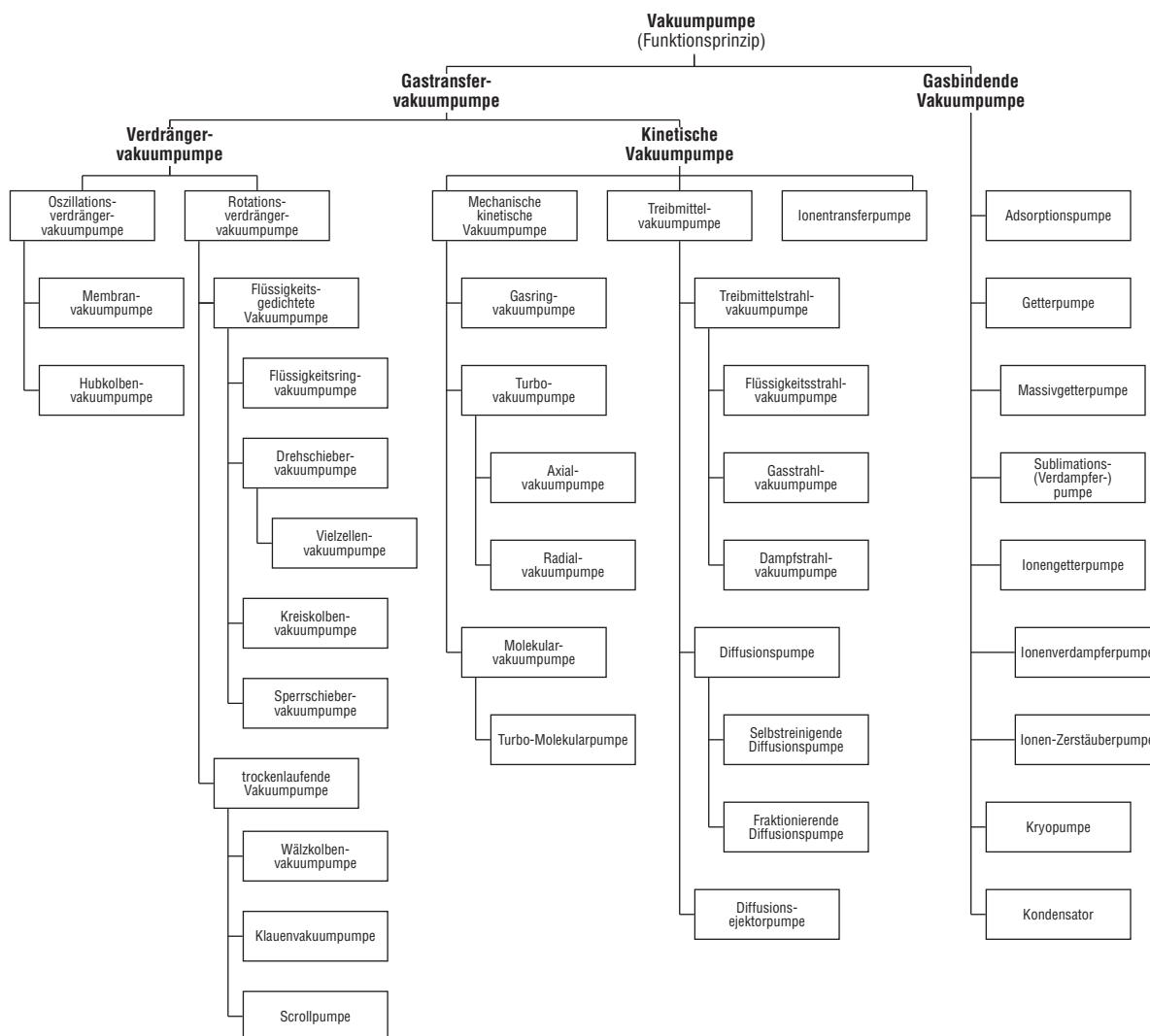


Tabelle 2.1  
Schematische Einteilung der Vakuumpumpen

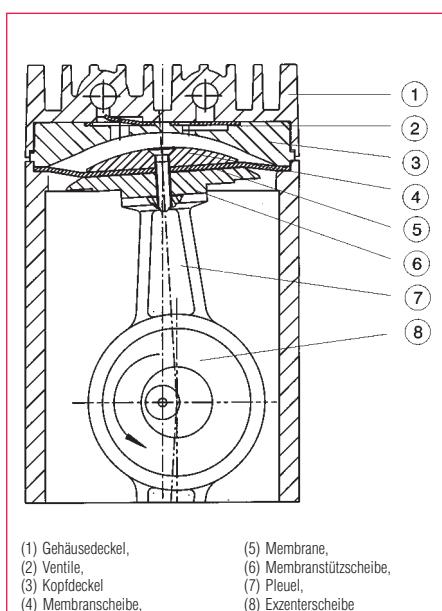


Abb. 2.1  
Schematische Darstellung des Aufbaues einer Membranpumpenstufe (Vacuubrand)

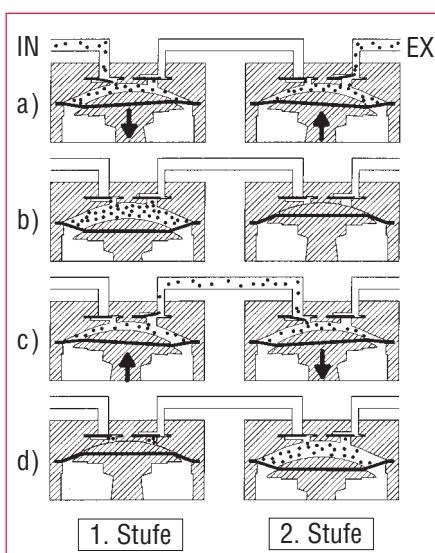


Abb. 2.2  
Veranschaulichung der Funktionsweise einer zweistufigen Membranpumpe (Vacuubrand)

Topunkt des Kolbens ein Restvolumen, der sogenannte »schädliche Raum«. Aus diesem können die Gase nicht in die Auspuffleitung befördert werden. Die unter dem Auspuffdruck bleibende Gasmenge expandiert während des folgenden Saughubes in den sich vergrößernden Arbeitsraum und füllt ihn aus, so daß bei abnehmenden Ansaugdruck immer weniger neues Gas einströmen kann. Der volumetrische Wirkungsgrad verschlechtert sich aus diesem Grund laufend. Membranvakuumpumpen können deshalb kein größeres Verdichtungsverhältnis erzielen, als das Verhältnis von maximalen Arbeitsraum zu »schädlichem Raum«. Der Enddruck liegt bei einstufigen Membranvakuumpumpen bei etwa 80 mbar, bei zweistufigen Pumpen, wie der DIVAC von LEYBOLD bei etwa 10 mbar (siehe Abb. 2.2), bei dreistufigen bei etwa 2 mbar und bei vierstufigen Membranpum-

pen etwa bei  $5 \cdot 10^{-1}$  mbar. Membranpumpen mit so niedrigem Enddruck eignen sich als Vorpumpen für Turbo-Molekularpumpen mit baulich integrierter Schraubenstufe (Compound- oder Wide-Range-Turbo-Molekularpumpen, wie z.B. die TURBOVAC 55 von LEYBOLD). Auf diese Weise erhält man ein absolut ölfreies Pumpensystem, was für Meßanordnungen wie Massenspektrometer-Systeme und Leckdetektoren sehr wichtig ist. Im Gegensatz zur Drehschieberpumpe hat diese Pumpenkombination für Leckdetektoren den Vorteil, daß in einer Membranpumpe naturgemäß kein Helium im Öl gelöst und damit auch kaum Geräteuntergrund verursacht werden kann.

## 2.1.2 Flüssigkeitsgedichtete Rotations-Verdrängerpumpen

### 2.1.2.1 Flüssigkeitsringvakumpumpen

Aufgrund des Pumprinzipps und des einfachen Aufbaus eignen sich Flüssigkeitsring-Vakumpumpen besonders zum Fördern von Gasen und Dämpfen, die auch geringe Mengen von Flüssigkeiten enthalten können. Wasserdampf-gesättigte Luft oder andere Gase mit kondensierbaren Dampfanteilen können ohne weiteres gefördert werden. Konstruktionsbedingt sind Flüssigkeitsringpumpen unempfindlich gegen Verunreinigungen des Förderstromes. Die erreichbaren Ansaugdrücke liegen zwischen Atmosphärendruck und Dampfdruck der verwendeten Betriebsflüssigkeit. Für Wasser von 15°C ist ein Betriebsdruck von etwa 33 mbar erreichbar. Eine typische Anwendung von Wasserringvakumpumpen ist die Turbinenentlüftung von Dampfturbinen in Kraftwerken. Flüssigkeitsringvakumpumpen (Abb. 2.3) sind Rotations-Verdrängerpumpen, die zur Förderung des abzusaugenden Gases eine Betriebsflüssigkeit für den während des Betriebes rotierenden Flüssigkeitsring benötigen. Das in ein zylindrisches Gehäuse eingebaute (Schaufel-)Laufrad ist exzentrisch im Gehäuse angeordnet. Im abgeschalteten Zustand ist die Pumpe etwa zur Hälfte mit Betriebsflüssigkeit gefüllt. Axial sind die durch die Schaufeln gebildeten Zellen des Laufrades durch »Steuerscheiben« begrenzt und abgedichtet. Diese Steuerscheiben sind mit Saug- und Druckschlitzten versehen, die zu den entsprechenden Pumpstutzen führen. Nach

dem Einschalten rotiert das *exzentrisch* im Gehäuse angeordnete Laufrad; dabei bildet sich ein mitlaufender, *konzentrisch* zum Pumpengehäuse rotierender Flüssigkeitsring, der an der engsten Stelle zwischen Laufradachse und Gehäusewand die Laufradkammern voll ausfüllt und sich mit fortschreitender Drehung wieder aus den Kammern zurückzieht. Durch die Leerung der Kammern wird das Gas angesaugt, durch die anschließende Füllung erfolgt die Verdichtung. Die jeweiligen Grenzen des Ansaug- bzw. Ausschubvorganges werden durch die Geometrie der Öffnungen in den Steuerscheiben bestimmt.

Zusätzlich zur Verdichtungsarbeit übernimmt die Betriebsflüssigkeit noch drei weitere wichtige Aufgaben: 1. Abführen der Verdichtungswärme, 2. Aufnahme von Flüssigkeiten und Dämpfen (Kondensat) und 3. die Abdichtung zwischen Laufrad und Gehäuse.

### 2.1.2.2 Ölgedichtete Rotations-Verdrängerpumpen

Unter einer Verdränger-Vakumpumpe versteht man allgemein eine Vakumpumpe, die das zu fördernde Gas mit Hilfe von Kolben, Rotoren, Schiebern, Ventilen u. a. anasugt, eventuell verdichtet und dann austößt. Der Pumpvorgang kommt durch eine Drehbewegung des Kolbens im Innern der Pumpe zustande. Man unterscheidet ölüberlagerte und trockenlaufende Verdrängerpumpen. Durch Ölüberlagerung der bewegten Teile lassen sich in einer Stufe hohe Kompressionsverhältnisse bis etwa  $10^5$  erreichen. Bei fehlender Ölüberlagerung ist die »innere Undichtheit« erheblich größer und

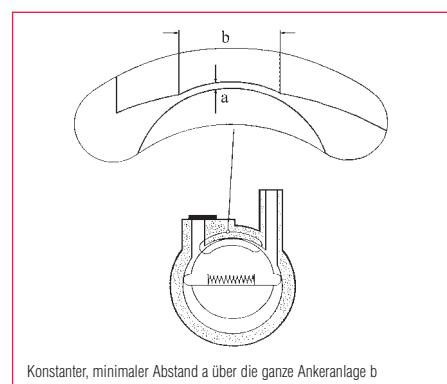


Abb. 2.4  
Ankeranlage bei Drehschieberpumpen.

die erreichbare Kompression entsprechend geringer, etwa 10.

Wie der Pumpenstammbaum in Tabelle 2.1 zeigt, gehören zu den ölgedichteten Verdrängerpumpen unter anderem Drehschieber- und Sperrschieberpumpen in ein- und zweistufigen Ausführungen sowie einstufige Trochoidenpumpen (Kreiskolbenpumpen), die heute allerdings nur noch historische Bedeutung haben. Diese Pumpen sind alle mit einer Gasballasteinrichtung ausgerüstet, die erstmals von Gaede (1935) angegeben wurde (nähere Beschreibung siehe 2.1.2.2.4). Die Gasballasteinrichtung ermöglicht innerhalb angegebener technischer Grenzen das Abpumpen von Dämpfen (insbesondere von Wasserdampf), ohne daß sie beim Kompressionsvorgang in der Pumpe kondensieren.

### 2.1.2.2.1 Drehschieberpumpen (TRIVAC A, TRIVAC B, TRIVAC E, SOGEVAC)

Drehschieberpumpen (siehe Abb. 2.5 und 2.6) bestehen aus einem zylindrischen Gehäuse (Pumpenring) (1), in dem sich ein exzentrisch gelagerter, geschlitzter Rotor (2) in Richtung des Pfeiles dreht. Der Rotor enthält meist durch Fliehkraft, aber auch durch Federn auseinander gedrückte Schieber (16), die an der Gehäusewand entlang gleiten und dabei die an der Saugöffnung (4) eingedrungene Luft vor sich herschieben, um sie schließlich durch das ölüberlagerte Auspuffventil (12) aus der Pumpe auszustoßen.

Die historisch ältere TRIVAC A-Pumpenreihe (Abb. 2.5) von LEYBOLD hat drei radiale, um 120° versetzt angeordnete Schieber. Die TRIVAC B Pumpenreihe (Abb. 2.6) hat nur zwei um 180° versetzte Schieber. In beiden

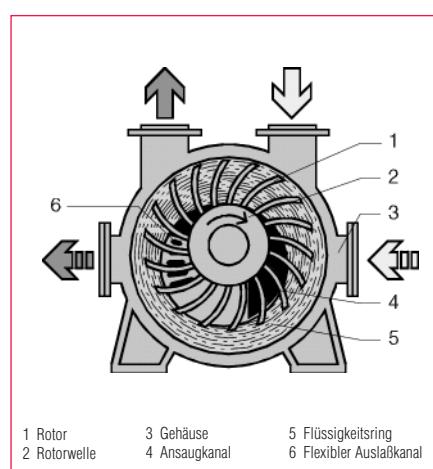


Abb. 2.3  
Flüssigkeitsringvakumpumpe, schematisch (Siemens)

	TRIVAC A	TRIVAC B	TRIVAC BCS	TRIVAC E	SOGEVAC
Schieber je Stufe	3	2	2	2	3 (tangential)
Saugvermögen [m³/h]	1 – 1,5 2 – 4 8 – 16 30 – 60	1,6 4 – 8 16 – 25 40 – 65	16 – 25 40 – 65	1,2 2,5 5 – 10	16 – 25 40 – 100 180 – 280 585 – 1200
Ankeranlage	ja	ja	ja	ja	nein
Enddruck, einstufig [mbar]	$< 2 \cdot 10^{-2}$	$< 2 \cdot 10^{-2}$	$< 2 \cdot 10^{-2}$	–	$< 5 \cdot 10^{-1}$
Enddruck, zweistufig [mbar]	$< 2,5 \cdot 10^{-4}$	$< 1 \cdot 10^{-4}$	$< 1 \cdot 10^{-4}$	$< 1 \cdot 10^{-4}$	–
Ölversorgung	Druckdifferenz	Zahnradpumpe	Zahnradpumpe	Exzenterpumpe	Druckdifferenz
Spalte	bei allen Typen vergleichbar : etwa 0,01 bis 0,05 mm				
Lager / Schmierung	Gleitring / Öl	Gleitring / Öl	Gleitring / Öl	Kugel / Fett	Kugel / Öl
besondere Eigenschaften		hydropneumat. Saugstutzenventil	medienberührende Teile beschichtet	zahlreiches Zubehör	preiswert
Medien	kein Ammoniak	sauber bis leichte Partikel	aggressiv und korrosiv	sauber bis leichte Partikel	sauber
Haupt Einsatz-Gebiete	Allzweck-Einsatz	Allzweck-Einsatz	Halbleiter-Industrie	Allzweck-Einsatz	Verpackungs-industrie

Tabelle 2.2  
Drehschieberpumpenreihen

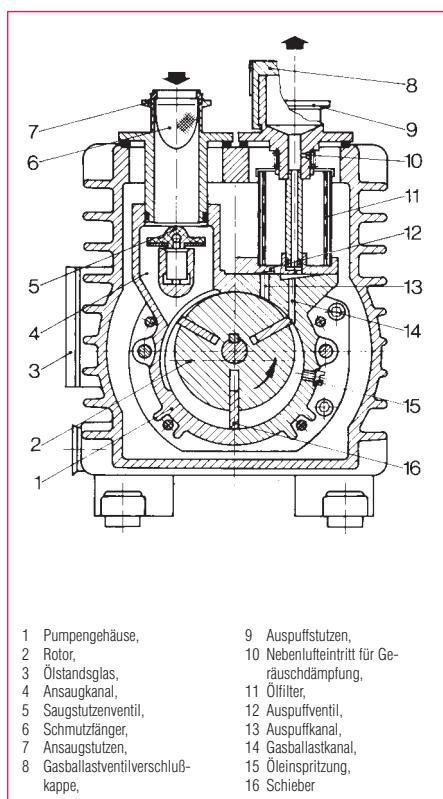


Abb. 2.5  
Schnitt durch eine einstufige Drehschieberpumpe  
(TRIVAC A)

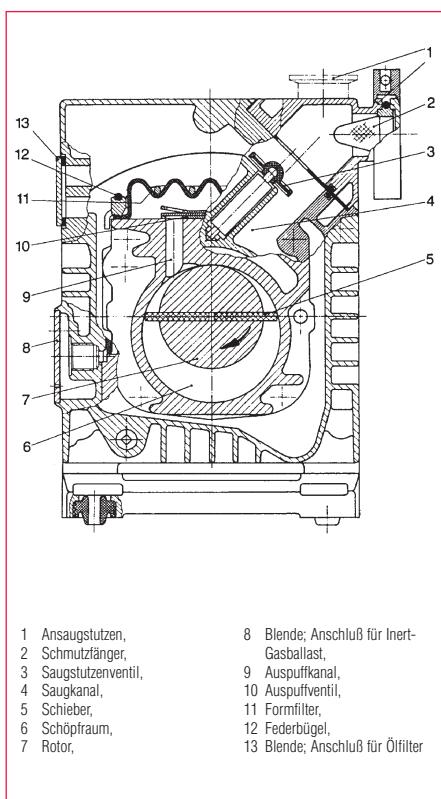


Abb. 2.6  
Schnitt durch eine einstufige Drehschieberpumpe  
(TRIVAC B)

Fällen werden die Schieber ohne Feder durch Fliehkraft nach außen gedrückt, was bei niedrigen Umgebungstemperaturen eventuell dünnflüssigeres Öl erfordert. Die A-Reihe hat eine Differenzdruckschmierung, die B-Reihe eine Druckumlaufschmierung mit Zahnradölpumpe. Die TRIVAC B-Reihe zeichnet sich zusätzlich durch ein besonders zuverlässiges Saugstutzenventil, durch Ansaug- und Auspuffstutzen mit horizontaler oder vertikalem Abgang und eine bedienerfreundlicher Anordnung von Ölschauglas und Gasballastventilbetätigung an der gleichen Seite des Ölcastens aus. Mit dem TRIVAC BCS-System hat sie zusätzlich eine sehr umfangreiche Zubehörpalette, die vor allem für die Halbleiterindustrie konzipiert wurde. Der Ölverrat der Drehschieberpumpe, aber auch der anderen ölüberlagerten Verdrängerpumpen dient der Schmierung und Abdichtung, aber auch zum Ausfüllen schädlicher Räume und Spalte sowie zum Abführen der Kompressionswärme, also zur Kühlung. Das Öl dichtet zwischen Rotor (auch Anker genannt) und Pumpenring. Diese beiden Teile »berühren sich fast« längs einer Geraden (Zylindermantellinie).

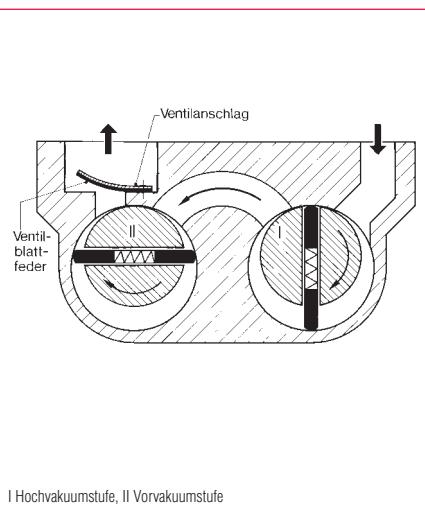


Abb. 2.7  
Schnitt durch eine zweistufige Drehschieberpumpe,  
schematisch

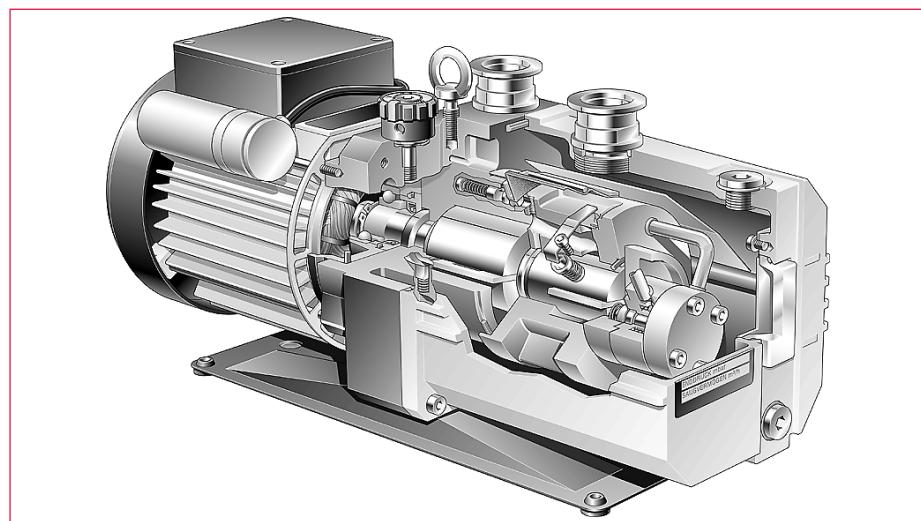


Abb. 2.8a  
Schnitt durch eine zweistufige Drehschieberpumpe (TRIVAC E)

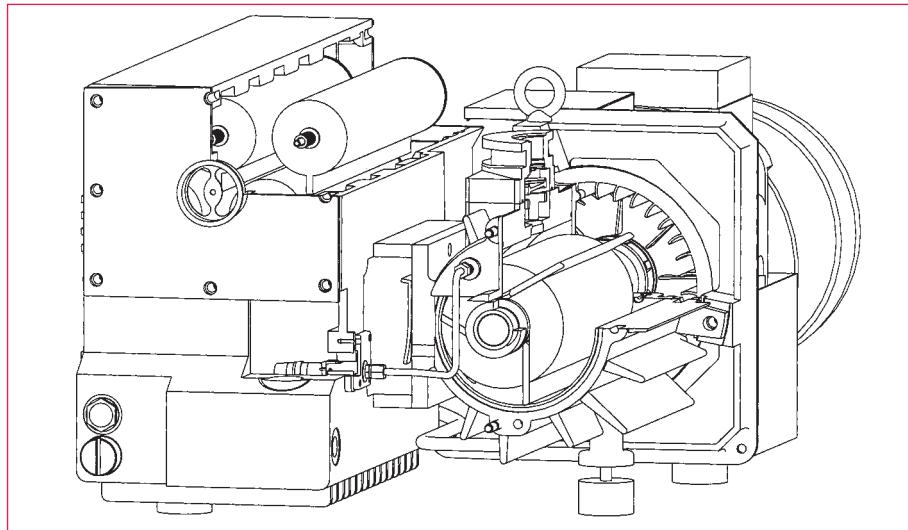
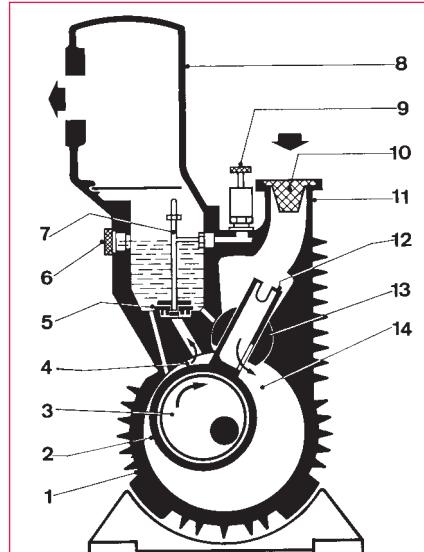


Abb. 2.8b  
SOGEVAC Pumpe SV 300 mit drei tangentialen Schiebern

Um die ölgedichtete Fläche zu vergrößern, wird bei manchen Pumpen eine sogenannte Ankeranlage in den Pumpenring eingebracht (siehe Abb. 2.4). Dadurch wird eine bessere Abdichtung und damit eine höhere Kompression bzw. ein niedrigerer Enddruck erreicht. Von LEYBOLD werden verschiedene Drehschieberpumpenreihen gefertigt, die unterschiedlichen Anwendungsfällen besonders angepaßt sind, wie z.B. hoher Ansaugdruck, tiefer Enddruck oder Anwendung in der Halbleiterindustrie. Eine Zusammenstellung der hervorstechendsten Eigenschaften dieser Pumpenreihen ist in der Tabelle 2.2 gegeben. Die TRIVAC-Drehschieberpumpen werden als einstufige TRIVAC-S-Pumpen und als zweistufige TRIVAC-D-Pumpen gefertigt (siehe Abb. 2.7).

Mit zweistufigen ölüberlagerten Pumpen lassen sich niedrigere Arbeits- und Enddrücke erzielen als mit entsprechenden einstufigen Pumpen. Der Grund liegt darin, daß bei einstufigen Pumpen das Öl zwangsläufig mit der äußeren Atmosphäre in Berührung kommt, von dort Gas aufnimmt, das während des Ölumlaufs, wenn auch nur teilweise, vakuumseitig entweicht und somit den erreichbaren Enddruck begrenzt. In den von LEYBOLD gefertigten zweistufigen ölüberlagerten Verdrängerpumpen wird der vakuumseitigen Stufe (Stufe 1 in Abb. 2.7) bereits vorrangiges Öl zugeführt: Der Enddruck liegt nun nahezu im Hochvakuum, die niedrigsten Arbeitsdrücke liegen an der Grenze Feinvakuum / Hochvakuum. Anmerkung: Die sogenannte Hochvakuumstufe (Stufe 1) mit nur ganz wenig Öl oder über-



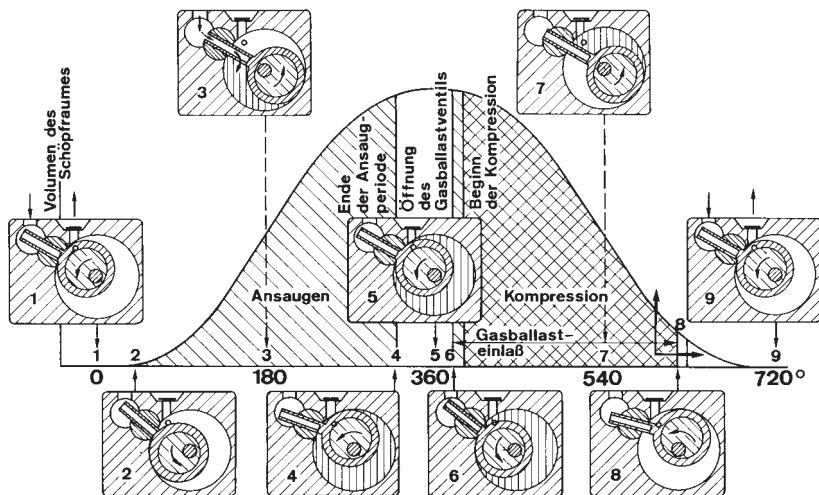
1 Gehäuse,  
2 zylindrischer Kolben,  
3 Exzenter,  
4 Kompressionsraum,  
5 ölüberlagertes Druckventil,  
6 Ölstandglas  
7 Gasballastkanal,  
8 Auspufftopf,  
9 Gasballastventil,  
10 Schmutzfänger,  
11 Ansaugstutzen,  
12 Sperrschieber,  
13 Sperrschieberlager,  
14 Schoppfraum  
(Luft strömt ein).

Abb. 2.9  
Schnitt durch eine einstufige Sperrschieberpumpe  
(Einblockbauart).

haupt ölfrei laufen zu lassen, kann in der Praxis trotz des sehr niedrigen Enddruckes zu erheblichen Schwierigkeiten führen und beeinträchtigt die Pumpen erheblich.

### 2.1.2.2 Sperrschieberpumpen (E-Pumpen)

Abb. 2.9 zeigt den Schnitt durch eine Sperrschieberpumpe in Einblockbauart. Bei ihr gleitet ein Kolben (2), der von einem sich in Pfeilrichtung drehenden Exzenter (3) mitgenommen wird, längs der Gehäusewand.



- 1 Oberer Totpunkt,  
2 Der Schlitz am Saugkanal des Schiebers wird freigegeben, Beginn der Ansaugperiode  
3 Unterer Totpunkt, Der Schlitz am Saugkanal ist ganz frei. Das abzusaugende Gas tritt frei in den Schöpfraum (schräffiert gezeichnet),  
4 Der Schlitz am Saugkanal wird durch die Lamellen wieder verschlossen. Ende der Ansaugperiode  
5 Oberer Totpunkt, maximaler Rauminhalt des Schöpfraumes,  
6 Kurz vor Beginn der Kompressionsperiode gibt die Stirnfläche des Pumpenkolbens die Gasballastöffnung frei,  
7 Gasballastöffnung ist ganz frei,  
8 Ende des Gasballasteinlasses,  
9 Ende der Pumpperiode

Abb. 2.10  
Arbeitszyklus einer Sperrschieberpumpe (Kolbenstellungen 1 – 9)

Das abzusaugende Gas strömt durch den Ansaugstutzen (11) in die Pumpe und gelangt durch den Saugkanal des Sperrschiebers (12) in den Schöpfraum (14). Der Schieber bildet mit dem Kolben eine Einheit und gleitet zwischen den im Gehäuse drehbaren Lamellen (Sperrschieberlager 13) hin und her. Das abgesaugte Gas befindet sich schließlich im Kompressionsraum (4). Bei der Drehung komprimiert der Kolben diese Gasmenge, bis sie durch das ölüberlagerte Ventil (5) ausgestoßen wird. Der Ölvorrat dient, wie bei den Drehschieberpumpen, zur Schmierung, Abdichtung, Schadraumfüllung und Kühlung. Da der Schöpfraum durch den Kolben in zwei Räume unterteilt ist, wird bei jeder Umdrehung ein Arbeitsschritt beendet (Arbeitszyklus siehe Abb. 2.10). Auch Sperrschieberpumpen werden ein- und zweistufig gefertigt. Bei zahlreichen Vakuumprozessen kann die Kombination einer Wälzkolbenpumpe mit einer einstufigen Sperrschieberpumpe vorteilhafter sein als eine zweistufige Sperrschieberpumpe. Reicht für den Prozeß eine derartige Kombination oder eine zweistufige Pumpe nicht aus, so empfiehlt sich häufig die Verwendung einer Wälzkolbenpumpe in Verbindung mit einer zweistufigen Pumpe. Dies gilt nicht für Kombinationen mit Drehschieberpumpen und Wälzkolbenpumpen.

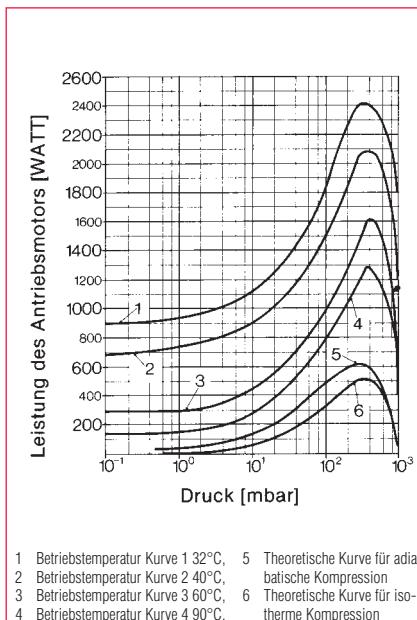


Abb. 2.11  
Abhängigkeit der Antriebsleistung des Motors einer Sperrschieberpumpe (Saugvermögen 60 m³/h) von Ansaugdruck und der Betriebstemperatur. Kurven von Gasballastpumpen anderer Größen verlaufen entsprechend.

## Motorleistung

Die zu den Dreh- und Sperrschieberpumpen gelieferten Motoren reichen bei Umgebungstemperaturen von 12 °C und Verwendung unserer Spezialöle für das Maximum der Antriebsleistung (bei etwa 400 mbar)

aus. Im eigentlichen Arbeitsgebiet der Pumpen erfordert der Antrieb der warmgelaufenen Pumpen nur etwa ein Drittel der installierten Motorleistung (s. Abb. 2.11).

## 2.1.2.2.3 Trochoidenpumpen

Die Trochoidenpumpen gehören zu den sogenannten Kreiskolbenpumpen, die (siehe Übersicht Tab. 2.1) wiederum zu den Rotationspumpen zu zählen sind. Bei Kreiskolbenmaschinen läuft der Schwerpunkt des Kolbens auf einer Kreisbahn um die Drehachse (daher der Name Kreiskolbenmaschinen). Eine Kreiskolbenpumpe ist daher, im Gegensatz z. B. zur Sperrschieberpumpe dynamisch völlig auswuchtbar. Dies hat den Vorteil, daß auch größere Pumpen erschütterungsfrei laufen und ohne Fundament aufgestellt werden können. Außerdem kann man derartige Pumpen schneller laufen lassen als Sperrschieberpumpen (siehe unten). Das Schöpfvolumen, bezogen auf das Bauvolumen – das sogenannte spezifische Bauvolumen – ist bei der Trochoidenpumpe etwa doppelt so groß wie das spezifische Bauvolumen einer Sperrschieberpumpe. Größere Sperrschieberpumpen laufen mit einer Drehzahl von  $n = 500 \text{ min}^{-1}$ . Die Trochoidenpumpe kann auch bei größeren Einheiten mit  $n = 1000 \text{ min}^{-1}$  laufen. Sie ist damit etwa viermal kleiner als eine Sperrschieberpumpe gleichen Saugvermögens und läuft völlig erschütterungsfrei. Leider stehen den physikalisch-technischen Vorteilen große fertigungstechnische Nachteile gegenüber, so daß Trochoidenpumpen heute von LEYBOLD nicht mehr gebaut werden. Ein Funktions-schema zeigt das Schnittbild in der Abb. 2.12.

## 2.1.2.2.4 Der Gasballast

Die bei den Dreh- und Sperrschieberpumpen sowie Trochoidenpumpen verwendete Gasballasteinrichtung erlaubt es, nicht nur Permanentgase, sondern auch größere Mengen kondensierbarer Dämpfe abzupumpen.

Durch die Gasballasteinrichtung (siehe Abb. 2.13) wird eine Kondensation von Dämpfen im Schöpfraum der Pumpe vermieden. Wenn Dämpfe angesaugt werden, können diese nur bis zu ihrem Sättigungs-dampfdruck bei der Temperatur der Pumpe komprimiert werden: Wird z.B. nur Wasserdampf bei einer Pumpentemperatur von 70 °C abgesaugt, so kann der

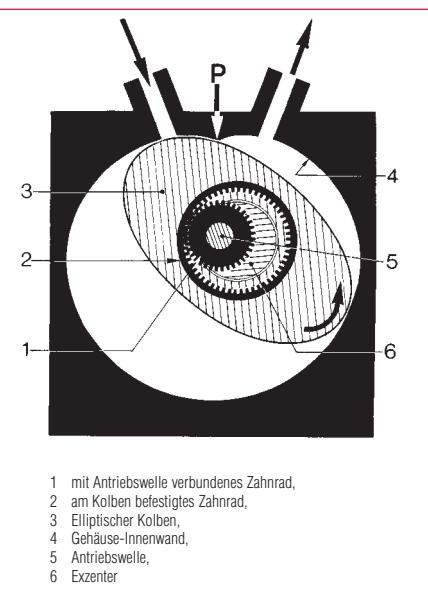


Abb. 2.12  
Schnitt durch eine Trochoidenpumpe

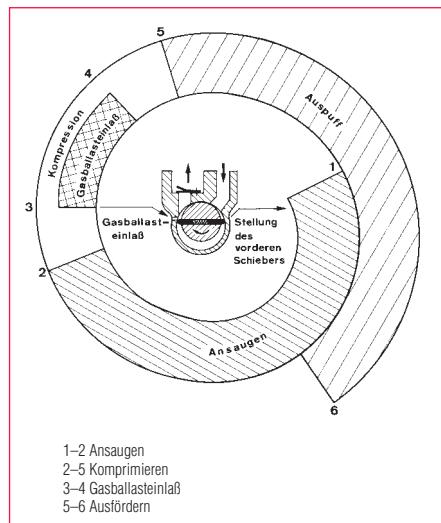


Abb. 2.13  
Arbeitsvorgänge innerhalb einer Drehschieberpumpe mit Gasballasteinrichtung

Dampf nur bis zu 312 mbar (Sättigungsdampfdruck des Wassers bei 70 °C (siehe Tab. XIII in Abschn. 9) komprimiert werden. Bei weiterer Kompression kondensiert der Wasserdampf, ohne daß sein Druck steigt: Es entsteht kein Überdruck in der Pumpe, das Auspuffventil wird nicht geöffnet, sondern der Wasserdampf bleibt als Wasser in der Pumpe und emulgiert mit dem Pumpenöl. Damit verschlechtern sich die Schmiereigenschaften des Pumpenöles sehr schnell – ja, die Pumpe kann, wenn sie zuviel Wasser aufgenommen hat, sogar festlaufen. **Die 1935 von Wolfgang Gaede entwickelte Gasballasteinrichtung** verhindert eine mögliche Kondensation des Dampfes in der Pumpe durch folgen-

de sinnvolle Maßnahme: Bevor der eigentliche Kompressionsvorgang beginnt, wird (siehe Abb. 2.13) in den Schöpfraum eine genau dosierte Luftmenge (»der Gasballast«) eingelassen, nämlich gerade so viel, daß das Kompressionsverhältnis in der Pumpe auf max. 10:1 erniedrigt wird. Nun können die abgesaugten Dämpfe, bevor ihr Kondensationspunkt erreicht ist, zusammen mit dem Gasballast komprimiert und aus der Pumpe ausgestoßen werden. Der Partialdruck der angesaugten Dämpfe darf allerdings einen gewissen Wert nicht überschreiten; er muß so niedrig sein, daß bei einer Kompression um den Faktor 10 die Dämpfe bei der Arbeitstem-

peratur der Pumpe noch nicht kondensieren können. Im Falle des Abpumpens von Wasserdampf wird dieser kritische Wert als »Wasserdampfverträglichkeit« bezeichnet.

In der Abb. 2.14 ist der Pumpvorgang in einer Drehschieberpumpe mit und ohne Gasballasteinrichtung beim Absaugen kondensierbarer Dämpfe schematisch dargestellt.

Voraussetzung für ein Abpumpen von Dämpfen bleiben immer 2 Dinge:

- 1) Pumpe muß Betriebstemperatur haben
- 2) Gasballastventil muß offen sein

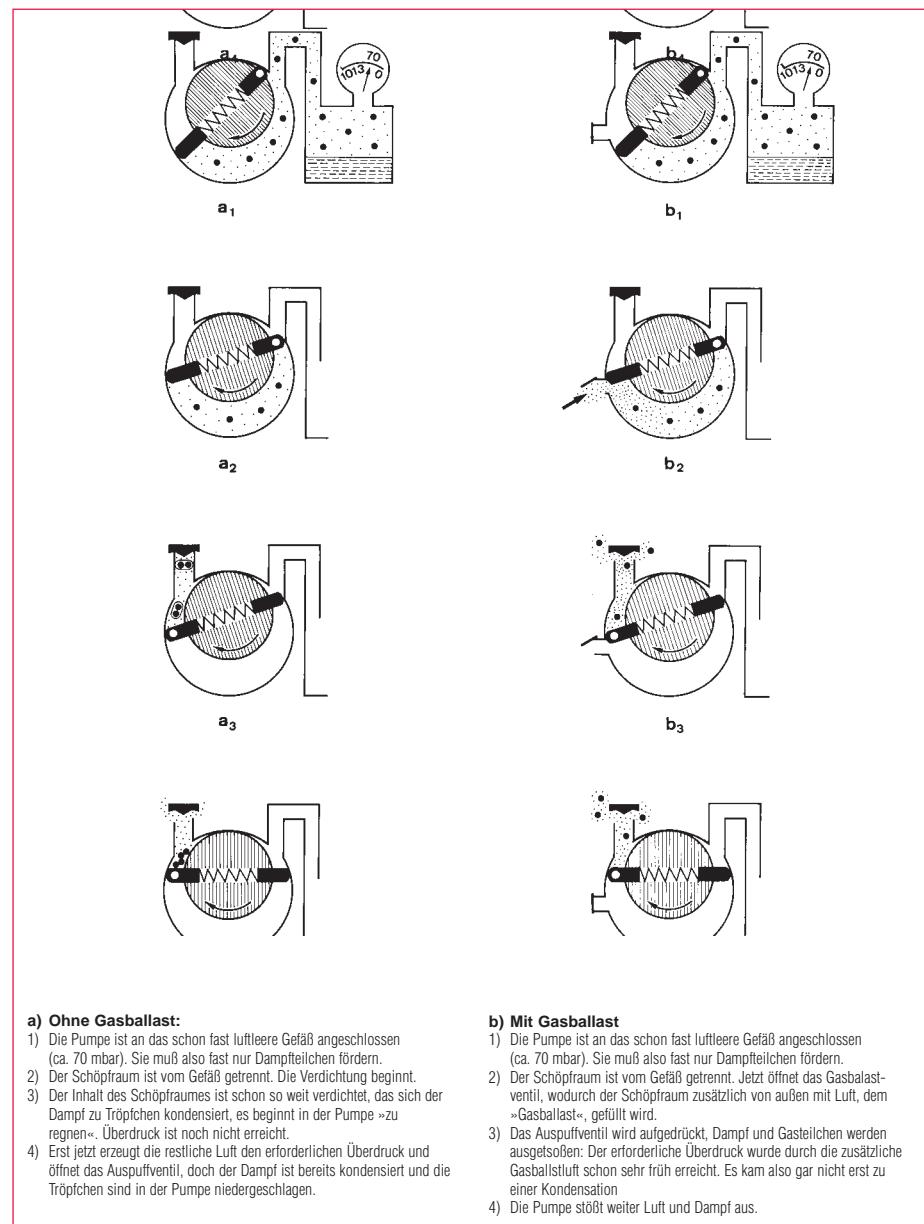


Abb. 2.14  
Veranschaulichung des Pumpvorganges in einer Drehschieberpumpe mit (rechts) und ohne (links) Gasballasteinrichtung beim Absaugen kondensierbarer Dämpfe

(Die Pumpentemperatur erhöht sich bei geöffnetem Gasballastventil um etwa 10°C; vor dem Abpumpen von Dämpfen sollte die Pumpe eine halbe Stunde mit geöffnetem Gasballastventil warmlaufen).

## Gleichzeitiges Abpumpen von Gasen und Dämpfen

Werden aus einer Vakuum-Apparatur gleichzeitig Permanentgase und kondensierbare Dämpfe abgepumpt, so reicht oftmals der Anteil der abgesaugten Permanentgase aus, um eine Kondensation des Dampfes im Innern der Pumpe zu verhindern. Welche Dampfmenge in diesem Fall ohne Kondensation in der Pumpe abgepumpt werden kann, berechnet man aus folgender Beziehung:

$$\frac{p_0}{p_0 + p_L} < \frac{p_{D,\text{Sätt}}}{p_{\text{verd}}} \quad (2.1)$$

Hierin ist:

- $p_0$  = der Partialdruck des angesaugten Dampfes
- $p_L$  = der Partialdruck der angesaugten Permanentgase
- $p_{D,\text{Sätt}}$  = der Sättigungsdampfdruck der angesaugten, dampfförigen Substanz, der von der Temperatur abhängt (siehe Abb. 2.15)
- $p_{\text{verd}}$  =  $p_{\text{aus}} + \Delta p_{\text{Ventil}} + \Delta p_{\text{Auspufffilter}}$
- $p_{\text{aus}}$  = der Druck in der Auspuffleitung
- $\Delta p_{\text{Ventil}}$  = Druckverlust im Auspuffventil; er beträgt je nach Pumpentyp und Betriebsbedingungen 0,2 . . . 0,4 bar
- $\Delta p_{\text{Auspufffilter}}$  = Druckverlust im Auspufffilter 0 . . . 0,5 bar

## Beispiel 1:

Mit einer Drehschieberpumpe, der ein Ölnebelfilter nachgeschaltet ist, werde ein Gemisch aus Wasserdampf und Luft abgepumpt. Der Berechnung nach Gleichung 2.1 werden folgende Zahlenwerte zugrunde gelegt:

$$p_{\text{aus}} = 1 \text{ bar}; \Delta p_{\text{Ventil}} + \Delta p_{\text{Auspufffilter}} = 0,35 \text{ bar};$$

Pumpentemperatur 70 °C

Somit:

$$p_{\text{verd}} = 1,35 \text{ bar};$$

$$p_{D,\text{Sätt}}(H_2O) = 312 \text{ mbar}$$

(Tabelle XIII in Abschn. 9)

Gemäß Gleichung 2.1:

$$\frac{p_D(H_2O)}{p_D(H_2O) + p_L} < \frac{312}{1350} = 0,23$$

Der Druck des Wasserdampfanteils darf max. 23 % des Druckes des abgesaugten Wasserdampf-Luftgemisches betragen.

## Beispiel 2:

Mit einer Sperrschieberpumpe soll Essigsäure abgepumpt werden. Es sei:

$$p_{\text{aus}} = 1,1 \text{ bar} \quad (\text{Berücksichtigung der Rohrleitungswiderstände})$$

$$\Delta p_{\text{Ventil}} = 0,25 \text{ bar}$$

$$\Delta p_{\text{Auspufffilter}} = 0,15 \text{ bar}$$

(Druckverlust im Ölnebelabscheider)

Somit:

$$p_{\text{verd}} = 1,5 \text{ bar}.$$

Durch Regelung der Kühlung werden Pumpen- und Öltemperatur auf 100 °C eingestellt. Der Sättigungsdruk beträgt gemäß Abb. 2.15:  $p_{D,\text{Sätt}} = 500 \text{ mbar}$ .

Gemäß Gleichung (2.1)

$$\frac{p_{D,\text{Essigsäure}}}{p_{\text{Essigsäure}} + p_L} < \frac{0,5}{1,5} = \frac{1}{3}$$

Der Essigsäureanteil muß bei den gemachten Annahmen weniger als 1/3 des gesamten Gemisches betragen.

Das angeführte Verhältnis von mindestens drei Teilen Permanentgasen auf ein Teil Wasserdampf (25 %) kann natürlich nur ein Anhaltspunkt sein. Da eine Rotationspumpe ihre Arbeitstemperatur erst nach einiger Zeit erreicht, empfiehlt es sich, bei Anfahrprozessen immer das Gasballastventil zu öffnen.

Aus Gleichung (2.1) ergibt sich für den zulässigen Partialdruck  $p_D$  des angesaugten Dampfes die Ungleichung

$$p_D \leq \frac{p_{D,S}}{p_V - p_{D,S}} \cdot p_L \quad (2.2)$$

Sie läßt erkennen, daß ohne besondere Maßnahmen, wie z. B. den Gasballast, kondensierbare Dämpfe ohne Permanentgasanteil ( $p_L = 0$ ) nicht abgepumpt werden können. Im Falle des Betriebes mit Gasballast berechnet sich der zulässige Dampfpartialdruck des kondensierbaren Anteils zu

$$p_D \leq \frac{B}{S} \cdot \frac{p_V(p_{DS} - p_{DB})}{p_V - p_{DS}} + \frac{p_{DS}}{p_V - p_{DS}} \cdot p_L$$

Hierin ist:

B . . . In den Schöpfraum der Pumpe pro Zeiteinheit eingelassenes Luftvolumen, bezogen auf 1013 mbar, kurz Gasballast genannt

S . . . Saugvermögen der Pumpe (meist kann hierfür das Nennsaugvermögen der betreffenden Vakuumpumpe genommen werden)

$p_V$  . . . Druck im Auspuffstutzen der Pumpe

$p_{DS}$  . . . Sättigungsdampfdruck des Dampfes bei der Betriebstemperatur der Pumpe

$p_{DB}$  Partialdruck des im Gasballast enthaltenen kondensierbaren Anteils

$p_L$  . . . Permanentgaspartialdruck am Ansaugstutzen der Pumpe.

Gleichung 2.3 läßt erkennen, daß bei Verwendung von Gasballast ( $B \neq 0$ ) Dämpfe auch dann abgepumpt werden können, wenn saugseitig kein Permanentgasanteil vorhanden ist ( $p_L = 0$ ). Als Gasballast darf auch eine Mischung aus Permanentgas und kondensierbarem Dampf verwendet werden, solange dafür gesorgt wird, daß der Partialdruck dieses Gasballast-Dampfes ( $p_{DB}$ ) kleiner ist, als der Sättigungsdampfdruck  $p_{DS}$  des abgepumpten Dampfes bei der Temperatur der Pumpe.

## Wasserdampfverträglichkeit

Ein wichtiger Spezialfall der obigen allgemeinen Betrachtungen zur Dampfverträglichkeit ist das Abpumpen von Wasserdampf. Die Wasserdampfverträglichkeit ist nach PNEUROP wie folgt definiert: »Die Wasserdampfverträglichkeit ist der höchste Wasserdampfdruck mit dem eine Vaku-

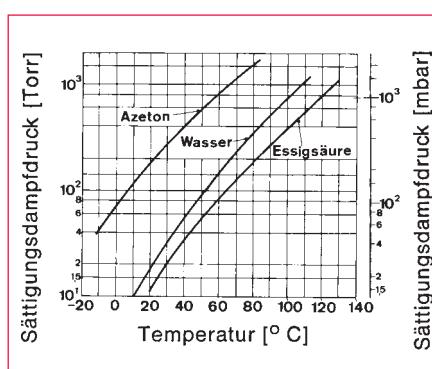


Abb. 2.15  
Sättigungsdampfdrücke

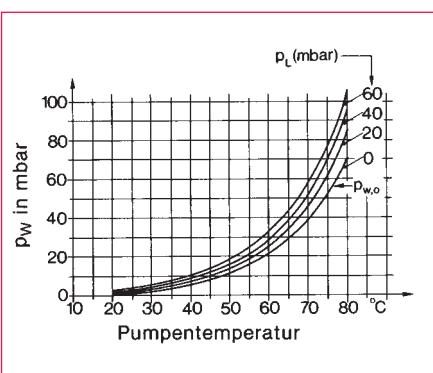


Abb. 2.16

Partialdruck  $p_w$  von Wasserdampf, der bei Betrieb einer Pumpe mit Gasballast ohne Kondensation in der Pumpe abgepumpt werden kann, als Funktion der Pumpentemperatur bei verschiedenen Luftpartialdrücken  $p_L$  als Parameter. Die unterste Kurve entspricht der Wasserdampfverträglichkeit  $p_{w,0}$  der Pumpe

umpumpe unter normalen Umgebungsbedingungen ( $20^\circ\text{C}$ , 1013 mbar) **reinen** Wasserdampf dauernd ansaugen und fördern kann. Sie wird in mbar angegeben.« Sie wird mit  $p_{w,0}$  bezeichnet.

Für diesen Spezialfall ist in Gleichung 2.3  $p_L = 0$  zu setzen und Für  $p_{DS}$  die Sättigungsdampfdruckkurve für Wasser (siehe Tabelle XIII in Abschnitt 9) zu nehmen.

Man erhält:

$$p_{w,0} = \frac{B}{S} \cdot \frac{p_v [p_{DS}(\text{H}_2\text{O}) - p_{DB}]}{p_v - p_{DS}(\text{H}_2\text{O})} \quad (2.4)$$

Wird als Gasballast atmosphärische Luft verwendet mit einem angenommenen Wasserdampfanteil  $p_{DB} = 13$  mbar (50% Luftfeuchtigkeit), so ergibt sich mit  $B/S = 0,10$  und  $p_v = 1330$  mbar für die Wasserdampfverträglichkeit  $p_{w,0}$  in Abhängigkeit von der Pumpentemperatur die unterste Kurve in Abb. 2.16: Die darüberliegenden Kurven beziehen sich auf den Fall, daß nicht reiner Wasserdampf ( $p_L = 0$ ), sondern eine Mischung aus Permanentgas ( $p_L \neq 0$ ) und Wasserdampf abgepumpt wird. In diesem Fall ist  $p_w$  natürlich größer als  $p_{w,0}$ . Die Katalogangaben zur Wasserdampfverträglichkeit  $p_{w,0}$  der verschiedenen Pumpentypen stellen daher eine untere und damit sichere Grenze dar.

Gemäß Gleichung 2.4 wurde eine Vergrößerung des Gasballastes  $B$  zu einer erhöhten Wasserdampfverträglichkeit  $p_{w,0}$  führen. Praktisch ist jedoch einer Vergrößerung von  $B$ , insbesondere bei einstufigen

Gasballastpumpen, dadurch eine Grenze gesetzt, daß sich das mit der Gasballastpumpe bei offenem Gasballastventil erzielbare Endvakuum mit zunehmendem Gasballast  $B$  verschlechtert.

Analoges gilt auch bei Betrachtung der allgemeinen Gleichung 2.3 für die Dampfverträglichkeit  $p_D$ . Beim Beginn eines Auspumpvorganges sollten Gasballastpumpen stets mit geöffnetem Gasballastventil laufen. An den Wänden eines Behälters befindet sich fast immer eine dünne Wasserschicht, die erst allmählich abdampft. Erst wenn der Dampf abgepumpt ist, sollte das Gasballastventil geschlossen werden, um zu niedrigen Enddrücken zu gelangen. Leybold-Pumpen haben im allgemeinen eine Wasserdampfverträglichkeit zwischen 33 und 66 mbar. Zweistufige Pumpen können, sofern sie verschiedene große Schöpfräume besitzen, andere Wasserdampfverträglichkeiten haben, entsprechend dem Kompressionsverhältnis zwischen ihren Stufen.

### Andere Gase als Ballast

In der Regel dient die atmosphärische Luft als Gasballast-Medium. In Sonderfällen lassen sich z. B. beim Abpumpen explosiver oder giftiger Gase andere Permanentgase, z. B. Edelgase oder Stickstoff als Gasballast-Medium einsetzen. (siehe Abschnitt 8.3.1.3).

## 2.1.3 Trockenlaufende Rotations-Verdrängerpumpen

### 2.1.3.1 Wälzkolbenpumpen (Rootspumpen)

Das Konstruktionsprinzip der Wälzkolbenpumpen wurde schon 1848 von Isaiah Davies erfunden, aber erst 20 Jahre später von den Amerikanern Francis und Philander Roots in die Praxis umgesetzt und zunächst als Ladegebläse für Verbrennungsmotoren genutzt. Später wurde es, in der Umkehrung des Antriebes, auch für Gaszähler angewendet. Erst seit 1954 wird es auch in der Vakuumtechnik eingesetzt. Wälzkolbenpumpen werden in Pumpenkombinationen mit Vorpumpen (Drehschieber- und Sperrschieberpumpen) eingesetzt und erweitern deren Arbeitsbereich bis weit in das Feinvakuumgebiet, bei Verwendung

zweistufiger Rootspumpen sogar bis in das Hochvakuumgebiet. Das Arbeitsprinzip der Wälzkolbenpumpen erlaubt es, Einheiten mit sehr hohem Saugvermögen (über 100.000 m<sup>3</sup>/h) zu bauen, die wirtschaftlicher sein können als z. B. Dampfstrahlpumpen im gleichen Arbeitsbereich.

Eine Wälzkolben-Vakuumpumpe (siehe Abb. 2.17) ist eine Drehkolbenpumpe, bei der sich im Pumpengehäuse zwei symmetrisch gestaltete Rotoren gegeneinander berührungslos drehen (»abwälzen«). Die beiden Rotoren haben ungefähr einen 8-förmigen Querschnitt und sind durch ein Zahnradgetriebe synchronisiert. Die Spaltbreite zwischen Kolben und Gehäusewand und zwischen den Kolben untereinander beträgt wenige Zehntel Millimeter. Deshalb können Wälzkolbenpumpen ohne mechanischen Verschleiß mit hohen Drehzahlen laufen. Im Gegensatz zu Drehschieber- und Sperrschieberpumpen sind Wälzkolbenpumpen nicht ölüberlagert, so daß die prinzipielle innere Undichtheit trockenlaufender Pumpen dazu führt, daß sich nur maximale Kompressionsverhältnisse in der Größe von 10 bis 100 erreichen lassen. Die innere Undichtheit der Wälzkolbenpumpen, wie auch anderer trockenlaufender Pumpen hoher Drehzahl resultiert in erster Linie daraus, daß bestimmte Oberflächenanteile des Schöpfraums infolge des Arbeitsprinzips wechselweise der Saugseite und der Verdichtungsseite der Pumpe zugeordnet sind. Während der Verdichtungsphase werden diese Oberflächenanteile (Kolben und Gehäuse) mit Gas beladen (Grenzschicht);

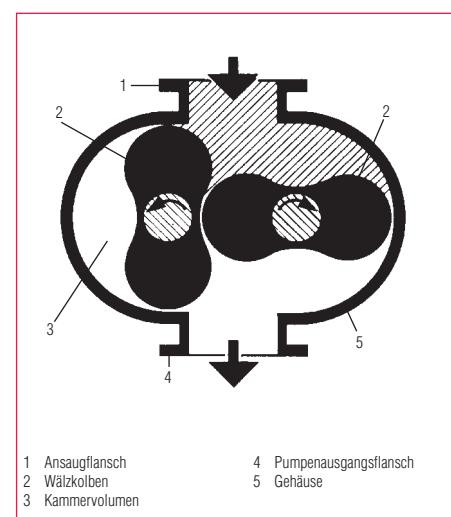


Abb. 2.17  
Schematischer Querschnitt einer Wälzkolbenpumpe

während der Saugphase wird dieses Gas wieder abgegeben. Die Dicke der verschleppten Gasschicht hängt von den Spaltweiten zwischen den beiden Kolben und den Kolben und der Gehäusewand ab. Wegen der relativ komplexen Temperaturverhältnisse in der Wälzkolbenpumpe kann man nicht von den in kaltem Zustand gemessenen Spalten ausgehen. Kleinste Spalte und daher auch kleinste Rückströmungen erreicht man bei Arbeitsdrücken im Bereich von 1 mbar. Demzufolge lassen sich in diesem Druckbereich einerseits zwar die höchsten Kompressionsverhältnisse erzielen, andererseits ist dieser Druckbereich auch am kritischsten im Hinblick auf ein Anlaufen zwischen Kolben und Gehäuse.

## Kenngrößen von Wälzkolbenpumpen

Die von einer Wälzkolbenpumpe effektiv geförderte Gasmenge  $Q_{\text{eff}}$  errechnet sich aus der theoretisch geförderten Gasmenge  $Q_{\text{th}}$  und der inneren Rückströmung  $Q_{\text{iR}}$  (als Verlustgasmenge) zu:

$$Q_{\text{eff}} = Q_{\text{th}} - Q_{\text{iR}} \quad (2.5)$$

Für die theoretisch geförderte Gasmenge gilt:

$$Q_{\text{th}} = p_a \cdot S_{\text{th}} \quad (2.6)$$

wobei  $p_a$  der Ansaugdruck und  $S_{\text{th}}$  das theoretische Saugvermögen bedeuten. Dieses wiederum ist das Produkt aus Schöpfvolumen  $V_s$  und Drehzahl  $n$ :

$$S_{\text{th}} = n \cdot V_s \quad (2.7)$$

Analog berechnet sich die innere Rückströmung  $Q_{\text{iR}}$  zu:

$$Q_{\text{iR}} = n \cdot V_{\text{iR}} \quad (2.8)$$

wobei  $p_v$  der Vorvakuumdruck (Druck auf der Vorvakuumseite) und  $S_{\text{iR}}$  ein (fiktives) »Rück«-Saugvermögen ist, mit

$$S_{\text{iR}} = n \cdot V_{\text{iR}} \quad (2.9)$$

also das Produkt aus Drehzahl  $n$  und innerem Rückfördervolumen  $V_{\text{iR}}$ .

Der volumetrische Wirkungsgrad einer Wälzkolbenpumpe ist gegeben durch

$$\eta = \frac{Q_{\text{eff}}}{Q_{\text{th}}} \quad (2.10)$$

Unter Verwendung der Beziehungen 2.5, 2.6, 2.7 und 2.8 ergibt sich

$$\eta = 1 - \frac{p_v}{p_a} \cdot \frac{S_{\text{iR}}}{S_{\text{th}}} \quad (2.11)$$

Bezeichnet man die Kompression  $p_v/p_a$  mit  $k$ , so wird

$$\eta = 1 - k \frac{S_{\text{iR}}}{S_{\text{th}}} \quad (2.11a)$$

Die maximale Kompression ergibt sich (siehe PNEUROP und DIN 28 426, Teil 2) bei Nullförderung; sie wird mit  $k_0$  bezeichnet:

$$k_0 = \left( \frac{S_{\text{th}}}{S_{\text{iR}}} \right)_{\eta=0} \quad (2.12)$$

$k_0$  ist eine für die Wälzkolbenpumpe charakteristische Größe, die gewöhnlich in Abhängigkeit vom Vorvakuumdruck  $p_v$  angegeben wird (siehe Bild 2.18).  $k_0$  hängt auch (in geringem Maße) von der Gasart ab.

Für den Wirkungsgrad der Wälzkolbenpumpe ergibt sich die generell gültige Beziehung:

$$\eta = 1 - \frac{k}{k_0} \quad (2.13)$$

In der Regel wird eine Wälzkolbenpumpe zusammen mit einer vorgeschalteten Grobvakuumpumpe mit dem (Nenn-) Saugvermögen  $S_v$  betrieben. Die Kontinuitätsgleichung liefert die Beziehung:

$$S_v \cdot p_v = S_{\text{eff}} \cdot p_a = \eta \cdot S_{\text{th}} \cdot p_a \quad (2.14)$$

Daraus ergibt sich für

$$k = \frac{p_v}{p_a} = \eta \cdot \frac{S_{\text{th}}}{S_v} \quad (2.15)$$

Das Verhältnis  $S_{\text{th}}/S_v$  (Theoretisches Saugvermögen der Wälzkolbenpumpe zu Saugvermögen der Vorpumpe) wird als Abstufung  $k_{\text{th}}$  bezeichnet. Man erhält aus (2.15)

$$k = \eta \cdot k_{\text{th}} \quad (2.16)$$

Gleichung (2.16) besagt, daß die in einer Wälzkolbenpumpe erzielbare Kompression  $k$  stets kleiner sein muß als die Abstufung  $k_{\text{th}}$  zwischen Wälzkolbenpumpe und Vorpumpe, da der volumetrische Wirkungsgrad stets  $< 1$  ist. Kombiniert man die Gleichungen (2.13) und (2.16), so erhält man für den Wirkungsgrad die bekannte Beziehung

$$\eta = \frac{k_0}{k_0 + k_{\text{th}}} \quad (2.17)$$

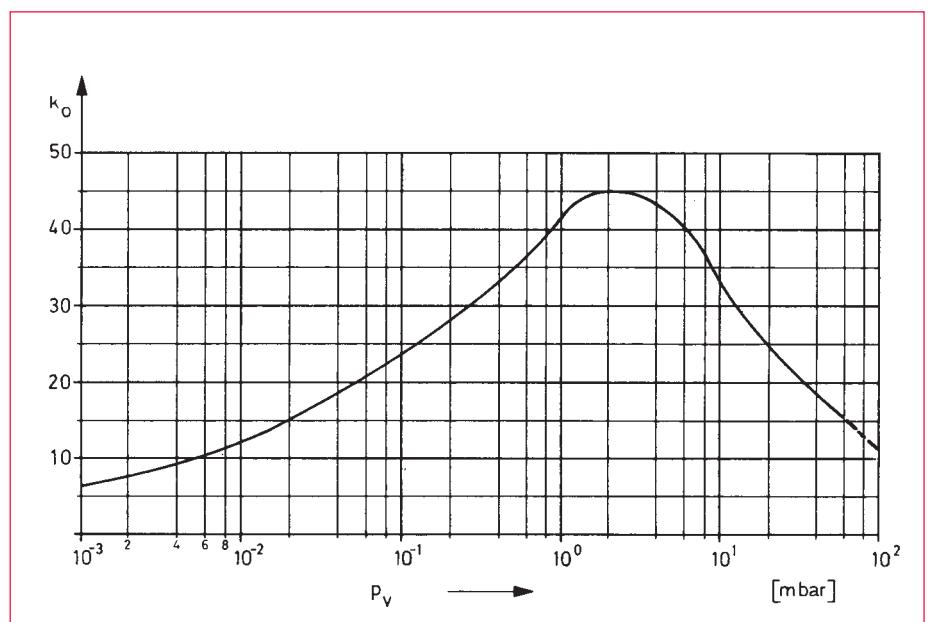


Abb. 2.18  
Maximale Kompression  $k_0$  der Wälzkolbenpumpe RUVAC WA 2001 in Abhängigkeit vom Vorvakuumdruck  $p_v$

In Gleichung 2.17 für kommen lediglich Kenngrößen der Kombination Wälzkolbenpumpe-Vorpumpe vor, nämlich die maximale Kompression  $k_0$  der Wälzkolbenpumpe und die Abstufung  $k_{th}$  zwischen Wälz- kolbenpumpe und Vorpumpe.

Mit Hilfe der obigen Beziehungen lässt sich die Saugvermögenskurve einer vorgegebenen Kombination von Wälzkolbenpumpe und Vorpumpe berechnen. Dazu müssen bekannt sein:

- das theoretische Saugvermögen der Wälzkolbenpumpe:  $S_{th}$
- die max. Kompression in Abhängigkeit vom Vakuumdruck:  $k_0(p_v)$
- die Saugvermögenskurve der Vorpumpe  $S_v(p_v)$

Der Berechnungsgang geht aus der untenstehenden Tabelle für die Kombination Wälzkolbenpumpe **RUVAC WA 2001 / E 250** (einstufige Sperrschieberpumpe, ohne Gasballast betrieben) hervor. Dabei wurde für  $S_{th}$  der Ansatz gemacht:

$$S_{th} = 2.050 - 2.5\% = 2000 \text{ m}^3/\text{h}$$

Das oben skizzierte Verfahren ist auch auf Anordnungen anwendbar, die aus einer Ro-

tationspumpe als Vorpumpe und z.B. mehreren in Reihe geschalteten Wälzkolbenpumpen bestehen. Man bestimmt, einem Iterationsverfahren entsprechend, zunächst die Saugcharakteristik der Vorpumpe plus erster Wälzkolbenpumpe und betrachtet dann diese Kombination als Vorpumpe für die zweite Wälzkolbenpumpe usw. Man muß natürlich von allen Pumpen, die in der betrachteten Anordnung vorkommen, deren theoretisches Saugvermögen und die Kompression bei Nullförderung  $k_0$  als Funktion des Vakuumdruckes kennen. Wie bereits gesagt, hängt es vom Vakuumverfahren ab, welche Abstufung am geeignetsten ist. Es kann auch durchaus vorteilhaft sein, wenn Vorpumpe und Wälzkolbenpumpe im Grobvakumbereich das gleiche Saugvermögen haben.

**Leistungsbedarf einer Wälzkolbenpumpe**  
Die Verdichtung in einer Wälzkolbenpumpe erfolgt als äußere Verdichtung und ist modellmäßig als isochore Verdichtung zu verstehen. Erfahrungsgemäß gilt für die Kompressionsleistung – in guter Näherung – die Beziehung:

$$N_{Kompression} = S_{th}(p_v - p_a) \quad (2.18)$$

Zur Bestimmung der Gesamtleistung (sog. Wellenleistung) der Pumpe kommen noch mechanische Verlustleistungen  $N_v$  (z.B. in den Lagerdichtungen) hinzu:

$$N_{ges} = N_{Kompression} + \sum N_v \quad (2.19)$$

Die in  $N_v$  zusammengefaßten Verlustleistungen sind – wie die Erfahrung zeigt – etwa proportional  $S_{th}$ , also:

$$\sum N_v = \text{Const} \cdot S_{th} \quad (2.20)$$

Abhängig vom Pumpentyp und Ausführung liegt der Wert der Konstanten zwischen 0,5 und 2 Wh/m³.

Die Gesamtleistung beträgt daher:

$$N_{ges} = S_{th}(p_v - p_a + \text{Const.})$$

Die entsprechende, zur Berechnung nützliche Zahlenwertgleichung lautet:

$$N_{ges} = S_{th}(p_v - p_a + \text{Const.}) \cdot 3 \cdot 10^{-2} \text{ Watt} \quad (2.21)$$

mit  $p_v$ ,  $p_a$  in mbar,  $S_{th}$  in  $\text{m}^3/\text{h}$  und Const. zwischen 18 und 72.

Vorvakuumdruck $P_v$	Saugvermögen $S_v$ der E 250	$k_{th} = S_{th}/S_v = 2001/S_v$	$K_0(p_v)$ der RUVAC WA 2001	$\eta = k_0/k_0+k_{th}$ (Volumetr. Wirkungsgr.)	$S_{eff} = \eta S_{th}$ (Gleichung 2.14)	Ansaugdruck $p_a = p_v \cdot S_v/S_{eff}$
100	250	8,0	12,5	0,61	1,220	21
40	250	8,0	18	0,69	1,380	7,2
10	250	8,0	33	0,8	1,600	1,6
5	250	8,0	42	0,84	1,680	0,75
1	250	8,0	41	0,84	1,680	0,15
$5 \cdot 10^{-1}$	220	9,1	35	0,79	1,580	$7 \cdot 10^{-2}$
$1 \cdot 10^{-1}$	120	16,6	23	0,6	1,200	$1 \cdot 10^{-2}$
$4 \cdot 10^{-2}$	30	67	18	0,21	420	$3 \cdot 10^{-3}$
Die Werte der beiden rechten Spalten ergeben punktweise die Saugvermögenskurven der Kombination WA 2001/E250 (siehe Abb. 2.19, oberste Kurve)					↓	↓
					Saugvermögenscharakteristik der Kombination WA 2001/E250	

Tabelle 2.3

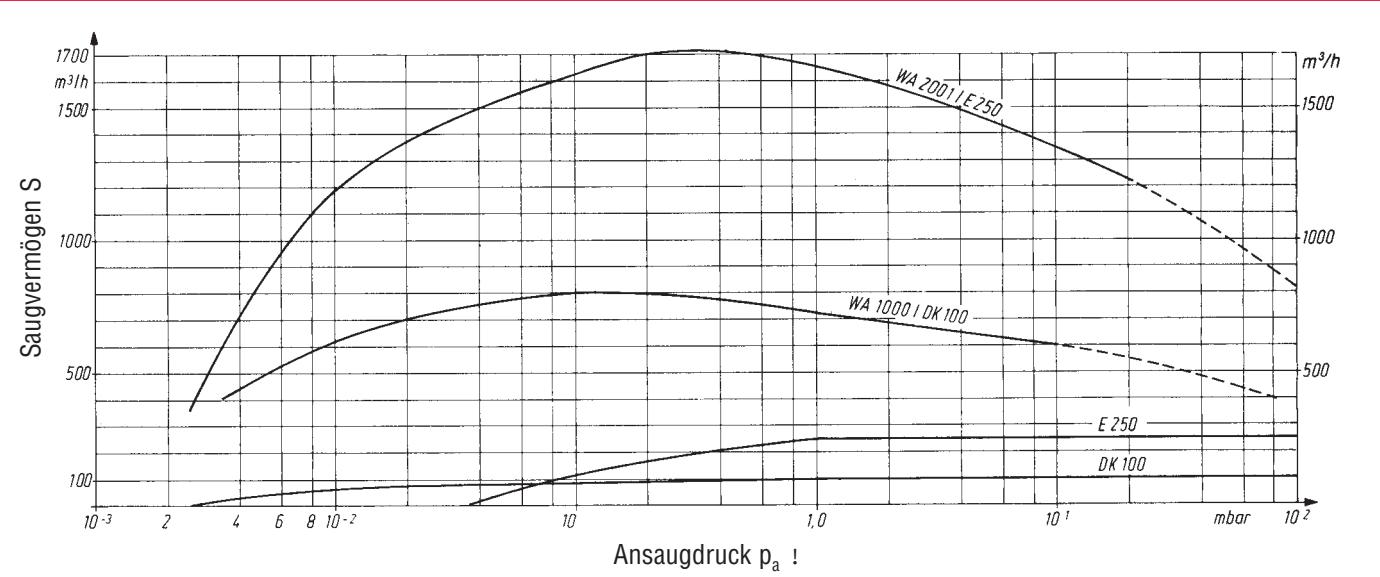


Abb. 2.19  
Saugvermögenskurven verschiedener Pumpenkombinationen und der dabei verwendeten Vorpumpen

### Belastbarkeit einer Wälzkolbenpumpe

Die Leistungsaufnahme der Pumpe bedingt ihre Erwärmung. Überschreitet diese ein bestimmtes Maß, das durch die maximal zulässige Druckdifferenz  $p_v - p_a$  gegeben ist, so besteht die Gefahr, daß die Kolben infolge ihrer thermischen Ausdehnung im Gehäuse festlaufen. Die maximal zulässige Druckdifferenz  $p_{max}$  wird durch folgende Faktoren beeinflußt: Vorvakuum- bzw. Verdichtungsdruck  $p_v$ , Saugvermögen der Vorpumpe  $S_v$ , Drehzahl der Wälzkolbenpumpe  $n$ , Abstufungsfaktor  $k_{th}$  und Adiabatenexponent  $\kappa$  des geförderten Gases. Bei Zunahme von  $p_v$  und  $S_v$  erhöht sich, bei Zunahme von  $n$ ,  $k_{th}$  und  $\kappa$  reduziert sich  $p_{max}$ . Die maximale Differenz zwischen Vorvakuum- und Ansaugdruck,  $p_v - p_a$ , darf daher bei Dauerbetrieb einen bestimmten Wert nicht überschreiten, der von der Pumpentyp abhängt. Solche Werte liegen zwischen 130 und 50 mbar. Kurzzeitig jedoch kann die für den Dauerbetrieb zulässige maximale Druckdifferenz überschritten werden. In Sonderkonstruktionen, die z.B. mit Gaskühlung arbeiten, sind auch im Dauerbetrieb hohe Druckdifferenzen zulässig.

### Bauarten von Wälzkolbenpumpen

#### Antriebe

Als Antrieb werden standardmäßige Flanschmotoren eingesetzt. Die Abdichtung der Antriebswellendurchführungen übernehmen zwei ölüberlagerte Radialwellendichtungen, die auf einer verschleiß-

festen Laufbuchse zum Schutze der Antriebswelle laufen. Als Flanschmotor lassen sich Motoren beliebiger Schutzart, Spannung und Frequenz verwenden.

Die integrale Dichtheit dieser Version liegt bei  $< 10^{-4} \text{ mbar} \cdot \text{s}^{-1}$ .

Für höhere Dichtheitsanforderungen  $< 10^{-5} \text{ mbar} \cdot \text{s}^{-1}$  rüstet man die Wälzkolbenpumpe mit einem Spaltrohrmotor aus. Der Rotor sitzt im Vakuum auf der Antriebswelle der Pumpe und ist durch ein vakuumdichtes, unmagnetisches Rohr vom Stator getrennt. Die Kühlung der Statorwicklung erfolgt durch einen Lüfter mit eigenem Antriebsmotor. Dadurch entfallen die dem Verschleiß unterliegenden Wellenabdichtungen. Der Einsatz der Wälzkolbenpumpen mit Spaltrohrmotoren ist besonders beim Abpumpen hochreiner, toxischer oder mit radioaktiven Bestandteilen beladener Gase und Dämpfe zu empfehlen.

#### Einhalten der erlaubten Druckdifferenz

Bei Standard-Wälzkolbenpumpen müssen Vorkehrungen getroffen werden, damit die prinzipbedingte maximale Druckdifferenz zwischen Ansaug- und Druckstutzen nicht überschritten wird. Dies wird entweder durch einen Druckschalter, der die Wälzkolbenpumpe in Abhängigkeit vom Ansaugdruck zu- oder abschaltet, oder durch die Verwendung eines Druckdifferenz- oder Überströmventils im Bypass zur Roots-pumpe erreicht (Abb. 2.20 und 2.21). Die Verwendung eines Überströmventils im By-

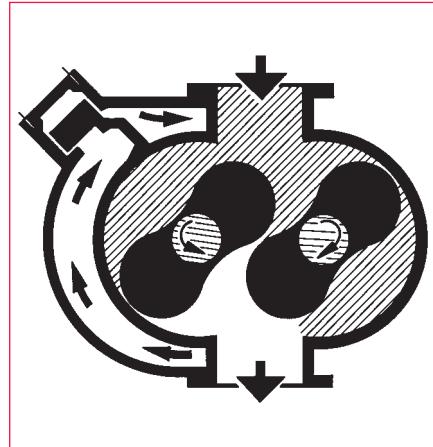


Abb. 2.20  
Querschnitt durch eine Wälzkolbenpumpe mit Umwegleitung

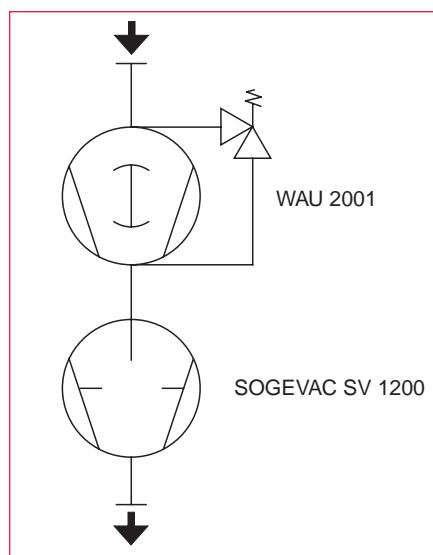


Abb. 2.21  
Schema – Wälzkolbenpumpe mit integrierter Umwegleitung und Vorpumpe

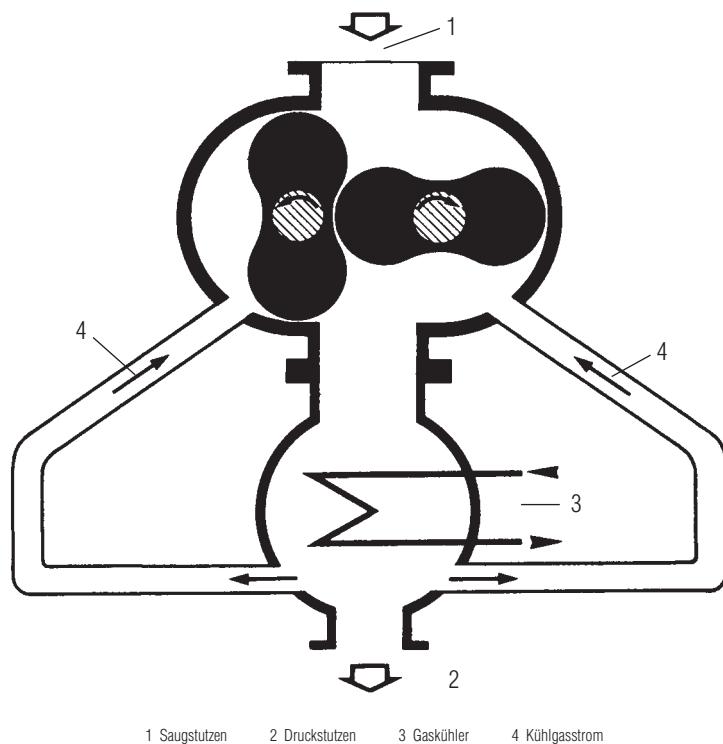


Abb. 2.22  
Funktionsschema der Wälzkolbenpumpe mit Voreinlaßkühlung

pass zur Wälzkolbenpumpe erweist sich als bessere und betriebssicherere Lösung. Das gewichts- und federbelastete Ventil wird auf die maximal zulässige Druckdifferenz der jeweiligen Pumpe eingestellt. So wird sichergestellt, daß die Wälzkolbenpumpe nicht überlastet wird und in jedem Druckgebiet betrieben werden kann. In der Praxis bedeutet das, daß die Wälzkolbenpumpe ab Atmosphärendruck zusammen mit der Vorpumpe eingeschaltet werden kann. Im Prozeß bewirken Druckanstiege keine Störungen des Kombinationsbetriebes durch das Abschalten der Wälzkolbenpumpe.

#### Voreinlaßkühlung (Abb. 2.22)

Bei voreinlaßgekühlten Wälzkolbenpumpen entspricht der Verdichtungsvorgang im wesentlichen dem Arbeitsprinzip der normalen Wälzkolbenpumpen. Die Zulässigkeit höherer Druckdifferenzen erfordert eine größere installierte Leistung, die bei gegebener Drehzahl dem Druckunterschied zwischen Saug- und Druckstutzen direkt proportional ist und sich aus der theoretischen Verdichtungsarbeit und verschiedenen Verlustleistungen zusammensetzt. Der Verdichtungsvorgang schließt normalerweise nach Öffnen des Schöpfraumes gegen den Druckstutzen den Fördervorgang ab. In die-

sem Augenblick strömt erwärmtes Gas mit höherem Druck in den Schöpfraum und verdichtet das transportierte Gasvolumen. Durch die Voreinlaßkühlung wird dieser Verdichtungsvorgang vorweggenommen. Bevor der Kolben den Schöpfraum zum Druckstutzen hin öffnet, strömt über den Voreinlaßkanal verdichtetes, gekühltes Gas in den Schöpfraum. Abschließend stößt der Kolben das Fördermedium über den Druckstutzen aus. Das gekühlte Gas, das bei der einstufigen Verdichtung gegen Atmosphäre aus der Voreinlaßkühlung zugeführt oder bei mehrstufigen Pumpständen aus nachgeschalteten Gaskühlern entnommen wird, leistet eine Vorverdichtung und führt durch »innere Kühlung« die Verdichtungswärme im Entstehungszeitpunkt ab.

#### 2.1.3.2 Klauenpumpen

Die Klauenpumpen gehören wie die Wälzkolbenpumpen in die Gruppe der trockenverdichtenden Drehkolbenvakuumpumpen (oder Rotationsvakumpumpen). Klauenpumpen können mehrstufig aufgebaut sein; ihre Rotoren haben die Form von Klauen.

Das **Funktionsprinzip** einer Klauenpumpe soll zunächst an einer vierstufigen Ausführung erklärt werden. Das Pumpengehäuse

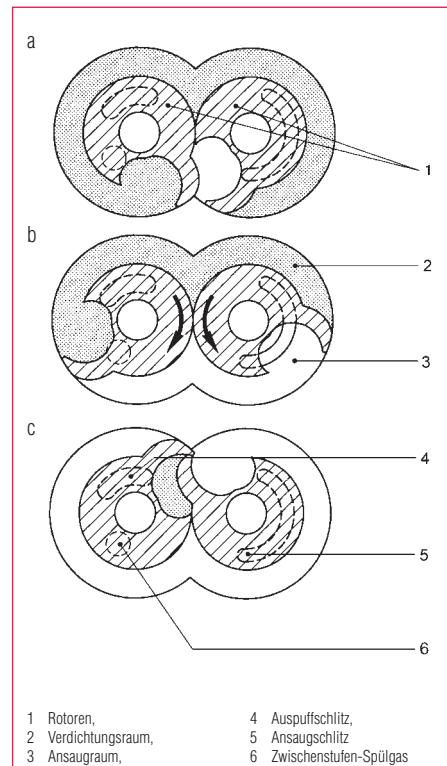


Abb. 2.23  
Schematische Darstellung des Funktionsprinzips

hat innen im Querschnitt die Form zweier sich teilweise überschneidender Kreiszylinder (Abb. 2.23). Innerhalb dieser Kreiszylinder drehen sich in jeder Pumpstufe berührungslos zwei Rotoren (1) mit ihren Klauen und den dazu passenden Aussparungen gegenläufig um ihre senkrechten Achsen. Die Rotoren werden wie bei einer Wälzkolbenpumpe durch das Getriebe synchronisiert. Der Abstand der Rotoren in der Gehäusemitte und das Spiel zu der Gehäusewand ist zum Zweck der Abdichtung sehr eng; beides liegt in der Größenordnung von einigen 0,01 mm. Dabei schließen und öffnen die Rotoren periodisch die Ansaug- und Auspuffschlitze (5) und (4). Zu Beginn des Arbeitsganges in Stellung a öffnet der rechte Rotor gerade den Ansaugschlitz (5). In den sich nun ständig vergrößernden Ansaugraum (3) in Stellung b strömt so lange Gas ein, bis der rechte Rotor in Stellung c den Ansaugschlitz (5) wieder verschließt. Nach dem Durchgang der beiden Klauen durch die Mittellage wird das eingeströmte Gas jetzt im Verdichtungsraum (2) (Stellung a) so weit komprimiert, bis der Auspuffschlitz (4) vom linken Rotor freigegebenen (Stellung b) und das Gas ausgefördert wird. Unmittelbar nach Kompressionsbeginn (Stellung a) erfolgt gleichzeitig das Öffnen des Ansaugschlitzes (5) und Gas strömt er-

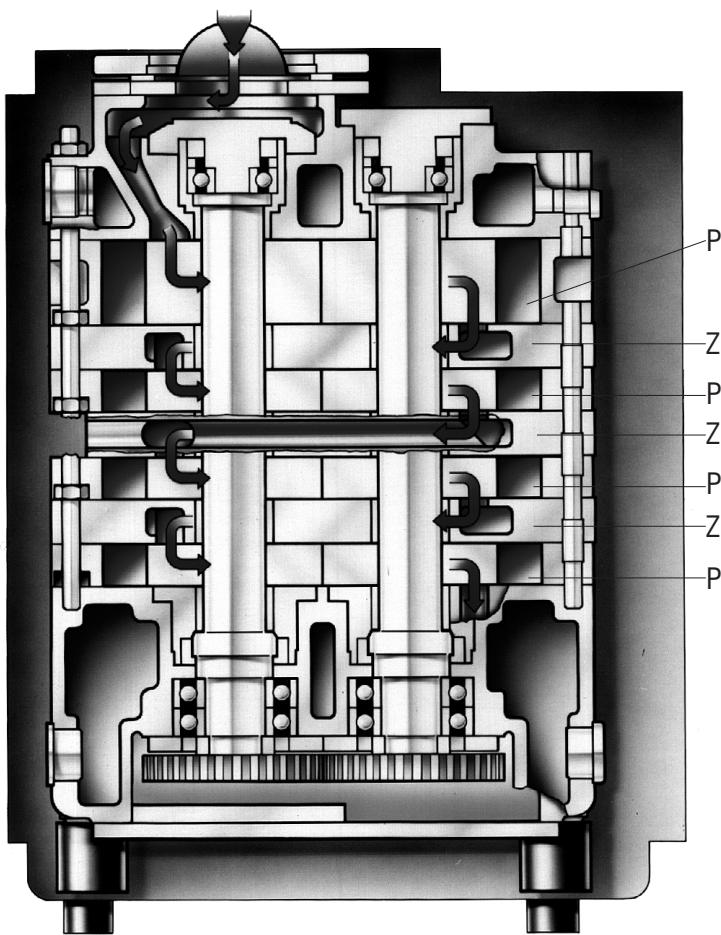


Abb. 2.24  
Anordnung der Stufen und Führung des Gasstroms. P = Pumpstufe Z = Zwischenring

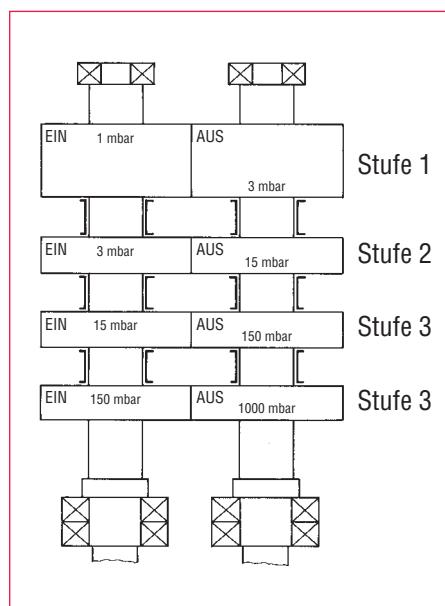


Abb. 2.25  
Druckverhältnisse in den Pumpstufen 1 bis 4

neut in den sich bildenden Ansaugraum (3) ein (Stellung b). Einströmen und Ausstoßen des Gases erfolgt in zwei Halbperioden.

Jeder Rotor dreht sich während eines vollständigen Arbeitszykluses zweimal. Zwischen den Pumpstufen befinden sich Zwischenscheiben mit Überströmkanälen, die von der Auspuffseite der oberen Stufe zur Ansaugseite der nächsten Pumpstufe geführt werden, so daß alle Eingangs- bzw. Ausgangsseiten senkrecht übereinander angeordnet sind (Abb. 2.24). Während in einer Wälzkolbenpumpe das einströmende Gas gefördert wird und die Verdichtung erst in der Vorrakumleitung erfolgt (vgl. Abschnitt 2.1.3.1), verdichtet die Klauenpumpe bereits innerhalb der Arbeitskammer und zwar so lange bis ein Rotor den Auspuffschlitz freigibt. Die Abb. 2.25 zeigt die durchschnittlichen Druckverhältnisse in den einzelnen Pumpstufen einer DRYVAC bei einem Ansaugdruck von 1 mbar. Um den sehr verschiedenen Anforderungen der Anwender gerecht zu werden, baut Leybold zwei unterschiedliche Klauenpumpenreihen, die sich wesentlich in der Art des Verdichtungsvorganges unterscheiden:

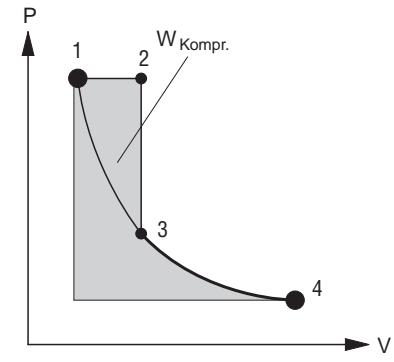


Abb. 2.26  
Verdichtung einer Klauenpumpe mit innerer Verdichtung

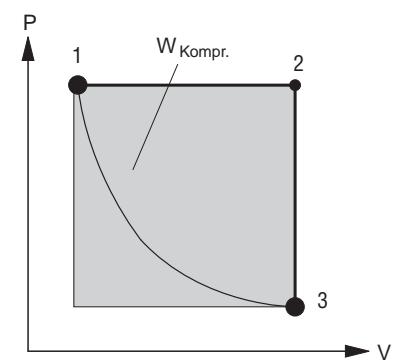


Abb. 2.27  
Verdichtung einer Klauenpumpe ohne innere Verdichtung (»isochore Verdichtung«)

- 1) Pumpen **mit innerer Verdichtung**, mehrstufig für die **Halbleiterindustrie (DRYVAC-Reihe)** und
- 2) Pumpen **ohne innere Verdichtung**, zweistufig für die **Chemie (ALL-ex)**.

Abb. 2.26 und 2.27 sollen den Unterschied im Konzept veranschaulichen. Dargestellt ist der Verlauf des Druckes als Funktion des Schöpfraumvolumens im  $p_V$ -Diagramm.

Abb. 2.26 zeigt den (polytropen) Verdichtungsverlauf in Pumpen mit innerer Verdichtung. Der Druckanstieg erfolgt bis zum Öffnungspunkt des Auspuffschlitzes. Ist zu diesem Zeitpunkt der Auspuffgegengrund noch nicht erreicht, erfolgt aufgrund der vorliegenden Druckdifferenz eine schlag-

artige Belüftung des Verdichtungsraumes durch heißes Auspuffgas. Bei weiterer Verkleinerung des Volumens wird das dann unter Auspuffdruck stehende Gas ausgeschoben. Die bei der Verdichtung verrichtete Kompressionsarbeit ist als Fläche unter der  $p_V$ -Kurve 1-2-3-4 dargestellt. Diese Kompressionsarbeit wird nahezu vollständig in Wärme umgesetzt. In trockenverdichtenden Vakuumpumpen kann diese Wärme aufgrund der geringen Gasdichte nur schlecht an die gekühlten Gehäusewände abgegeben werden, was zu hohen Gastemperaturen innerhalb der Pumpe führt. Erfahrungen mit Klauenvakuumpumpen zeigen, daß die höchsten Temperaturen an den Rotoren auftreten.

Abb. 2.27 zeigt das Prinzip der isochoren Verdichtung im  $p_V$ -Diagramm. Die Verdichtung erfolgt hier *nicht* durch Verkleinerung des Schöpfraumvolumens, sondern nach Beendigung des Ansaugvorganges durch Belüftung mit Kaltgas, das von außen zugeführt wird. Es handelt sich dabei um eine ähnliche Verfahrensweise wie beim Einlassen von Gasballast-Gas bei Öffnen des Gasballastventils nach der Beendigung der Ansaugphase. Aus dem Diagramm wird deutlich, daß bei einer isochoren Verdichtung eine höhere Kompressionsarbeit verrichtet werden muß, aber die Belüftung erfolgt nicht durch heißes Auspuffgas sondern durch Kaltgas. Diese direkte Gaskühlung führt zu deutlich erniedrigten Rotortemperaturen. Pumpen dieser Bauart werden als **ALL-ex** im Abschnitt 2.1.3.2.2 besprochen.

### 2.1.3.2.1 Klauenpumpen mit innerer Verdichtung für die Halbleiterindustrie (»Dryvac-Reihe«)

#### Aufbau der DRYVAC-Pumpen

Infolge der in den einzelnen Pumpstufen geleisteten Kompressionsarbeit benötigen mehrstufige Klauenpumpen zur Abfuhr der Kompressionswärme eine Wasserkühlung für die vier Stufen. Während der Förderraum der Pumpe von Dicht- und Schmiermitteln frei ist, werden das Getriebe und die unteren Lager der Pumpenwelle mit einem perfluorierten Polyether (PFPE) geschmiert. Der Getriebekasten wird vom Förderraum durch Kolbenringe und einem Radial-Wellendichtring praktisch hermetisch abgetrennt. Die Lager in der oberen Endscheibe

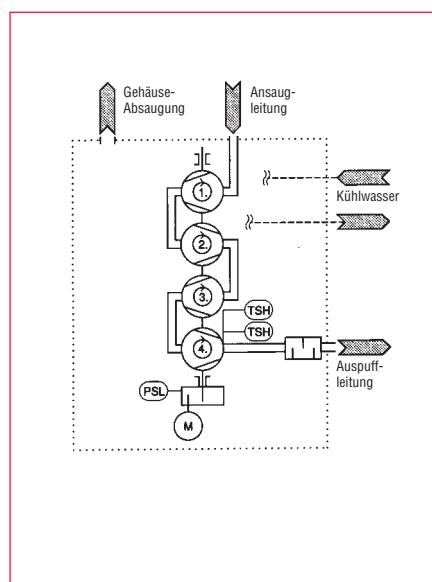


Abb. 2.29a  
Funktionsschema der DRYVAC B

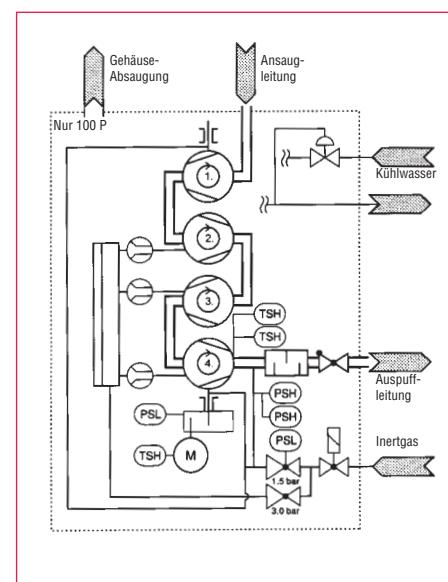


Abb. 2.29b  
Funktionsschema der DRYVAC P

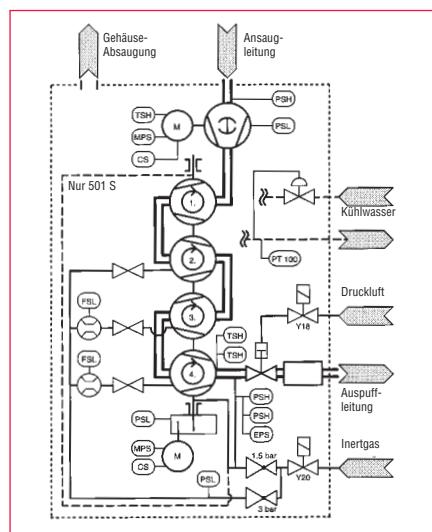


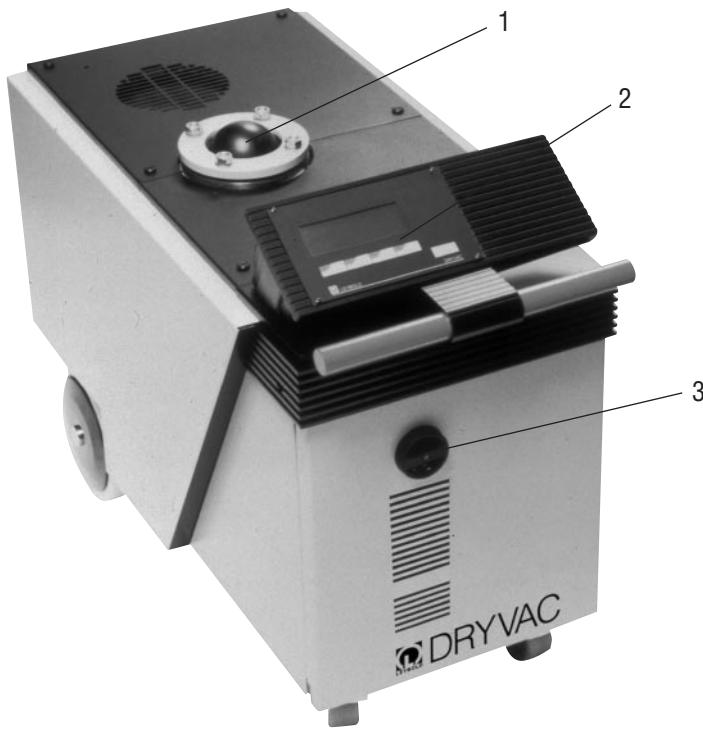
Abb. 2.29c  
Funktionsschema der DRYVAC S

	Kundenseitig
TSH	Thermoschalter
PSL	Druckschalter
PSH	Druckschalter
FSL	Durchflußschalter
MPS	Motorschutzschalter
PT 100	Temperatur-Meßfühler
Für DRYVAC mit LIMS	
CS	Stromsensor
EPS	Auspuffdruck-Sensor

Abb. 2.30  
Legende zu den Abbildungen 2.29a – 2.29c

- c) als Systemversion mit integrierter Selbstüberwachung: DRYVAC 50 S und 100 S
- d) als Systemversion mit integrierter Selbstüberwachung mit vergrößertem Saugvermögen im unteren Druckbereich: DRYVAC 251 S und 501 S (Abb. 2.29c)

Der mit der DRYVAC 251 S bzw. 501 S erzielbare Enddruck wird gegenüber den Versionen ohne integrierte Wälzkolbenpumpe um etwa eine Zehnerpotenz von etwa  $2 \cdot 10^{-2}$  mbar auf  $3 \cdot 10^{-3}$  mbar abgesenkt und die erzielbare Saugleistung deutlich erhöht. Natürlich können auch auf die übrigen DRYVAC-Modelle LEYBOLD-RUVAC Pumpen direkt aufgeflossen werden (in Halbleiterprozessen meist ebenfalls mit PFPE-Ölfüllung der Getrieberäume).



1 Ansaugstutzen, 2 Bedienungspult / Betriebselektronik, 3 Hauptschalter

Abb. 2.28  
DRYVAC-Pumpe

Die Pumpen der DRYVAC-Familie, der klassischen trockenverdichtenden Klauenvakuumumpumpen, werden bevorzugt in der Halbleiterindustrie eingesetzt, wobei eine Reihe von besonderen Ansprüchen an die Funktion erfüllt sein muß: Auch in Halbleiterprozessen ist, wie bei vielen anderen vakuumtechnischen Applikationen, die Bildung von Festkörperteilchen und Stäuben während des Prozesses und/oder im Laufe der Kompression der zu fördernden Stoffe auf Atmosphärendruck innerhalb der Pumpe nicht zu vermeiden. Bei Vakuumumpumpen die nach dem Klauenprinzip arbeiten, besteht die Möglichkeit mit Hilfe der sogenannten pneumatischen Förderung die Teilchen durch die Pumpe hindurchzutransportieren. Dadurch kann ein Abscheiden von Teilchen verbunden mit einem Aufwachsen von Schichten innerhalb der Pumpe und das mögliche Festlaufen der Klauenrotoren verhindert werden. Man hat darauf zu achten, daß die Strömungsgeschwindigkeit des Gasstromes durch die einzelnen Pumpstufen stets größer gehalten wird als die Sinkgeschwindigkeit der im Gasstrom mitgerissenen Teilchen. Wie aus Abb. 2.31 zu entnehmen ist, hängt die Sinkgeschwindigkeit der Teilchen stark von ihrer Größe ab. Die durchschnitt-

liche Strömungsgeschwindigkeit des Gases während der Kompressionsphase wird durch folgende Gleichung wiedergegeben:

$$v_{\text{Gas}} = \frac{q_{\text{PV}}}{p \cdot A} \cdot \frac{\text{mbar} \cdot \ell \cdot \text{s}^{-1}}{\text{mbar} \cdot \text{cm}^2} = \frac{10 \cdot q_{\text{PV}}}{p \cdot A} \cdot \frac{\text{m}}{\text{s}} \quad (2.22)$$

$q_{\text{PV}}$  = Gasmengendurchfluß,  $p$  = Druck,  $A$  = Fläche

Man sieht, daß mit steigendem Druck die Stömungsgeschwindigkeit des geförderten Gases sich verlangsamt und großenteils gleich der Sinkgeschwindigkeit der Teilchen im Gasstrom wird (Abb. 2.32). Das heißt, die Gefahr der Abscheidung von Teilchen im Arbeitsraum der Pumpe und die daraus resultierende Funktionsstörung wächst mit steigendem Druck. Parallel dazu wird mit zunehmender Kompression eine mögliche Partikelbildung aus der Gasphase heraus eintreten. Um die Größe dieser sich bildenden Partikel und damit auch ihre Sinkgeschwindigkeit klein, und die Durchflußgeschwindigkeit des Gases groß zu halten, führt man der Pumpe eine zusätzliche Gasmenge über die einzelnen Zwischenabschnitte zu (Spülgas). Dabei wird die

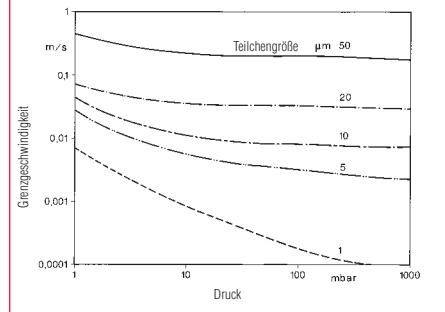


Abb. 2.31  
Sinkgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom Druck  $p$ . Parameter: Teilchengröße

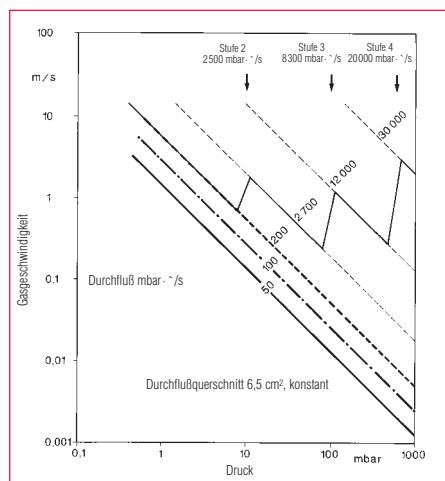


Abb. 2.32  
Mittlere Gasgeschwindigkeit  $v_g$  während der Kompression ohne Spülgas (links) und mit Spülgas (rechts) in den Stufen 2, 3 u. 4

einströmende Spülgasmenge auf die jeweiligen Druckverhältnisse in den einzelnen Pumpstufen abgestimmt (siehe rechts oben in Abb. 2.32). Durch diese Maßnahme ist es möglich, die Gasgeschwindigkeit hoch genug zu halten und durch die ganze Pumpe eine sogenannte pneumatische Förderung aufrecht zu erhalten. Durch die Art der Gasführung innerhalb der Pumpe, vom Saugstutzen über die jeweiligen vier Pumpstufen mit den dazugehörigen vier Zwischenstufen bis zum Auspuff, kann der Einfluß des Spülgases auf den Enddruck auf ein Minimum reduziert werden. Testergebnisse (Abb. 2.33) zeigen, daß der Einfluß von Spülgas in der vierten Stufe auf den Enddruck erwartungsgemäß am geringsten ist, da sich zwischen dieser und der Saugseite die drei anderen Pumpstufen befinden. Doch auch eine Spülgaszugabe über die zweite und dritte Stufe ist (Abb. 2.33) von vergleichsweise geringem Einfluß auf den Enddruck, wie man auch aus dem Vergleich der Saugvermögenskurven in Abb. 2.34 entnehmen kann. Abschließend kann man

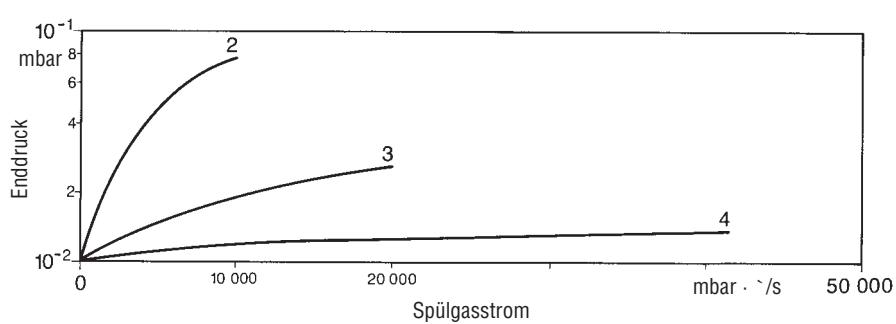


Abb. 2.33  
Enddruck der DRYVAC 100S in Abhängigkeit vom Spülgasstrom in den Stufen 2 – 4

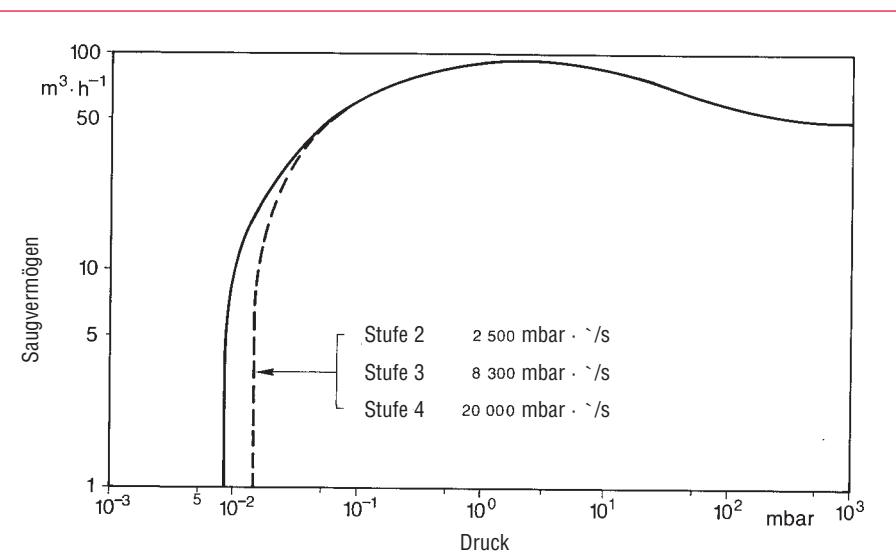


Abb. 2.34  
Saugvermögen mit und ohne Spülgas

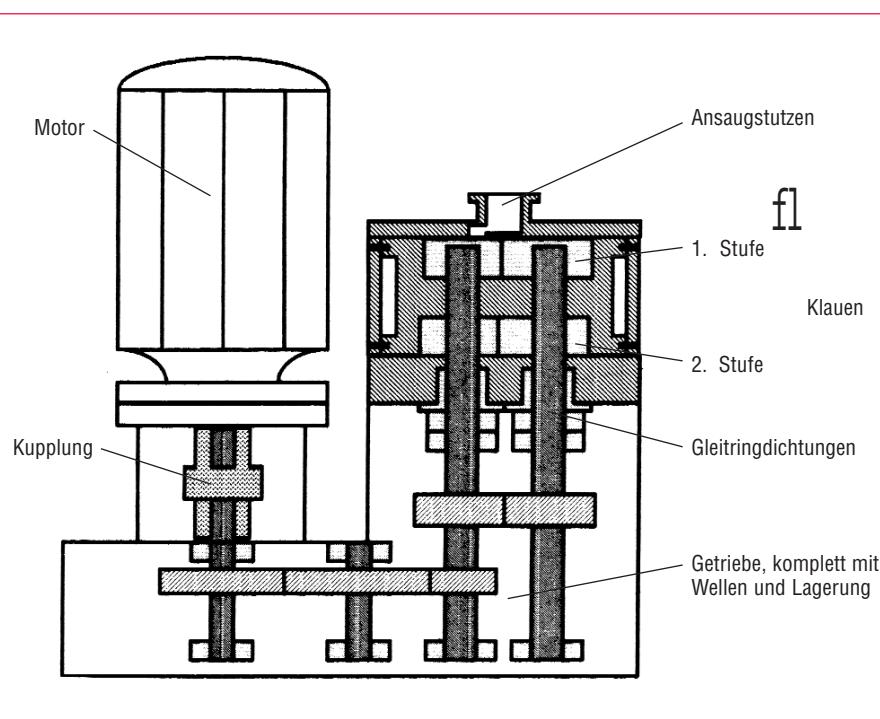


Abb. 2.35  
Einfacher Aufbau der trocken laufenden Pumpe »ALL-ex«

sagen, daß bei den meisten CVD-Prozessen mit der Bildung von Partikeln gerechnet werden muß. Setzt man trockenlaufende Vakuumpumpen nach dem Klauenpumpenprinzip ein, ist zur Verhütung von Festkörperabscheidungen innerhalb der Pumpe die dosierte Spülgaszugabe über die einzelnen Zwischenscheiben die Methode der Wahl. Bei Anwendung dieser Methode resultieren mehrere Effekte:

- die Spülgaszugabe verdünnt das gepumpte Stoffgemisch, partikelbildende Reaktionen laufen nicht ab oder werden zumindest verzögert
- Explosionsrisiken durch selbstentzündliche Stoffe werden deutlich herabgesetzt
- gebildete Teilchen werden pneumatisch durch die Pumpe transportiert
- Verluste an Saugvermögen und eine Verschlechterung des Enddruckes können durch eine spezielle Art der Gasführung sehr klein gehalten werden.

#### 2.1.3.2.2 Klauenpumpen ohne innere Verdichtung für die Chemie (»ALL-ex«)

Für die chemische Industrie ist beim Einsatz von Vakuumpumpen von Bedeutung, daß eine hohe Betriebssicherheit erreicht wird, ohne daß Abfallstoffe wie kontaminiertes Altöl oder Abwasser entstehen. Gelingt das, sind die Betriebskosten einer solchen Vakuumpumpe bezüglich zu treffender Umweltschutzmaßnahmen (z.B. Abwasser- und Altölentsorgung) gering. Für den Betrieb der einfach aufgebauten und robusten LEYBOLD-Pumpe »ALL-ex« gibt es weder eine Begrenzung der abzupumpenden Dampfmengenströme, noch eine Einschränkung des Druckbereiches bei Dauerbetrieb. Die »ALL-ex« kann im gesamten Druckbereich von 5 bis 1000 mbar ohne Einschränkungen eingesetzt werden.

##### Aufbau der ALL-ex-Pumpe:

Ein Schema des zweistufigen Aufbaues der ALL-ex zeigt Abb. 2.35. Die beiden senkrecht angeordneten Stufen werden von oben nach unten durchströmt, um die Ausförderung von gebildeten Kondensaten und von Spülflüssigkeiten zu erleichtern bzw. überhaupt zu ermöglichen. Das Pumpengehäuse ist wassergekühlt und ermöglicht die Kühlung der ersten Pumpenstufe. Eine gedichtete Verbindung zwischen Gasraum und Kühlkanal gibt es nicht, so daß das

Eindringen von Kühlwasser in den Schöpfraum ausgeschlossen ist. Die druckstoßfeste Ausführung des gesamten Aggregates unterstreicht das Sicherheitskonzept im Hinblick auf den inneren Explosionsschutz, dem auch durch die direkte Kühlung mit Kaltgas besonderes Augenmerk geschenkt wurde (siehe auch Funktionsprinzip). Eine Besonderheit der »ALL-ex« besteht darin, daß die beiden Wellen ausschließlich im Getriebe gelagert sind. Auf der Schöpfraumseite sind die Wellen frei (fliegende Lagerung). Dieser einfache Aufbau ermöglicht es, sowohl die Demontage als auch die Reinigung beim Service des Trockenläufers ohne Spezialwerkzeug in kurzer Zeit vom Anwender selbst durchzuführen.

Um die Abdichtung vom Prozeßmedium des Schöpfraumes zum Getrieberraum zu gewährleisten, ist die Wellenabdichtung als Gleittringdichtung ausgeführt, einem in der Chemie bewährten Dichtungskonzept. Dieses ist in der Lage, Flüssigkeiten gegen Flüssigkeiten abzudichten, wodurch die Pumpe spülbar und unempfindlich gegen gebildete Kondensate wird. Abb. 2.36 zeigt den Lieferumfang der ALL-ex-Pumpe mit Gaskühler und Vorlage.

### Funktionsprinzip

Die isochore Verdichtung, die auch der Begrenzung der Verdichtungsendtemperatur, besonders in der atmosphärenseitigen Stufe, zur Sicherstellung des inneren Explosionsschutzes dient, erfolgt durch Belüften des Schöpfraumes mit Kaltgas aus einem geschlossenen Kühlgaskreislauf (Abb. 2.37). Abb. 2.38-1 verdeutlicht den Beginn des Ansaugvorganges mit dem Öffnen des Ansaugschlitzes durch die Steuerkante des rechten Rotors. Das Prozeßgas strömt dabei in den sich vergrößernden Ansaugraum. Das Ansaugen wird durch das Druckgefälle bewirkt, das durch die Volumenvergrößerung des Schöpfraumes erzeugt wird. Das maximale Volumen des Schöpfraumes ist nach etwa einer  $\frac{3}{4}$ -Umdrehung der Rotoren erreicht (Abb. 2.38-2). Nach Ende des Ansaugvorganges gibt die Steuerkante des linken Rotors den Kaltgasseinlaß und gleichzeitig die Steuerkante des rechten Rotors erneut den Ansaugschlitz frei (Abb. 2.38-3). In Abb. 2.38-4 beendet die Steuerkante des linken Rotors das Ausfordern des mit Kaltgas auf 1000 mbar verdichteten Gases; gleichzeitig beendet die Steuerkante des rechten Rotors wieder einen Ansaugvorgang.

Die Gesamtemission der Anlage wird durch die großen Kaltgasmengen nicht vergrößert, da ein geschlossener Kühlkreislauf in Form eines extern angeordneten Gaskühlers und Kondensators installiert ist (Abb. 2.37). Das heiße Auspuffgas wird durch den Kühler geleitet und als Kaltgas für die Voreinlaßkühlung teilweise in die Pumpe zurückgeführt. Diese saugt sich dabei die zur Belüftung des Schöpfraumes notwendige Menge kalten Prozeßgases in den Verdichtungsbereich zurück. Dieser Vorgang hat aber keinen Einfluß auf das Saugvermögen der »ALL-ex«, weil der Ansaugvorgang bei Beginn der Belüftung bereits beendet ist. Die Ausführung des Kühlers als Kondensator ermöglicht eine einfache Lösemittelrückgewinnung. Die direkte Gaskühlung, also die Belüftung des Schöpfraumes mit von außen zugeführtem Kaltgas (anstelle von heißem Auspuffgas) führt bei der »ALL-ex« zu so niedrigen Rotortemperaturen, daß Stoffgemische der ExT3-Klasse in jedem Betriebspunkt sicher

abgepumpt werden können. Die »ALL-ex« erfüllt damit die Anforderungen der chemischen Industrie bezüglich des inneren Explosionsschutzes voll. Eine gewisse Flüssigkeitsverträglichkeit macht die »ALL-ex« spülbar, wodurch z.B. Belagbildung innerhalb der Pumpe vermieden bzw. bereits gebildete Beläge abgelöst werden können. Dabei werden Spülflüssigkeiten in der Regel nach Prozeßende (Batch-Betrieb) oder während des Prozesses bei kurzem Ausblocken der Pumpe zugegeben. Die »ALL-ex« kann aus Stillständen heraus selbst dann in Betrieb genommen werden, wenn Flüssigkeit den gesamten Schöpfraum füllt. Abb. 2.39 zeigt die Saugvermögenskurve einer ALL-ex 250. Diese Pumpe hat ein Nennsaugvermögen von 250 m<sup>3</sup>/h und einen Enddruck von < 10 mbar. Bei 10 mbar hat sie noch immer ein Saugvermögen von 100 m<sup>3</sup>/h. Der Dauerarbeitsdruck der Pumpe kann bis 1000 mbar betragen; ihre Leistungsaufnahme ist 13,5 kW.

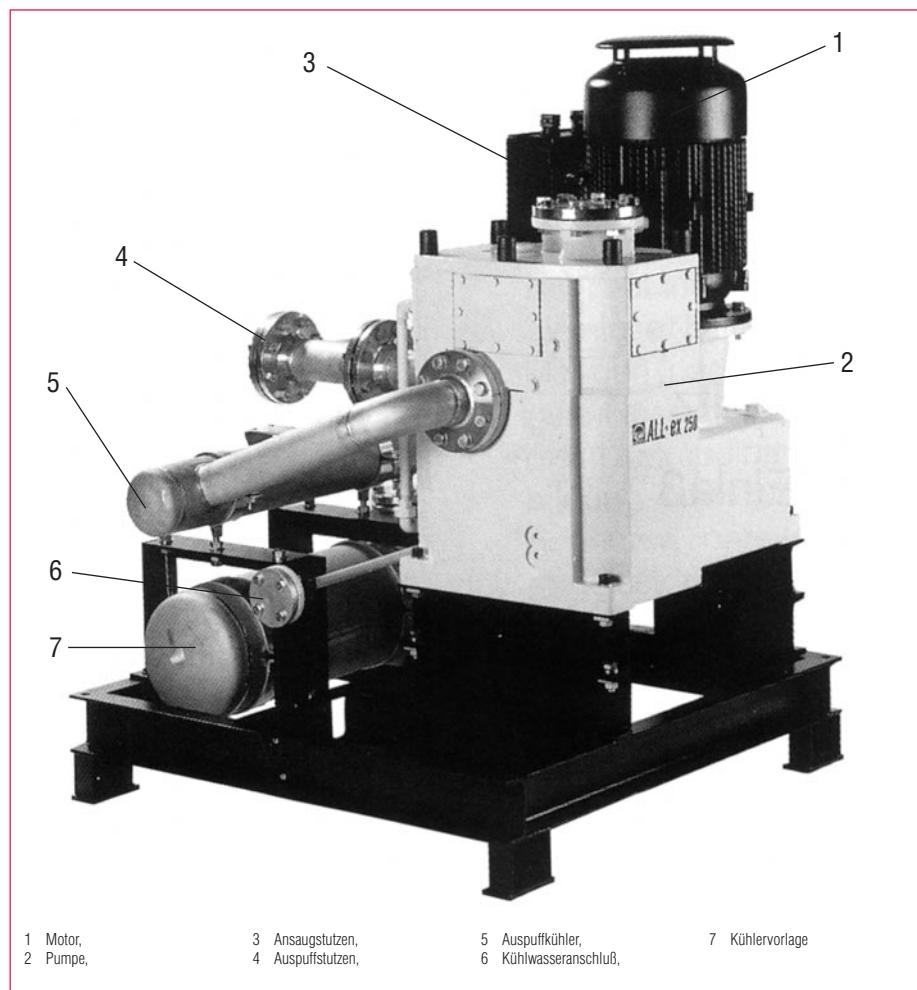


Abb. 2.36  
»ALL-ex«-Pumpe

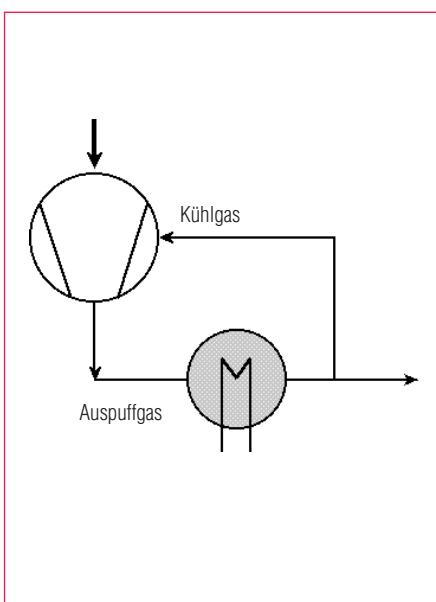


Abb. 2.37  
Kaltgaskreislauf der »ALL-ex« mit Kühler / Kondensator auf der Auspuffseite

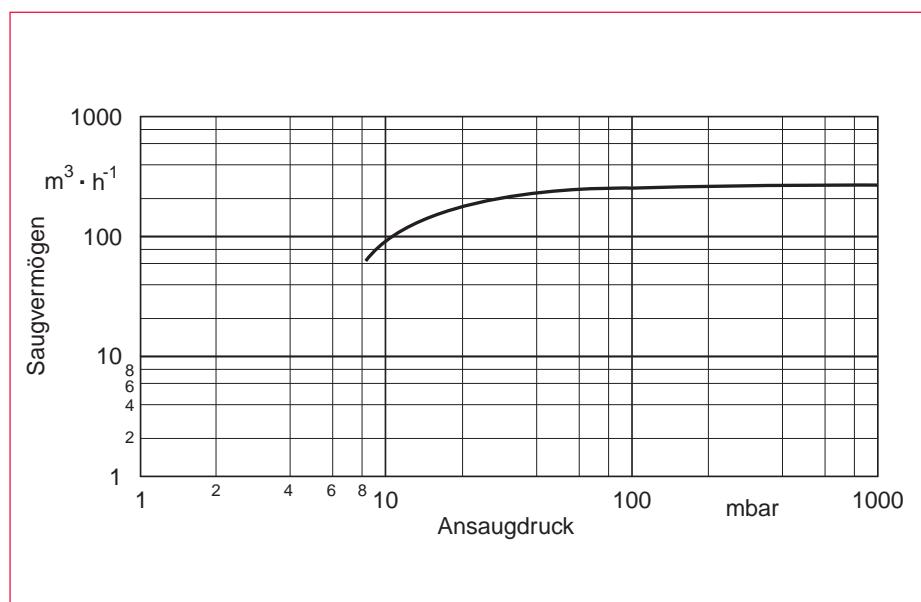


Abb. 2.39  
Saugvermögenskurve einer ALL-ex 250

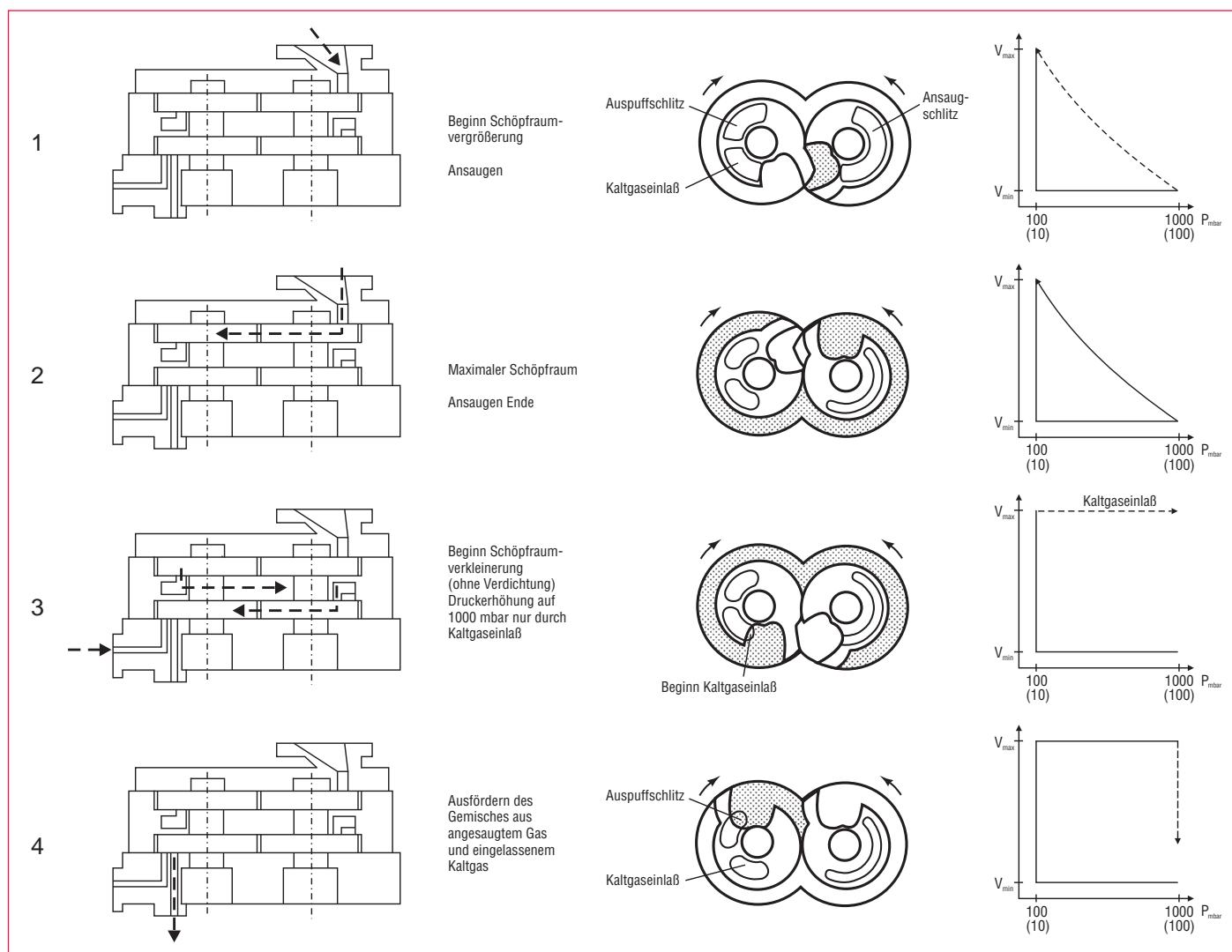


Abb. 2.38  
Schematische Darstellung des Pumpprinzips einer ALL-ex Pumpe (Klaue-Vakuumpumpe ohne innere Verdichtung).

## 2.1.4 Zubehör zu ölgedichteten Rotations-Verdrängerpumpen

Während eines Vakuumprozesses können in einem Vakuum-Behälter Substanzen anfallen, die für Rotationspumpen schädlich sind.

### Wasserdampfabscheidung

Bei nassen Vakuumprozessen fällt Wasserdampf an. Das kann dazu führen, daß sich Wasser in der Ansaugleitung niederschlägt. Würde dieses Kondensat aber in den Saugstutzen der Pumpe gelangen, so kann dies zu einer Verunreinigung des Pumpenöls führen. Die Pumpeigenschaften ölgedichteter Pumpen können auf diese Weise erheblich beeinträchtigt werden. Andererseits kann auch der durch das Auspuffventil der Pumpe ausgestoßene Wasserdampf in der Auspuffleitung kondensieren. Das Kondensat kann, sofern die Auspuffleitung nicht so angeordnet ist, daß anfallende Kondensate nach außen ablaufen können, auch von hier durch das Auspuffventil in das Pumpeninnere gelangen. Bei Anfall von Wasserdampf, aber auch bei Anfall anderer Dämpfe, wird daher die Anbringung von **Ab-scheidern** (Kondensatfallen) dringend empfohlen. Wird keine Auspuffleitung an die Gasballastpumpe angeschlossen (z.B. bei kleineren Drehschieberpumpen), so wird die Anbringung von **Auspufffiltern** empfohlen. Diese fangen den von der Pumpe ausgestoßenen Ölnebel auf.

Einige Pumpen besitzen leicht auswechselbare Filterpatronen, die nicht nur den Ölnebel zurückhalten, sondern das Pumpenöl laufend von Verunreinigungen säubern. Sofern der Wasserdampfanfall höher ist als die katalogmäßig angegebene Wasserdampfverträglichkeit der Pumpe, sollte stets ein Kondensator zwischen Rezipient und Pumpe geschaltet werden. (Näheres siehe Abschnitt 2.1.5).

### Staubabscheidung

Feste Verunreinigungen, wie Staub- und Sandkörner, erhöhen den Verschleiß der Drehkolben und der Oberflächen im Innern des Pumpengehäuses erheblich. Sofern die Gefahr besteht, daß derartige Verunreinigungen in die Pumpe gelangen könnten, sollte ein **Staubabscheider** oder **Staubfilter** in die Ansaugleitung der Pumpe eingebaut werden. Hier stehen heute nicht nur die herkömmlichen Filter mit relativ großen

Gehäusen und passenden Filtereinsätzen zur Verfügung, sondern auch Gewebe-Feinfilter, die im Zentrierring des Kleinfangs festgestellt sind. Gegebenenfalls ist eine Querschnittserweiterung mit KF-Übergangsstücken zu empfehlen.

### Öldampfabscheidung

Der mit ölgedichteten Drehkolbenpumpen erreichbare Enddruck wird von Wasserdampf und Kohlenwasserstoffen aus dem Pumpenöl stark beeinflußt. Selbst bei zweistufigen Drehschieberpumpen läßt sich eine geringe Rückströmung dieser Moleküle aus dem Pumpeninneren in den Rezipienten nicht ganz vermeiden. Zur Erzeugung kohlenwasserstofffreier Hoch- und Ultrahochvakua, z.B. mit Ionen-Zerstäuber- oder Turbo-Molekularpumpen, ist jedoch ein möglichst ölfreies Vakuum auch auf der Vorvakuumseite dieser Pumpen erforderlich. Um dies zu erreichen, werden **Feinvakuum-Adsorptionsfallen** (s. Abb. 2.40), die mit einem ge-

eigneten Adsorptionsmittel (LINDE-Molekularsieb 13X) gefüllt sind, in die Saugleitung ölgedichteter Vorpumpen eingebaut. Die Wirkungsweise einer Adsorptionsfalle ist ähnlich der einer Adsorptionspumpe. Näheres hierüber siehe in Abschnitt 2.1.8. Werden Feinvakuum-Adsorptionsfallen in Saugleitungen ölgedichteter Drehschieberpumpen im Dauerbetrieb eingesetzt, so empfiehlt es sich, zwei Adsorptionsfallen, jeweils durch Ventile getrennt, parallel einzubauen. Erfahrungsgemäß verliert das als Adsorptionsmittel verwendete Zeolith nach etwa 10 – 14 Tagen Dauerbetrieb stark an Adsorptionsvermögen. Um den Prozeß nicht unterbrechen zu müssen, kann dann unmittelbar auf die andere, zwischenzeitlich regenerierte Adsorptionsfalle umgeschaltet werden. Beim Ausheizen der jeweils nicht in die Saugleitung geschalteten Adsorptionsfalle sollten die von der Oberfläche des Zeoliths entweichenden Dämpfe von einer Hilfspumpe abgepumpt werden. Ein Abpumpen durch die in Betrieb befindliche Gasballastpumpe führt im allgemeinen zu einer Bedeckung des Zeoliths in der anderen, nicht beheizten Adsorptionsfalle und damit zu einem vorzeitigen Nachlassen der Adsorptionskapazität dieser Falle.

### Verminderung des effektiven Saugvermögens

Alle Filter, Abscheider, Kondensatoren und Ventile in der Ansaugleitung vermindern das effektive Saugvermögen der Pumpe. Auf Grund der katalogmäßig aufgeföhrten Leitwerte oder des Drosselungsfaktors kann das wirksame Saugvermögen der Pumpe errechnet werden. Näheres hierüber siehe Abschnitt 1.5.2

## 2.1.5 Kondensatoren

Zum Abpumpen größerer Mengen von Wasserdampf ist der Kondensator die wirtschaftlichste Pumpe. Der Kondensator wird in der Regel mit Wasser solcher Temperatur gekühlt, daß die Kondensator-Temperatur genügend tief unter dem Taupunkt des Wasserdampfes liegt, um eine wirtschaftliche Kondensations- oder Pumpwirkung zu gewährleisten. Zur Kühlung werden aber auch Mittel wie z.B. Sole und Kältemittel ( $\text{NH}_3$ , Frigen®) verwendet.

Beim Abpumpen von Wasserdampf im industriellen Maßstab fällt immer auch eine gewisse Menge Luft an, die entweder im

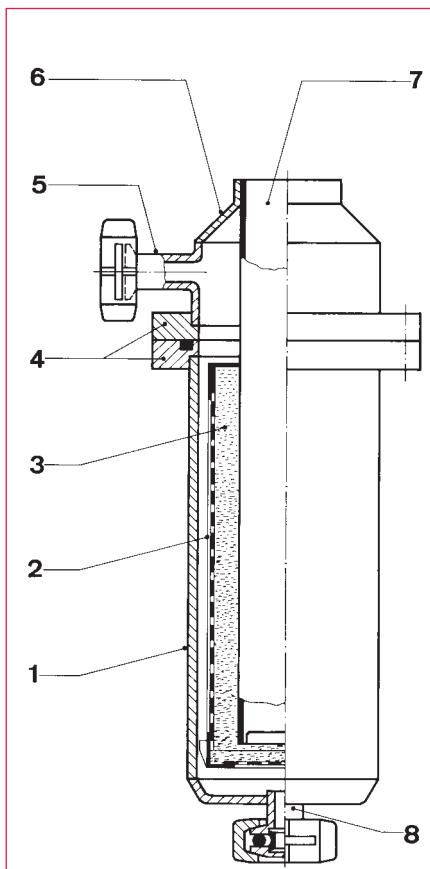


Abb. 2.40  
Schnitt durch eine Feinvakuum-Adsorptionsfalle

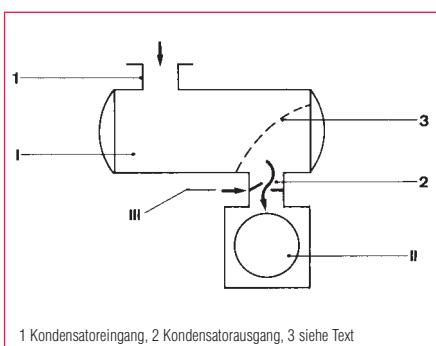


Abb. 2.41  
Kondensator I mit nachgeschalteter Gasballastpumpe II zum Abpumpen großer Wasserdampfmengen im Grobvakuum Bereich III – einstellbare Drosselstelle

Dampf enthalten ist oder von Undichtheiten der Anlage herrührt. (Die folgenden, für Luft und Wasserdampf angestellten Betrachtungen gelten in sinngemäßer Übertragung allgemein auch für andere Dämpfe als Wasser.) Dem Kondensator muß daher eine Gasballastpumpe nachgeschaltet werden (siehe Abb. 2.41); er arbeitet also – in Analogie zur Wälzkolbenpumpe – stets in einer Pumpenkombination. Die Gasballastpumpe hat die Aufgabe, den Luftanteil, der oft nur einen geringen Teil der anfallenden Wasserdampfmenge ausmacht, abzusaugen, ohne gleichzeitig viel Dampf abzupumpen. Es ist daher verständlich, daß die in der Kombination Kondensator-Gasballastpumpe im stationären Zustand sich einstellenden Strömungsverhältnisse, die sich im Gebiete des Grobvakuums abspielen, nicht ohne weiteres zu übersehen sind. Die einfache Anwendung der Kontinuitätsgleichung ist nicht ausreichend, da man es nicht mehr mit einem quellen- oder senkenfreien Strömungsfeld zu tun hat (der Kondensator ist auf Grund der Kondensationsvorgänge eine Senke). Hierauf wird an dieser Stelle besonders hingewiesen. In praktischen Fällen sollte ein eventuelles »Nichtfunktionieren« der Kombination Kondensator-Gasballastpumpe nicht gleich einem Versagen des Kondensators zugeschrieben werden.

Bei der Dimensionierung der Kombination Kondensator-Gasballastpumpe ist folgendes zu berücksichtigen:

a) Der Anteil der gleichzeitig mit dem Wasserdampf abzupumpenden Permanentgase (Luft) sollte nicht zu hoch sein. Bei Luftpartialdrücken, die mehr als ca. 5 % des Totaldruckes am Ausgang des Kondensators ausmachen, entsteht ein merklicher Luftstau vor den Kondensationsflächen. Der Kondensator kann dann seine volle Lei-

stung nicht erreichen. Siehe hierzu auch die Ausführungen in Abschnitt 2.2.3 über das gleichzeitige Abpumpen von Gasen und Dämpfen.

b) Der Wasserdampfdruck am Kondensator-Ausgang, d. h. also an der Saugseite der Gasballastpumpe, sollte, sofern nicht die im Abschnitt 2.2.3 näher beschriebene Permanent-Gasmenge gleichzeitig abgepumpt wird, nicht höher sein als die katalogmäßig angegebene Wasserdampfverträglichkeit der betreffenden Gasballastpumpe. Ist, was sich in der Praxis nicht immer vermeiden läßt, am Kondensator-Ausgang ein höherer Wasserdampfpartialdruck zu erwarten, so baut man zweckmäßigerweise zwischen Kondensator-Ausgang und Saugstutzen der Gasballastpumpe eine Drosselstelle ein. Der Leitwert dieser Drosselstelle sollte veränderlich und so bemessen sein (siehe Abs. 1.5.2), daß bei voller Drosselung der Druck im Ansaugstutzen der Gasballastpumpe nicht höher werden kann als die Wasserdampfverträglichkeit. Auch die Verwendung anderer Kühlmittel oder eine Erniedrigung der Kühlwassertemperatur vermag in vielen Fällen den Wasserdampf-Druck unter den erforderlichen Wert zu senken.

Zur **rechnerischen Behandlung** der Kombination Kondensator-Gasballastpumpe genügt es vorauszusetzen, daß im Kondensator selbst kein Druckverlust auftritt, daß also der Totaldruck am Kondensator-Eingang  $p_{\text{tot}1}$  gleich ist dem Totaldruck am Kondensator-Ausgang  $p_{\text{tot}2}$ :

$$p_{\text{tot}1} = p_{\text{tot}2} \quad (2.23)$$

Der Totaldruck setzt sich zusammen aus den Partialdruck-Anteilen der Luft  $p_L$  und des Wasserdampfes  $p_D$ :

$$p_{L1} + p_{D1} = p_{L2} + p_{D2} \quad (2.23a)$$

Da infolge der Wirksamkeit des Kondensators der Dampfdruck  $p_{D2}$  am Ausgang des Kondensators stets kleiner sein muß als am Eingang, muß zur Erfüllung von Gleichung (2.23) der Luftpartialdruck  $p_{L2}$  am Ausgang größer sein als am Eingang  $p_{L1}$  (siehe Abb. 2.43), auch wenn keine Drosselstelle vorhanden ist.

Der höhere Luftpartialdruck  $p_{L2}$  am Kondensator-Ausgang wird durch einen Luftstau erzeugt, der so lange am Ausgang vorhanden ist, bis sich ein stationäres Strömungsgleichgewicht einstellt. Von diesem

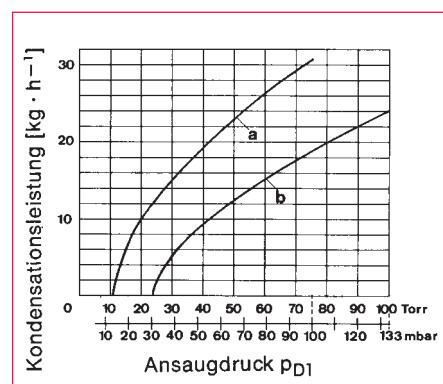


Abb. 2.42  
Kondensationsleistung des Kondensators (Kondensationsfläche 1 m<sup>2</sup>) in Abhängigkeit vom Ansaugdruck  $p_{D1}$  des Wasserdampfes. Kurve a Kühlwassertemperatur 12°C; Kurve b: Temperatur 25°C, Verbrauch in beiden Fällen 1 m<sup>3</sup>/h bei 3 bar Überdruck

Luftstau wird durch die (eventuell gedrosselte) Gasballastpumpe im Gleichgewicht gerade so viel abgepumpt, wie vom Eingang (1) durch den Kondensator hinzuströmt.

Auf Gleichung (2.23a) bauen sich alle Berechnungen auf, für die jedoch Angaben über die Menge der abzusaugenden Dämpfe und Permanentgase, die Zusammensetzung und den Druck zur Verfügung stehen sollten. Daraus kann die Größe des Kondensators und der Gasballastpumpe berechnet werden, wobei diese beiden Größen allerdings nicht unabhängig voneinander sind. Das Ergebnis einer solchen Berechnung ist in Abb. 2.42 am Beispiel eines Kondensators mit einer Kondensationsfläche von 1 m<sup>2</sup> dargestellt, dessen Kondensationsleistung bei einem Ansaugdruck  $p_{D1}$  von 40 mbar reinem Wasserdampf 15 kg/h beträgt, wenn der Anteil der Permanentgase sehr klein ist und stündlich 1 m<sup>3</sup> Kühlwasser, bei einem Leistungsdruck von 3 bar Überdruck und einer Temperatur von 12°C verbraucht wird. Das erforderliche Saugvermögen der Gasballastpumpe richtet sich nach den vorliegenden Betriebsverhältnissen, insbesondere nach der Größe des Kondensators. Je nach der Wirksamkeit des Kondensators liegt der Wasserdampfpartialdruck  $p_{D2}$  mehr oder weniger über dem Sättigungsdruck  $p_s$ , welcher der Temperatur des Kühlmittels entspricht. (Bei Kühlung mit Wasser von 12 °C würde also (gem. Tabelle XIII, Abschnitt 9)  $p_s = 15$  mbar sein. Demgemäß ändert sich auch der am Kondensatorausgang herrschende Luftpartialdruck  $p_{L2}$ . Bei einem großen Kondensator ist

$p_{D2} \approx p_s$ , der Luftpartialdruck  $p_{L2}$  also groß und damit – wegen  $p_L \cdot V = \text{konst.}$  – das anfallende Luftvolumen klein. Es wird also nur eine relativ kleine Gasballastpumpe benötigt. Ist der Kondensator aber klein, tritt der umgekehrte Fall ein:  $p_{D2} > p_s \cdot p_{L2}$  ist klein, daher wird eine relativ große Gasballastpumpe benötigt. In praktisch vorkommenden Pumpprozessen mit Kondensatoren wird die Übersicht dadurch erschwert, daß während eines Pumpprozesses die anfallende Luftmenge keineswegs konstant zu sein braucht, sondern in mehr oder weniger weiten Grenzen schwanken kann. Es ist also erforderlich, daß das am Kondensator wirksame effektive Saugvermögen der Gasballastpumpe in gewissen Grenzen reguliert werden kann.

In der Praxis sind folgende Maßnahmen üblich: Es wird

a) eine **Drosselstrecke** zwischen Gasballastpumpe und Kondensator gelegt, die während der Grobevakuiierung kurzgeschlossen wird. Der Strömungswiderstand der Drosselstrecke muß so einstellbar sein, daß das effektive Saugvermögen der Pumpe auf den notwendigen Wert vermindert werden kann. Dieser Wert kann nach den Gleichungen in Abschnitt 2.2.3 errechnet werden.

b) neben der großen Pumpe wird zum Grobevakuiieren eine **Haltepumpe mit kleinem Saugvermögen** aufgestellt, die entsprechend der auftretenden minimalen Luftmenge dimensioniert ist. Diese Haltepumpe hat lediglich den Zweck, während des Prozesses den optimalen Betriebsdruck aufrechtzuerhalten.

c) die notwendige **Luftmenge wird durch ein Dosierventil** in die Saugleitung der Pumpe eingelassen. Diese zusätzliche Luftmenge wirkt wie ein vergrößerter Gasballast, der die Wasserdampfverträglichkeit der Pumpe heraufsetzt. Diese Maßnahme hat aber in den meisten Fällen zur Folge, daß die Leistung des Kondensators verringert wird. Außerdem bedeutet die zusätzlich eingesetzte Luftmenge für die Gasballastpumpe einen zusätzlichen Energieaufwand und (siehe hierzu Abschnitt 8.3.1.1) einen erhöhten Ölverbrauch. Da der Wirkungsgrad des Kondensators bei zu großem Luftpartialdruck im Kondensator verschlechtert wird, sollte der Lufteinlaß nicht vor, sondern, wenn überhaupt, nur hinter dem Kondensator erfolgen.

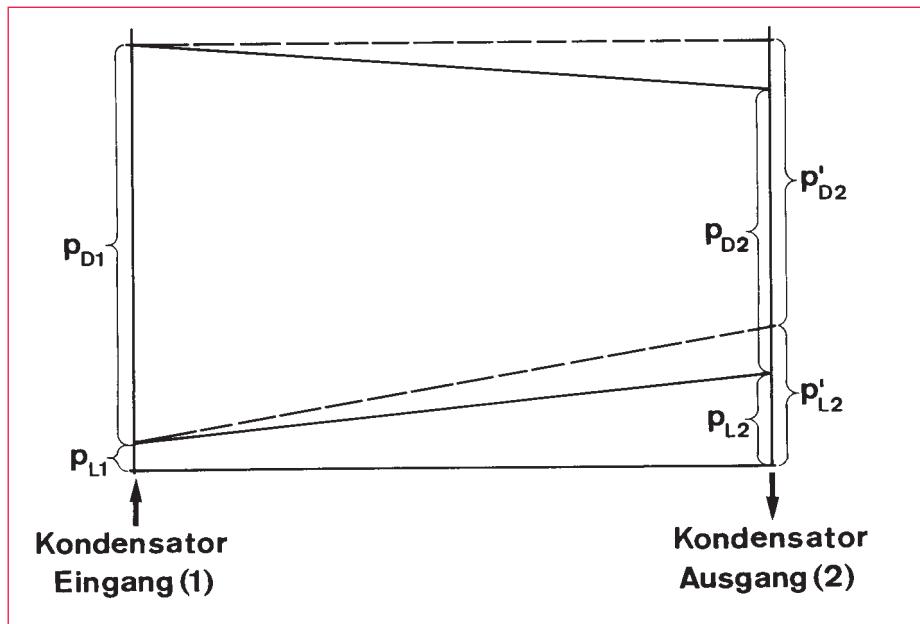


Abb. 2.43  
Schematische Darstellung des Druckverlaufes im Kondensator. Die ausgezogenen Linien entsprechen den Verhältnissen in einem Kondensator, in dem ein geringfügiger Druckabfall stattfindet ( $p_{tot,2} < p_{tot,1}$ ). Die gestrichelten Linien gelten für einen idealen Kondensator ( $p_{tot,2} \approx p_{tot,1}$ ).  $p_D$ : Partialdruck des Wasserdampfes,  $p_L$ : Partialdruck der Luft

Ist die Anlaufzeit eines Prozesses kurz gegen den Prozeßablauf, so wird man den technisch einfachsten Weg der Grob- und der Haltepumpe gehen. Prozesse mit stark veränderlichem Ablauf werden eine verstellbare Drosselstrecke, nötigenfalls auch einen regulierbaren Lufteinlaß erfordern.

An der Saugseite der Gasballastpumpe ist immer ein Wasserdampfpartialdruck  $p_{D2}$  vorhanden. Dieser ist mindestens so groß wie der Sättigungsdampfdruck des Wassers bei der Temperatur des Kühlmittels. Dieser ideale Fall ist praktisch nur mit einem sehr großen Kondensator zu verwirklichen (siehe oben).

Im Hinblick auf die Praxis lassen sich aus dem Gesagten grundsätzliche Regeln für die beiden folgenden Fälle herleiten:

1. **Abpumpen von Permanentgasen** mit Anteilen von Wasserdampf: Hier erfolgt die Dimensionierung der Kombination Kondensator-Gasballastpumpe auf Grund der abzupumpenden Permanentgasmenge. Der Kondensator hat lediglich die Aufgabe, den Wasserdampfdruck vor dem Saugstutzen der Gasballastpumpe auf einen Wert unterhalb der Wasserdampfverträglichkeit herabzusetzen.

2. **Abpumpen von Wasserdampf** mit Anteilen von Permanentgasen: Hier ist, um eine hohe Effektivität des Kondensators zu erreichen, ein möglichst kleiner Partial-

druck der Permanentgase im Kondensator anzustreben. Selbst wenn der Wasserdampfpartialdruck am Kondensator größer sein sollte als die Wasserdampfverträglichkeit der Gasballastpumpe, so ist selbst eine relativ kleine Gasballastpumpe im allgemeinen groß genug, um auch bei der dann erforderlichen Drosselung die anfallenden Permanentgase noch abzupumpen.

**Wichtiger Hinweis:** Wird im Laufe des Prozesses der Sättigungsdampfdruck des Kondensates im Kondensator (abhängig von der Kühlwassertemperatur) unterschritten, so muß der Kondensator ausgeblockt oder zumindest die Kondensat-Sammelvorlage abgesperrt werden. Geschieht dies nicht, so pumpt die Gasballastpumpe den zuvor im Kondensator kondensierten Dampf heraus wieder ab.

## 2.1.6 Treibmittelpumpen

Grundsätzlich sind hier zu unterteilen: Strahlpumpen wie Wasserstrahlpumpen ( $17 \text{ mbar} < p < 1013 \text{ mbar}$ ) und Dampfstrahlpumpen ( $10^{-3} \text{ mbar} < p < 10^{-1} \text{ mbar}$ ), sowie Diffusionspumpen ( $p < 10^{-3} \text{ mbar}$ ). Strahlpumpen werden vorwiegend zum Erzeugen von Feinvakuum, Diffusionspumpen zum Erzeugen von Hoch- aber auch von Ultrahochvakuum verwendet. Beide Pumparten arbeiten mit einem schnell strömenden dampfförmigen oder flüssigen

Treibmittel (Wasserstrahl sowie Wasserdampf, Öl- oder Quecksilberdampf). Die Wirkungsweise aller Treibmittelpumpen ist im Grunde ähnlich: Die abzusaugenden Gasteilchen gelangen aus dem Rezipienten in den Treibmittel-Strahl, der nach Durchtritt durch eine Düse expandiert. Die Teilchen des Treibmittelstrahles übertragen durch Stöße Impulse in Pumprichtung auf die Gasteilchen. Dadurch wird das abzupumpende Gas in einen Raum mit höherem Druck transportiert.

In den Treibmittelpumpen stellen sich während des Betriebes entsprechend der Treibmittelart und Temperatur sowie der Düsenausführung entsprechende Dampfdrücke ein, die z.B. bei Öldiffusionspumpen im Siederäum 1 mbar betragen können. Damit der Dampf ausströmen kann, muß der Vorpakuumdruck in der Pumpe hinreichend niedrig sein. Um dies zu gewährleisten, benötigen derartige Pumpen entsprechende, meist mechanische Vorpakumpumpen. In den Rezipienten kann der Dampfstrahl nicht gelangen, da er nach dem Austritt aus der Düse an den gekühlten Außenwänden der Pumpe kondensiert wird.

Wolfgang Gaede hat als erster erkannt, daß Gase von verhältnismäßig niedrigem Druck mit Hilfe eines Dampfstrahles von wesentlich höherem Druck abgepumpt werden können, daß sich also die Gasmoleküle aus einem Gebiet niedrigen Totaldruckes in ein Gebiet hohen Totaldruckes bewegen. Dieser paradox erscheinende Tatbestand kommt dadurch zustande, daß der Dampfstrahl zunächst völlig gasfrei ist, so daß die Gase aus einem Gebiet höheren Gaspartialdruckes (dem Rezipienten) in ein Gebiet niedrigeren Gaspartialdruckes (den Dampfstrahl) diffundieren. Diese Grundvorstellungen Gaedes hat Irving Langmuir (1915) zur Konstruktion der ersten Diffusionspumpe im heutigen Sinne benutzt. Die ersten Diffusionspumpen waren Quecksilberdiffusionspumpen aus Glas, später aus Metall. In den 60er Jahren wurde Quecksilber als Treibmittel fast vollständig durch Öl verdrängt. Um möglichst hohe Dampfgeschwindigkeiten zu erreichen, ließ er den Dampfstrahl aus einer Düse mit Überschallgeschwindigkeit ausströmen. Der Treibmitteldampf, aus dem der Dampfstrahl besteht, wird anschließend an der gekühlten Gehäusewand kondensiert, während das geförderte Gas gewöhnlich in einer

oder mehreren nachgeschalteten Stufen weiter komprimiert wird, bevor es von der Vorpumpe abgesaugt wird. Die Kompressionsverhältnisse, die man mit Treibmittelpumpen erreichen kann, sind sehr hoch: Wenn man am Ansaugstutzen der Treibmittelpumpe einen Druck von  $10^{-9}$  mbar hat und ein Vorpakuum von  $10^{-2}$  mbar, so wird das abgesaugte Gas um den Faktor  $10^7$  verdichtet!

Grundsätzlich ist der Enddruck von Treibmittelpumpen durch den Wert des Treibmittelpartialdruckes bei Betriebstemperatur der Pumpe begrenzt. Das versucht man durch Dampfsperren (Baffle) oder Kühlfallen zu verbessern. Dies sind »Kondensatoren« zwischen Treibmittelpumpe und Rezipient, so daß der im Rezipienten erreichbare Enddruck dann durch den Treibmittelpartialdruck bei Baffle-Temperatur begrenzt wird.

Im wesentlichen sind die Typen der Treibmittelpumpen durch die Dichte des Treibmittelstrahls beim Austritt aus der hochvakuumseitigen Düse charakterisiert durch:

#### 1. Niedrige Dampfstrahldichte:

##### **Diffusionspumpen**

Öl-Diffusionspumpen  
(Typenreihen: LEYBODIFF, DI und DIP)  
Quecksilber-Diffusionspumpen

#### 2. Hohe Dampfstrahldichte:

##### **Dampfstrahlpumpen**

Wasserdampf-Strahlpumpen  
Öldampf-Strahlpumpen  
Quecksilberdampf-Strahlpumpen

#### 3. Kombinierte

##### **Öl-Diffusions-/Dampfstrahlpumpen**

#### 4. Wasserstrahlpumpen

##### **Kühlung von Treibmittelpumpen**

Die Wärme, die zur Verdampfung des Treibmittels den Pumpen dauernd zugeführt wird, muß durch eine wirksame Kühlung wieder abgeführt werden. Die zum Abpumpen der Gase und Dämpfe benötigte Energie ist dagegen minimal. Die Außenwände der Diffusionspumpen werden meist mit Wasser gekühlt. Bei Öl-Diffusionspumpen können kleinere Pumpen auch mit einem Luftstrom gekühlt werden, da bei Öl-Diffusionspumpen eine niedrige Wandtemperatur nicht so entscheidend für den Wirkungsgrad der Pumpe ist, wie dies bei Quecksilber-Diffusionspumpen der Fall war. Öl-Diffusionspumpen können gut Wand-

temperaturen von  $30^\circ\text{C}$  vertragen, dagegen müssen die Wände der Quecksilber-Diffusionspumpen auf  $15^\circ\text{C}$  gekühlt werden. Um die Pumpe vor Schäden bei Kühlwasserausfall zu bewahren, sollten entweder die Kühlwasserschläuche mit Thermoschutzschalter versehen sein oder ein Wasserströmungswächter in den Kühlwasserkreislauf eingebaut werden. Hierdurch wird vermieden, daß das Treibmittel bei unzulässig hoher Erwärmung der Pumpwände dort wieder verdampft.

#### 2.1.6.1 (Öl-)Diffusionspumpen

Die Diffusionspumpen bestehen im wesentlichen (siehe Abb.2.44) aus einem Pumpenkörper (3) mit gekühlter Wand (4) und einem drei- oder vierstufigen Düsenystem (A – D). Das als Treibmittel dienende Öl befindet sich im Siedegefäß (2) und wird hier durch elektrische Heizung (1) verdampft. Der Treibmitteldampf strömt durch die Steigrohre und tritt mit Überschallgeschwindigkeit aus einem ringförmigen Düsensystem (A – D) aus. Der Strahl verbreitert sich schirmförmig zur Wand hin, wo er kondensiert wird und als Film wieder in den Siederäum zurückläuft. Wegen dieser Ausbreitung ist die Dampfdichte im Strahl verhältnismäßig gering. Die Diffusion der Luft oder der abzupumpenden Gase in den Strahl geht so schnell vor sich, daß der Strahl trotz seiner hohen Geschwindigkeit nahezu vollständig mit Luft oder Gas durchsetzt wird. Diffusionspumpen haben daher in einem weiten Druckbereich ein hohes Saugvermögen. Dieses ist im gesamten Arbeitsbereich der Diffusionspumpe ( $\leq 10^{-3}$  mbar) praktisch konstant, weil die Luft bei niedrigen Ansaugdrücken den Strahl nicht beeinflussen kann, so daß sein Strömungsverlauf ungestört bleibt. Bei höheren Ansaugdrücken wird der Strahl in seinem Verlauf so geändert, daß das Saugvermögen abnimmt, bis es bei etwa  $10^{-1}$  mbar unmeßbar klein wird.

Auch der vorvakuumseitige Druck beeinflußt den Dampfstrahl. Den Vorpakuumdruck, bei dem das Saugvermögen der Pumpe erheblich abnimmt, oder ganz verschwindet, nennt man **Vorpakumbeständigkeit**. Die Vorpakumpumpe ist so auszuwählen (siehe 2.3.2), daß die anfallende Gasmenge abgepumpt wird, ohne daß die Vorpakumbeständigkeit erreicht oder überschritten wird.

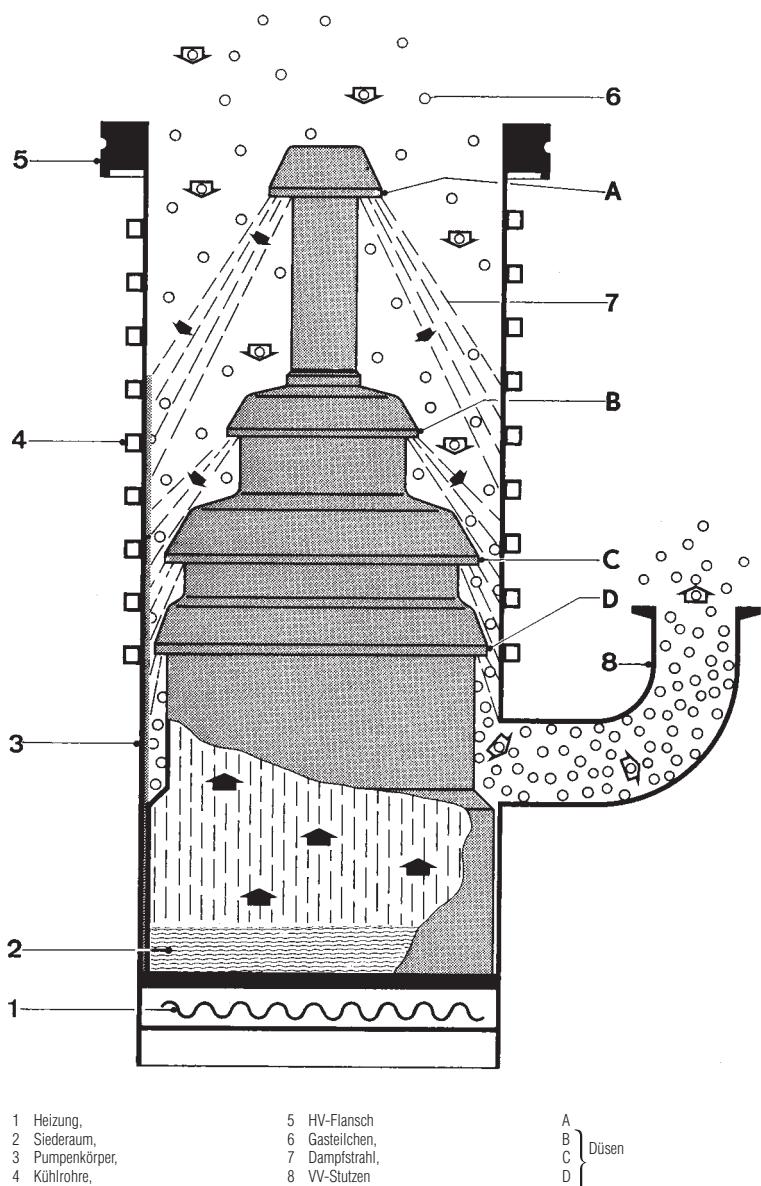


Abb. 2.44  
Arbeitsweise einer Diffusionspumpe

Der erreichbare Enddruck ist von der Bauart der Pumpen, dem Dampfdruck des verwendeten Treibmittels, einer möglichst vollständigen Kondensation des Treibmittels und von der Sauberkeit des Rezipienten abhängig. Außerdem sollte eine Rückströmung des Treibmitteldampfes in den Rezipienten durch geeignete Dampfsperren oder Kühlfallen so weit wie möglich unterdrückt werden (siehe hierzu 2.1.6.4).

### Entgasung des Pumpenöles

Bei Öl-Diffusionspumpen ist es erforderlich, das Treibmittel vor dessen Rückkehr in das Siedegefäß zu entgasen. Beim Erhitzen des Pumpenöles können nämlich in der Pumpe Zersetzungprodukte auftreten.

Verunreinigungen können aus dem Rezipienten in die Pumpe gelangen oder von vornherein in ihr enthalten sein. Diese Bestandteile des Treibmittels können den mit einer Diffusionspumpe erreichbaren Enddruck erheblich verschlechtern, wenn sie nicht vom Rezipienten ferngehalten werden. Das Treibmittel muß daher von diesen Verunreinigungen und von absorbierten Gasen befreit werden.

Diese Aufgabe hat die **Entgasungsstrecke**, die das Öl bei seinem Kreislauf in der Pumpe kurz vor dem Wiedereintritt in das Siedegefäß durchströmt. In der Entgasungsstrecke entweichen die meist leicht flüchtigen Verunreinigungen. Die Entgasung wird durch die sorgfältig abgestimm-

te Temperaturverteilung in der Pumpe erreicht. Das kondensierte Treibmittel, das als dünner Film die gekühlte Wand herunterläuft, wird unterhalb der unteren Diffusionsstufe auf eine Temperatur von etwa 130 °C gebracht, wobei die leichtflüchtigen Bestandteile abdampfen und von der Vorpumpe abgesaugt werden. Das in den Siederäum zurückfließende und dort wieder verdampfende Treibmittel besteht also nur noch aus schwer flüchtigen Bestandteilen des Pumpenöles.

### Saugvermögen

Die Größe des spezifischen Saugvermögens  $S$  einer Diffusionspumpe, d.h. des Saugvermögens pro Flächeneinheit der tatsächlichen Ansaugfläche, hängt von vielen Parametern ab, z.B. von der Lage und den Abmessungen der Hochvakuumstufe, von der Geschwindigkeit des Treibmitteldampfes und der mittleren Molekül-Geschwindigkeit  $\bar{c}$  des abzupumpenden Gases (siehe Gleichung 1.17 in Abschnitt 1.1). Mit Hilfe der kinetischen Gastheorie berechnet sich das theoretisch maximal erreichbare flächenbezogene Saugvermögen für bei Zimmertemperatur abzupumpende Luft zu  $S_{\max} = 11,6 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . Dies ist der flächenbezogene Leitwert des als Blende auffaßbaren Ansaugquerschnittes der Pumpe (siehe Gleichung 1.30 in Abschnitt 1.5.3). Ganz allgemein haben Diffusionspumpen für leichtere Gase ein höheres Saugvermögen als für schwerere.

Zur Charakterisierung der Effektivität einer Diffusionspumpe wurde der sogenannte HO-Faktor definiert. Dieser ist das Verhältnis des wirklich erreichten spezifischen Saugvermögens zum theoretisch maximal möglichen spezifischen Saugvermögen. Er erreicht bei den Diffusionspumpen von LEYBOLD optimale Werte (von 0,3 bei der kleinsten Pumpe bis 0,55 bei den großen Pumpen).

Die verschiedenen von LEYBOLD gefertigten Öl-Diffusionspumpen unterscheiden sich durch die folgenden konstruktiven Merkmale (siehe Abb. 2.45 a und b).

### a) Typenreihe LEYBODIFF

Diese Pumpenreihe besitzt eine **Fraktionierungseinrichtung**. Diese dient dazu, die verschiedenen Bestandteile des Treibmittels so zu selektieren, daß die Hochvakuumdüse nur mit der Fraktion des Treibmit-

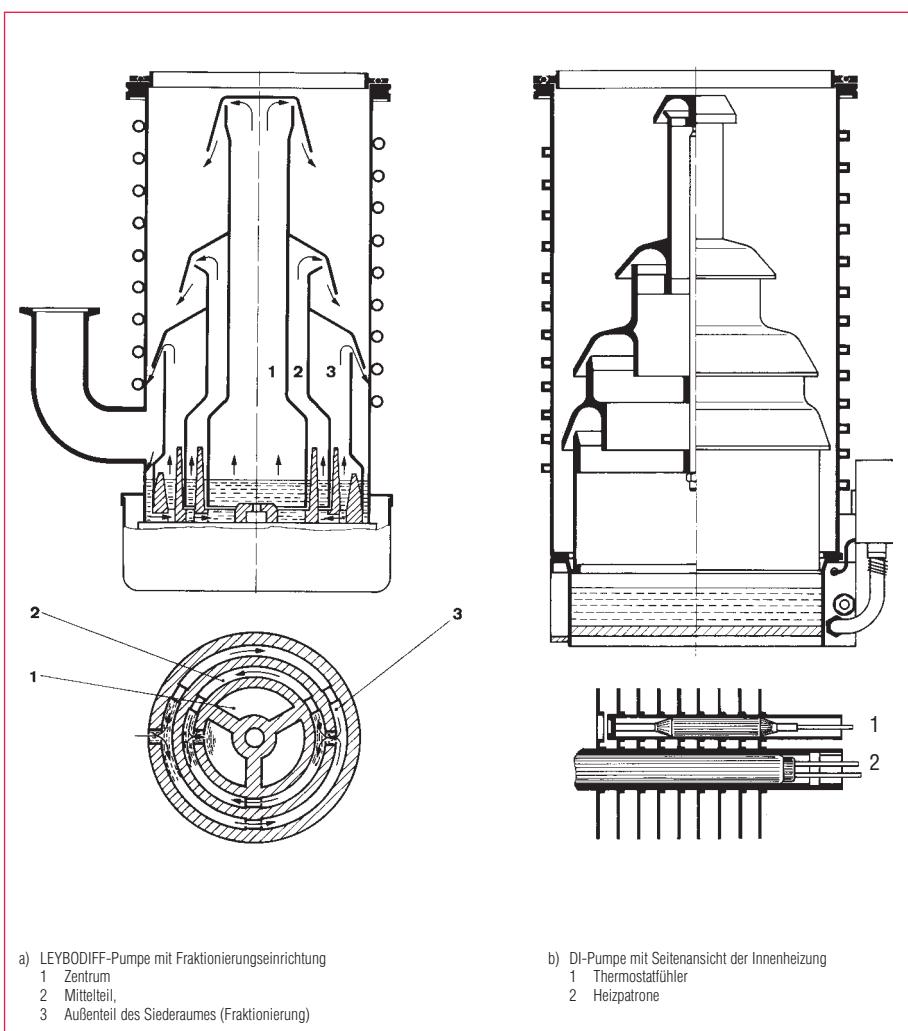


Abb. 2.45  
Schematische Darstellung der wesentlichen Unterschiede bei Öldiffusions-Pumpen von Leybold

tels mit dem niedrigsten Dampfdruck betrieben wird. Dadurch wird ein besonders niedriger Enddruck erreicht. Zur Fraktionierung tritt das entgaste Öl zunächst in den äußersten Teil des Siederaums ein, der mit der vorvakuumseitigen Düse in Verbindung steht. Hier verdampft ein Teil der leichter flüchtigen Bestandteile. Das auf diese Weise schon gereinigte Treibmittel gelangt dann in den mittleren Teil des Siederaumes, der mit den mittleren Düsen in Verbindung steht. Hier verdampfen wiederum die leichter flüchtigen Bestandteile in größeren Mengen als die schwerer flüchtigen. Wenn das Öl in das Zentrum des Siederaumes eintritt, ist es durch die vorher gegangene fraktionierte Destillation von den leichter flüchtigen Anteilen befreit und es gelangen nur die Ölbestandteile mit dem niedrigen Dampfdruck zur Hochvakuumdüse.

### b) Typenreihe DI

Bei diesen Pumpen wird eine extrem stoßfreie Verdampfung des Treibmittels und damit ein zeitlich sehr konstantes Saugvermögen durch eine außergewöhnliche Konstruktion der Heizung erzielt. Die Heizung ist als Innenheizung ausgebildet und besteht aus Heizpatronen, die in Rohre mit aufgelöteten Wärmeleitblechen eingeführt sind. Die aus Edelstahl gefertigten Rohre sind waagerecht in den Pumpenkörper eingeschweißt und liegen über dem Ölspiegel. Die Wärmeleitbleche aus Kupfer tauchen nur teilweise in das Treibmittel ein. Der in das Treibmittel hineinragende Teil der Wärmeleitbleche ist so bemessen, daß eine intensive, jedoch siedeverzugsfreie Verdampfung des Treibmittels erreicht wird. Durch die über dem Ölspiegel stehenden Teile der Wärmeleitbleche wird dem Treibdampf noch zusätzlich Energie zugeführt. Auf Grund der besonderen Kon-

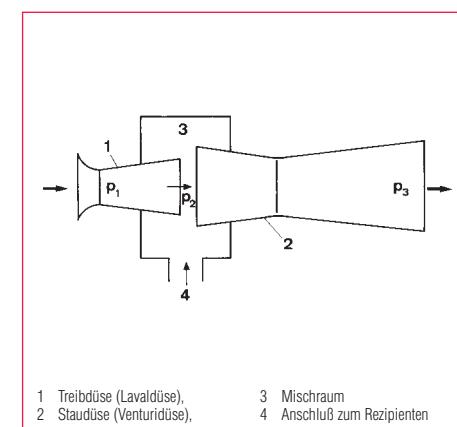


Abb. 2.46  
Wirkungsweise einer Dampfstrahlstufe

struktion der Heizvorrichtung ist das Austauschen der Heizpatronen auch bei heißer Pumpe möglich.

### 2.1.6.2 (Öl-)Dampfstrahlpumpen

Der Pumpmechanismus einer Dampfstrahlstufe sei anhand von Abb. 2.46 erläutert. Der Treibmitteldampf tritt unter hohem Druck  $p_1$  in die als Lavaldüse ausgebildete Treibdüse (1) ein. Dort wird er auf den Ansaugdruck  $p_2$  expandiert. Mit dieser Expansion ist dem Energiesatz zufolge eine Erhöhung der Geschwindigkeit verbunden. Der so beschleunigte Treibmitteldampfstrahl durchströmt jetzt den Mischraum (3), der mit dem zu evakuierenden Rezipienten (4) verbunden ist. Aus dem Rezipienten kommende Gasteilchen werden hier vom Dampfstrahl mitgerissen. Das Gemisch Treibmitteldampf-Gas tritt nun in die als Venturi-Düse ausgebildete Staudüse (2) ein. Hier wird das Dampf-Gas-Gemisch bei gleichzeitiger Abnahme der Strahlgeschwindigkeit auf den Vorvakuumdruck  $p_3$  komprimiert. An den gekühlten Pumpenwänden wird der Treibmitteldampf dann kondensiert, während das mitgeführte Gas von der Vorvakuumpumpe abgesaugt wird. Öl-Dampfstrahlpumpen eignen sich hervorragend zum Absaugen größerer Gas- oder Dampfmengen im Druckbereich zwischen 1 mbar und  $10^{-3}$  mbar. Die höhere Dampfstrahldichte in den Düsen bewirkt, daß die Diffusion des abzupumpenden Gases in den Dampfstrahl viel langsamer vor sich geht als bei Diffusionspumpen, so daß nur seine äußersten Schichten mit Gas durchsetzt sind. Außerdem ist die Fläche, in die eine Diffusion erfolgt, durch die besondere Konstruktion der Düsen viel kleiner. Das spezifische Saugvermögen der Dampfstrahlpumpen ist geringer als das der Dif-

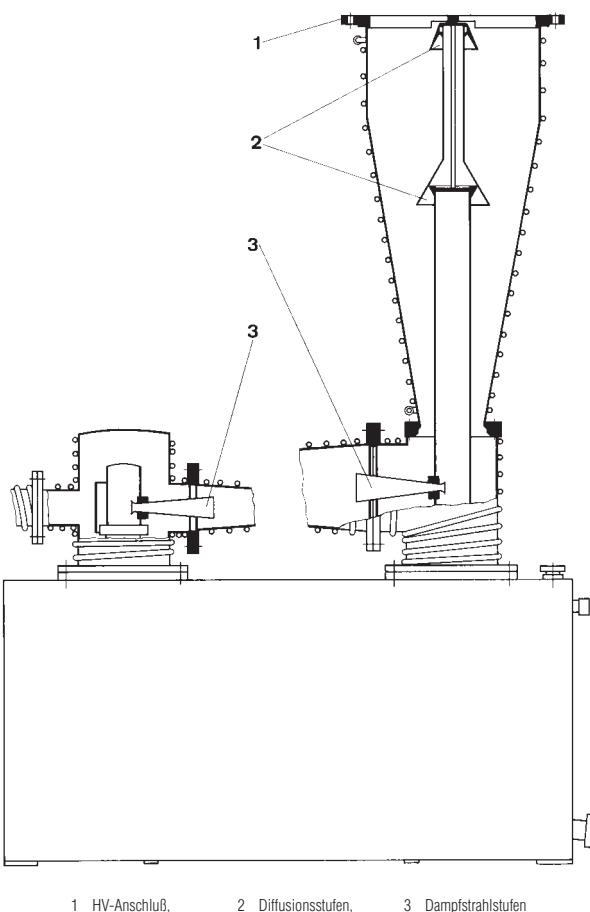


Abb. 2.47  
Schema einer Öldampfstrahl-(Booster-)Pumpe

fusionsspumpen. Da das abgesaugte Gas in der Umgebung des Strahles unter dem wesentlich höheren Ansaugdruck den Verlauf der Stromlinien entscheidend beeinflusst, ergeben sich nur für einen bestimmten Ansaugdruck optimale Verhältnisse. Daher bleibt das Saugvermögen nach niedrigen Ansaugdrücken hin nicht konstant. Infolge der hohen Geschwindigkeit und Dichte des Dampfstrahles können Öldampf-Strahlpumpen die abgepumpten Gase gegen einen relativ hohen Vorpakuumdruck fördern. Die Vorpakumbeständigkeit liegt bei einigen Millibar. Die heute in der Vakuumtechnik verwendeten Öldampf-Strahlpumpen haben im allgemeinen eine oder mehrere Diffusionsstufen und mehrere nachgeschaltete Dampfstrahlstufen. Das Düsensystem einer Öldampf-Strahlpumpe (auch als Boosterpumpe bezeichnet) besteht aus zwei Diffusionsstufen und aus zwei hintereinander geschalteten Dampfstrahlstufen (siehe Abb. 2.47). Die Diffusionsstufen bewirken zwischen  $10^{-4}$  und  $10^{-3}$  mbar das hohe Saugvermögen (siehe Abb. 2.48), die Dampfstrahlstufen den hohen Gasdurch-

satz bei hohen Drücken (siehe Abb. 2.49) und die hohe Vorpakumbeständigkeit. Die Unempfindlichkeit gegen Staub und im Treibmittel lösliche Dämpfe wird durch ein geräumiges Siedegefäß und einen großen Treibmittelvorrat erreicht. Es können große Mengen an Verunreinigungen im Siedegefäß ohne Verschlechterung der Pumpeigenschaften abgelagert werden.

### 2.1.6.3 Treibmittel

#### a) Öle

Die für Öl-Diffusionspumpen geeigneten Treibmittel sind Mineralöle, Silikonöle und Öle auf der Basis von Polyphenyläthern. An solche Öle sind mit Rücksicht auf ihre Vakuumtechnische Anwendung eine Reihe strenger Forderungen zu stellen, deren Erfüllung nur von Spezialölen gewährleistet wird. Die Eigenschaften dieser Öle, wie niedriger Dampfdruck, thermische und chemische Resistenz, insbesondere gegenüber Luft oder anderen abzupumpenden Gasen, bestimmen die Auswahl, welches Öl in einer bestimmten Pumptypen

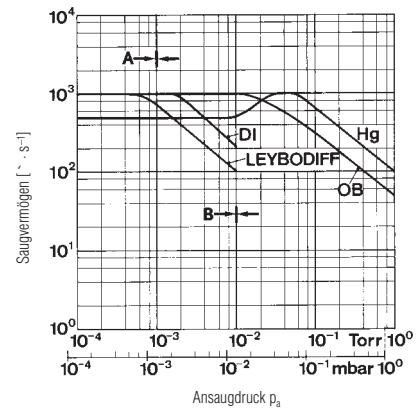


Abb. 2.48  
Saugvermögen verschiedener Treibmittelpumpen in Abhängigkeit vom Ansaugdruck bezogen auf Nennsaugvermögen von  $1000 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$ .  
Ende des Arbeitsbereiches von Öldampfstrahlpumpen (A) und von Öldiffusionspumpen (B)

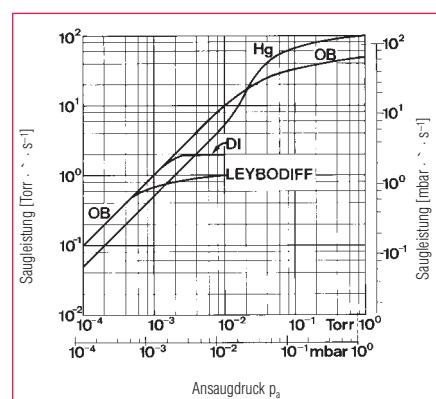


Abb. 2.49  
Saugvermögen verschiedener Treibmittelpumpen (abgeleitet aus Abb. 2.48)

oder zur Erzielung eines bestimmten Endvakuums verwendet werden soll. Der Dampfdruck von Ölen, die in Treibmitteldampfpumpen verwendet werden, ist geringer als der des Quecksilbers. Organische Treibmittel sind allerdings im Betrieb empfindlicher als Quecksilber, da sich die Öle bei längeren Lufteinbrüchen zersetzen können. Silikonöle halten jedoch auch länger andauernde und häufige Lufteinbrüche bei laufender Pumpe aus.

**Mineralöle** stehen als **DIFFELEN leicht**, **normal** und **ultra** zur Verfügung. Die verschiedenen Sorten von DIFFELEN sind eng eingestellte Fraktionen eines hochwertigen Ausgangsproduktes (siehe Katalog).

**Silikonöle** (z. B. **DC 704**, **DC 705**) sind einheitliche chemische Verbindungen (organische Polymere). Sie zeichnen sich durch große Beständigkeit gegen Oxidation bei Lufteinbrüchen und durch besondere thermische Stabilität aus.

**DC 705** hat einen extrem niedrigen Dampfdruck und eignet sich daher als Treibmittel in solchen Diffusionspumpen, mit denen extrem niedrige Enddrücke  $< 10^{-10}$  mbar erzeugt werden sollen.

**ULTRALEN** ist ein Polyphenyläther. Dieses Treibmittel ist immer dann zu empfehlen, wenn ein besonders oxidationsbeständiges Treibmittel verwendet werden muß und Silikonöle störend wirken würden.

**APIEZON AP 201** ist ein thermisch und chemisch außerordentlich widerstandsfähiges Öl und liefert das erforderliche hohe Saugvermögen vor allem bei Dampfstrahlpumpen im Feinvakuum-Gebiet. Der erreichbare Endtotaldruck beträgt etwa  $10^{-4}$  mbar.

#### b) Quecksilber

Quecksilber ist als Treibmittel gut geeignet, da es sich als chemisches Element beim Verdampfen weder zersetzen noch bei Lufteinbrüchen stark oxidieren kann. Da es bei Zimmertemperatur einen recht hohen Dampfdruck von  $10^{-3}$  mbar hat, sind zum Erreichen niedriger Endtotaldrücke Kühlfallen mit flüssigem Stickstoff notwendig. Mit ihrer Hilfe kann man auch mit Quecksilber-Diffusionspumpen Endtotaldrücke von  $10^{-10}$  mbar erreichen. Wegen der schon erwähnten Giftigkeit und der Umweltbelastung wird Quecksilber heute kaum noch als Treibmittel verwendet. LEYBOLD liefert Pumpen mit Hg als Treibmittel nur noch auf Anfrage. Dampfdruckkurven von Treibmitteln sind in Abb. 9.12, Abschnitt 9 aufgeführt.

#### 2.1.6.4 Treibmittelrückströmung und ihre Unterdrückung (Dampfsperren, Baffle)

Die Rückströmung von Treibmittelmolekülen entsteht dadurch, daß aus dem Dampfstrom der obersten Düse einer Diffusionspumpe Treibmittelmoleküle nicht nur in der Strömungsrichtung zur gekühlten Pumpenwand fliegen, sondern durch Stöße untereinander Rückwärtskomponenten erhalten und dadurch in die Richtung zum Rezipienten hin strömen können. Bei den LEYBODIFF- und DI-Pumpen beträgt die Ölrückströmung wenige Mikrogramm je  $\text{cm}^2$  Ansaugfläche in der Minute. Um diese Rückströmung möglichst vollständig zu verhindern, müssen gleichzeitig verschiedene Maßnahmen ergriffen werden:

a) Die hochvakuumseitige Düse und die Form des diese Düse umgebenden Teiles des Pumpenkörpers müssen so ausgebildet sein, daß auf dem Weg des Dampfstrahls vom Düsenaustritt zur gekühlten Pumpenwand möglichst wenige Dampfteilchen seitlich austreten.

b) Die Kühlung der Pumpenwand muß so gewählt werden, daß eine möglichst vollständige Kondensation des Treibmitteldampfes erfolgt und das Treibmittel nach der Kondensation gut abfließen kann.

c) Zwischen Pumpe und Rezipient müssen je nach gefordertem Enddruck ein oder mehrere gekühlte Treibmittelfänger, Dampfsperren (Baffle) oder Kühlfallen geschaltet werden.

An die Konstruktion von Dampfsperren oder Kühlfallen für Öl-Diffusionspumpen sind vor allem zwei Forderungen zu stellen: Einmal sollen möglichst alle rückströmenden Treibmitteldampfteilchen an gekühlten Oberflächen dieser Geräte haftenbleiben (kondensieren). Andererseits müssen die Kondensationsflächen so ausgebildet und geometrisch angeordnet sein, daß der Strömungsleitwert dieser »Baffle« (Dampfsperre und Kühlalte) für das abzusaugende Gas möglichst hoch ist. Diese beiden Forderungen werden unter dem Begriff »optisch dicht« zusammengefaßt. Damit ist gemeint, daß die Teilchen nicht ohne Wandstöße durch das Baffle gelangen können, obwohl das Baffle einen hohen Leitwert hat. Die Umsetzung dieser Idee hat zu einer Vielfalt von Konstruktionen geführt, die mehr der einen oder der anderen Forderung Rechnung tragen:

Eine **Düsenhut-Dampfsperre** ist so konstruiert, daß sie im Pumpenkörper unmittelbar über der hochvakuumseitigen Düse montiert werden kann. Dabei steht sie über Metall hoher Wärmeleitfähigkeit in gutem Wärmekontakt mit der gekühlten Pumpenwand, so daß sie sich praktisch auf Kühlwassertemperatur oder bei luftgekühlten Diffusionspumpen auf Raumtemperatur befindet. Bei größeren Pumpentypen sind die Düsenhutdampfsperren wassergekühlt und fest in den Pumpenkörper eingebaut. Das effektive Saugvermögen einer Diffusionspumpe wird bei Einbau einer Düsenhutdampfsperre um etwa 10 %, die Ölrückströmung aber um etwa 90–95 % reduziert.

**Schalen-Dampfsperren** bestehen aus konzentrisch angeordneten Schalen und einer

zentralen Prallplatte. Bei entsprechender Kühlung durch Wasser oder – bei Anschluß geeigneter Kältemaschinen – durch Kältemittel können hiermit nahezu völlig öldampffreie Vakua erzeugt werden. Das effektive Saugvermögen der Diffusionspumpe bleibt dabei zumindest zu 50 % erhalten, obwohl Schalendampfsperren optisch dicht sind. Derartige Schalendampfsperren wurden bei LEYBOLD in zwei verschiedenen Ausführungen entwickelt, mit Edelstahlkühleinsatz oder – bei den sogenannten Astrotorus-Dampfsperren – mit Kühl-einsätzen aus Kupfer. Die Gehäuse der erstgenannten Type sind vollständig aus Edelstahl gefertigt.

**Platten-Dampfsperren** werden bei den kleineren luftgekühlten Öl-Diffusionspumpen verwendet. Der luftgekühlte Kühleinsatz besteht hierbei aus einer Kupferplatte mit Kupferstegen zur Gehäusewand. Die Temperatur der Prallplatte bleibt dadurch während des Betriebes der Diffusionspumpe nahezu auf Raumtemperatur.

#### Kohlenwasserstofffreies Vakuum

Werden an mit Öl-Diffusionspumpen erzeugte Vakua extreme Anforderungen bezüglich Öl-Dampffreiheit gestellt, so sollte man **Kühlfallen** verwenden, die mit flüssigem Stickstoff, also bei einer Temperatur von  $-196^\circ\text{C}$  betrieben werden.

Bei Verwendung tiefgekühlter Dampfsperren oder Kühlfallen sollte stets eine Düsenhutdampfsperre mit verwendet werden. An ihr wird der größte Teil des rückströmenden Öles bereits kondensiert, so daß der zwangsläufig durch die feste Kondensation des Treibmitteldampfes an der tiefgekühlten Fläche entstehende Treibmittelverlust minimal bleibt. Bei längerem Dauerbetrieb ist es allerdings ratsam an Stelle der Düsenhutdampfsperre eine wassergekühlte Schalen- oder Rasterdampfsperre zwischen Diffusionspumpe und Tiefkühl-Dampfsperre bzw. Kühlalte einzubauen (siehe Abb. 2.50). LEYBOLD fertigt Kühlfallen aus Metall als sogenannte **Kugeltiefkühlfallen**. Diese Kühlfallen sind immer dann einzusetzen, wenn auch ohne Verwendung einer Nachfüllvorrichtung für flüssigen Stickstoff eine Kühlalte längere Zeit betrieben werden soll. Der Temperaturanstieg am Kühlmittelbehälter einer Kugelkühlalte ist während der relativ langen Standzeit so gering, daß bei fallendem Flüssigkeitsspiegel keine nennenswerte Desorption des Kondensats er-

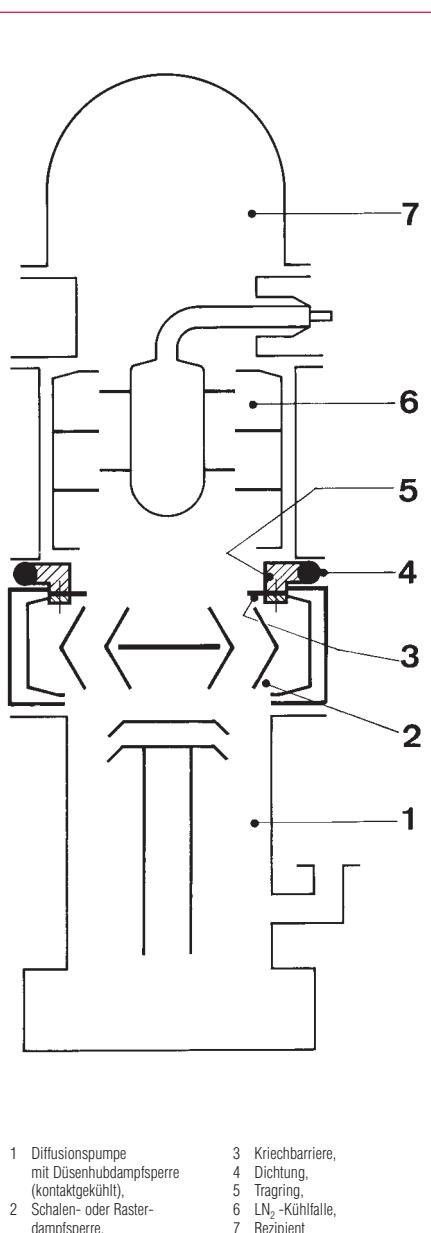


Abb. 2.50  
Anordnung von Dampfsperre, Kriechbarriere und Kühlfalle über einer Diffusionspumpe (schematisch).

folgt. Pumpenseitig ist eine Prallplatte aus Kupfer angebracht durch deren tiefe Temperatur der größte Teil des kondensierten Treibmittels flüssig bleibt und in die Pumpe zurücktropfen kann. Da die heute zum Betrieb von Diffusionspumpen verwendeten Öle bereits bei Zimmertemperatur einen sehr niedrigen Dampfdruck haben (z. B. DIFFELEN leicht  $2 \cdot 10^{-8}$  mbar, DC 705  $4 \cdot 10^{-10}$  mbar) ließe sich unter der angegebenen Voraussetzung mit einer mit flüssigem Stickstoff gekühlten Dampfsperre oder Kühlfalle ein nahezu ölfreies Vakuum erzielen. In der Praxis allerdings lässt sich eine vollständige Unterdrückung der Ölrückströmung nie erreichen: Es gelangen nämlich

immer einige Treibmittelmoleküle durch Zusammenstöße untereinander in den Rezipienten, ohne je eine der gekühlten Flächen der Dampfsperre oder Kühlfalle getroffen zu haben. Außerdem gibt es immer einige wenige leichtflüchtige Bestandteile des Treibmittels, die selbst an sehr tiefgekühlten Flächen nicht kondensiert werden können. Temperatur und auf den Oberflächen des Rezipienten adsorbierte Dampfmoleküle bestimmen entscheidend den Druck im Rezipienten. Solange sich nach einem Ausheizprozeß die Oberflächen noch nicht völlig mit adsorbierten Treibmitteldampf-Molekülen belegt haben, trägt ihr Dampfdruck nur unwesentlich zum Druck im Rezipienten bei. Sobald sich aber nach einer gewissen Zeit, der sogenannten »stay-down Zeit«, eine zusammenhängende Schicht von Öl molekülen ausgebildet hat, wird der Enddruck praktisch durch den Dampfdruck des Treibmittels bei der Temperatur der Rezipientenwände bestimmt. Diese »stay-down Zeit« (Haltezeit) kann bei Verwendung von Tiefkühl-Dampfsperren viele Stunden, ja sogar Tage betragen.

Außer als Dampf kann Öl auch als Flüssigkeitsfilm in den Rezipienten gelangen, da Öl gut benetzt und daher an der Wand hochkriecht. Durch Einbau einer **Kriechbarriere** (siehe Abb. 2.50) aus Teflon, einem Material, das von Öl nicht benetzt wird und Ausheiztemperaturen bis zu 200°C verträgt, oder durch Einsetzen eines gekühlten Bleches in den Kriechweg, kann ein Weiterkriechen des Öls wirkungsvoll verhindert werden. Zweckmäßigerweise wird die Kriechbarriere über der oberen Dampfsperre angebracht (siehe Abb. 2.50).

### Hinweis:

Es ist zu beachten, daß katalogmäßige Angaben über die Öl rückströmung für Öl-Diffusionspumpen im Dauerbetrieb gelten. Kurz nach der Inbetriebnahme einer Pumpe tritt aus der obersten Pumpendüse noch kein gerichteter Dampfstrahl aus, sondern einige Sekunden lang breitet sich der Öl dampf nach allen Seiten aus, und die Öl rückströmung ist stark. Wenn eine Öl-Diffusionspumpe in kurzen Abständen an- und abgeschaltet wird, ist die Öl rückströmung der Diffusionspumpe höher.

### 2.1.6.5 Wasserstrahl- und Wasserdampfstrahlpumpen

Zu den Treibmittelpumpen gehören nicht nur solche Pumpen, die als Treibmittel

schnell strömenden Dampf benutzen. Auch Flüssigkeitsstrahlpumpen gehören hierzu. Die einfachsten und billigsten Vakuum pumpen sind die

### Wasserstrahlpumpen.

Wie bei einer Dampfstrahlpumpe (siehe Abb. 2.46 bzw. Abb. 2.51) wird der Flüssigkeitsstrahl zuerst in einer Treibdüse entspannt und dann im Mischraum mit dem angesaugten Gas durch Turbulenz vermischt. Schließlich wird die Bewegung des Wasser-Gas-Gemisches in einer Staudüse verlangsamt. Der Endtotaldruck in einem Behälter, der von einer Wasserstrahlpumpe ausgepumpt wird, ist durch den Dampf druck des Wassers bestimmt und beträgt beispielsweise bei einer Wassertemperatur von 15 °C etwa 17 mbar.

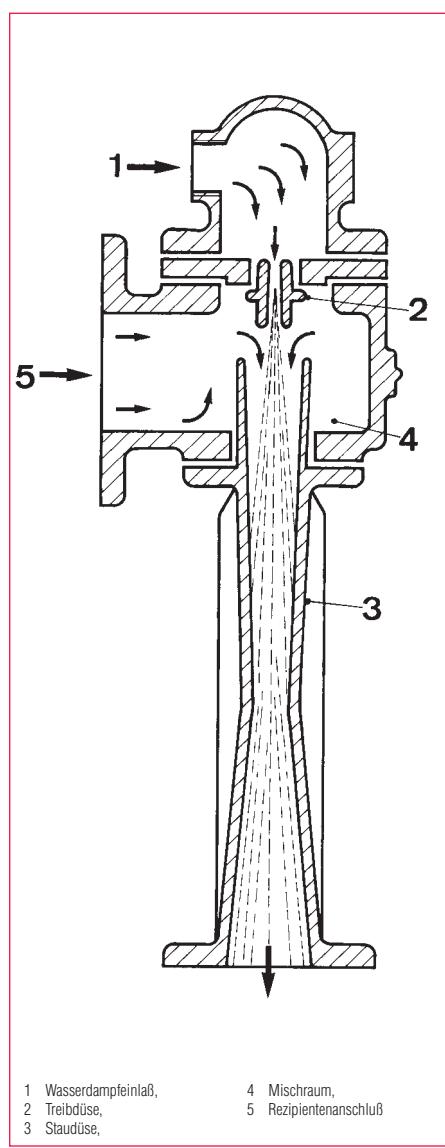


Abb. 2.51  
Schema eines Dampfstrahlsaugers

**Wasserdampfstrahlsaugern** erlauben wesentlich höhere Saugvermögen und niedrigere Enddrücke zu erzielen. Den Schnitt durch eine Stufe zeigt schematisch die Abb. 2.51. Die Bezeichnungen entsprechen denen der Abb. 2.46. In der Praxis werden meist mehrere Saugstufen hintereinander geschaltet. Für Laboratoriumsarbeiten eignen sich zweistufige Kombinationen, bestehend aus einer Dampfstrahlstufe und einer Wasserstrahl(vor)stufe, die aus Glas bestehen kann. Die Wasserstrahlvorstufe ermöglicht das Arbeiten ohne andere Vakuumpumpen. Mit Hilfe eines auf Überdruck befindlichen Treibdampfstromes kann der Rezipient in der Dampfstrahlstufe auf einen Enddruck von etwa 3 mbar evakuiert werden. Das Kondensat des Wasserdampfes wird durch eine Ablauvorrichtung abgeleitet. Die Wasserstrahlvorstufe dieser Pumpe wird zur Erhöhung ihrer Leistungsfähigkeit mit Wasser gekühlt. Wasserdampfstrahlsauger eignen sich besonders für Arbeiten in Laboratorien und dann, wenn hochaggressive Dämpfe abgepumpt werden sollen. Insbesondere ist der Wasserdampfstrahlsauger zum Auspumpen von Laboratoriums-Destillationsapparaten und ähnlichen Anlagen zu empfehlen, die bei einem Druck von wenigen Millibar arbeiten sollen – dann also, wenn der mit einer einfachen Wasserstrahlpumpe erreichbare Druck nicht ausreicht, andererseits aber die Verwendung von Rotationspumpen zu aufwendig ist.

Wasserstrahlpumpen und Wasserdampfstrahlsauger werden in Laboratorien trotz der geringeren Investitionskosten wegen den mit Wasser als Treibmittel verbundenen Umweltproblemen mehr und mehr von Membranpumpen verdrängt. Das Wasser als Treib- oder Kühlmittel für Pumpen ist meist Trinkwasser. Durch den Pumpvorgang in das Wasser gelangte Lösungsmittel können nur durch aufwendige Reinigungsverfahren (Destillation) wieder entfernt werden.

## 2.1.7 Turbo-Molekularpumpen

Das bereits seit 1913 bekannte Prinzip der Molekularpumpe beruht darauf, daß die einzelnen abzupumpenden Gasteilchen durch Zusammenstöße mit schnell bewegten Flächen eines Rotors einen Impuls in Förderrichtung erhalten. Die meist als Scheiben ausgebildeten Flächen des Rotors bilden mit den ruhenden Flächen eines Stators Zwischenräume, in denen das Gas in Richtung des Vorvakuumstutzens gefördert wird. Bei der ursprünglichen **Gaede'schen Molekularpumpe** und deren Abwandlungen waren die Zwischenräume (Förderkanäle) sehr eng, was zu baulichen Schwierigkeiten und zu einer hohen Anfälligkeit gegenüber mechanischen Verunreinigungen führte.

Ende der fünfziger Jahre gelang es, mit einer turbinenartigen Konstruktion diese Idee von Gaede in abgewandelter Form als sogenannte »**Turbo-Molekularpumpe**« technisch nutzbar zu machen. Die Abstände zwischen den Stator- und Rotorscheiben wurden auf die Größenordnung von Millimetern gebracht, wodurch die einzuhaltenen Toleranzen wesentlich größer sein können und eine höhere Betriebssicherheit erreicht wurde. Eine nennenswerte Pumpwirkung wird aber erst erreicht, wenn die Umfangsgeschwindigkeit (am Außenrand) der Rotorblätter in die Größenordnung der mittleren thermischen Geschwindigkeit der zu pumgenden Gasmoleküle kommt. Die kinetische Gastheorie liefert für  $\bar{c}$  die Gleichung 1.17

$$\bar{c} = \sqrt{\frac{8 \cdot R \cdot T}{\pi \cdot M}}$$

in der die Gasartabhängigkeit über die molare Masse  $M$  enthalten ist. Mit  $R = 83,14 \text{ mbar} \cdot \text{mol} \cdot \text{K}$  und  $T = 293,15 \text{ K}$  ( $= 20^\circ\text{C}$ ) ergibt sich folgende Tabelle :

Gas	molare Masse $M$	Mittlere thermische Geschwindigkeit (m/s)
$\text{H}_2$	2	1761
He	4	1245
$\text{H}_2\text{O}$	18	587
Ne	20	557
CO	28	471
$\text{N}_2$	28	471
Luft	28,96	463
$\text{O}_2$	32	440
Ar	40	394
$\text{CO}_2$	44	375
$\text{CCl}_3\text{F}$ (F11)	1347,8	68

Tabelle 2.4  
 $\bar{c}$  in Abhängigkeit von der molaren Masse  $M$

Während die Gasartabhängigkeit des Saugvermögens verhältnismäßig gering ist, ( $S \sim \bar{c} \sim 1/\sqrt{M}$ ), ist die Gasartabhängigkeit der Kompression  $k_0$  bei Nullförderung und damit auch die Kompression  $k$  wegen  $k_0 \sim e^{\sqrt{M}}$  oder  $\log k_0 \sim \sqrt{M}$  sehr hoch, wie der experimentell gefundene Zusammenhang in Abb. 2.55 zeigt.

Beispiel: Aus der Theorie folgt

$$\begin{aligned} \frac{\log k_0(\text{He})}{\log k_0(\text{N}_2)} &= \sqrt{\frac{4}{28}} = \sqrt{\frac{1}{7}} = \frac{1}{2,65} \\ \Rightarrow \log k_0(\text{N}_2) &= 2,65 \cdot \log k_0(\text{He}) \end{aligned}$$

das ergibt mit  $k_0(\text{He}) = 3 \cdot 10^3$  aus der Abb. 2.55:

$$\log k_0(\text{N}_2) = 2,65 \cdot \log(3 \cdot 10^3) = 9,21$$

$$\text{oder } k_0(\text{N}_2) = 1,6 \cdot 10^9.$$

Dies stimmt mit dem experimentellen Wert  $k_0(\text{N}_2) = 2,0 \cdot 10^8$  aus Abb. 2.55 wie zu erwarten, größtenteils gut überein. Bei der heute üblichen Optimierung der einzelnen Rotorstufen ist diese Betrachtung für eine gesamte Pumpe nicht mehr richtig. Abb. 2.56 zeigt gemessene Werte für eine moderne TURBOVAC 340 M.

Zum Erfüllen der Bedingung: Umfangsgeschwindigkeit des Rotors von gleicher Größenordnung wie  $\bar{c}$  sind für Turbo-Molekularpumpen hohe Rotordrehzahlen erforderlich. Sie reichen von etwa 36.000 U.p.M. für Pumpen mit großem Rotordurchmesser (TURBOVAC 1000) bis zu 72.000 U.p.M. bei kleinen Rotordurchmessern (TURBOVAC 35/55). Solch hohe Drehzahlen werfen natürlich die Frage nach einem zuverlässigen Lagerkonzept auf. Von LEYBOLD werden drei Konzepte angeboten, deren Vor- und Nachteile hier gegenübergestellt werden:

- Ölschmierung / Stahlkugellager
  - + Gute Partikelverträglichkeit durch Ölumlaufschmierung
  - Nur vertikale Einbaulage
  - + Geringer Wartungsaufwand
- Fettschmierung / Hybridschlager
  - + Uneingeschränkte Einbaulage
  - + Geeignet für mobile Systeme
  - ± Luftkühlung für viele Anwendungen ausreichend
  - + Lebensdauerschmierung
- Schmiermittelfrei / Magnetlager
  - + Verschleißfrei
  - + Wartungsfrei
  - + Absolut frei von Kohlenwasserstoffen
  - + Vibrations- und geräuscharm
  - + Uneingeschränkte Einbaulage

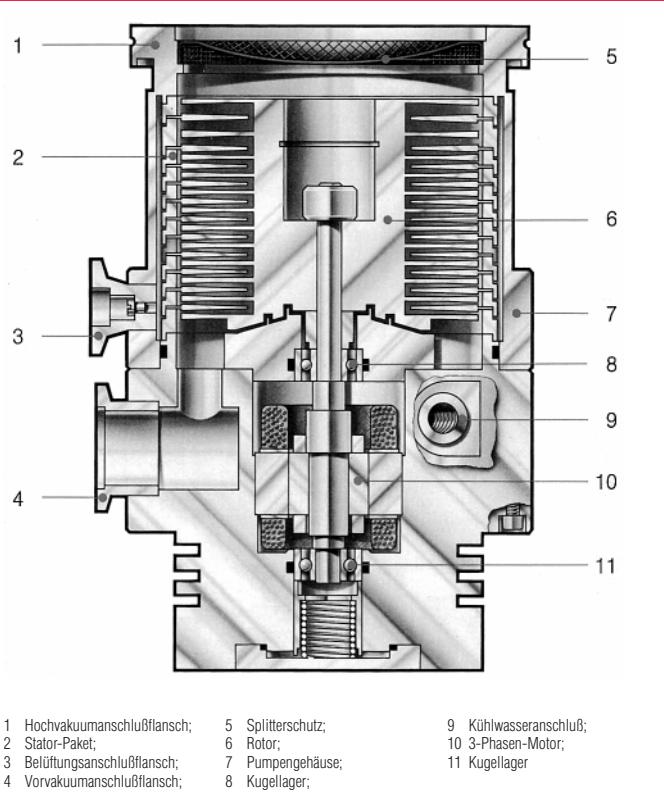


Abb. 2.52a

Prinzipskizze der fettgeschmierten Turbo-Molekularpumpe TURBOVAC 151

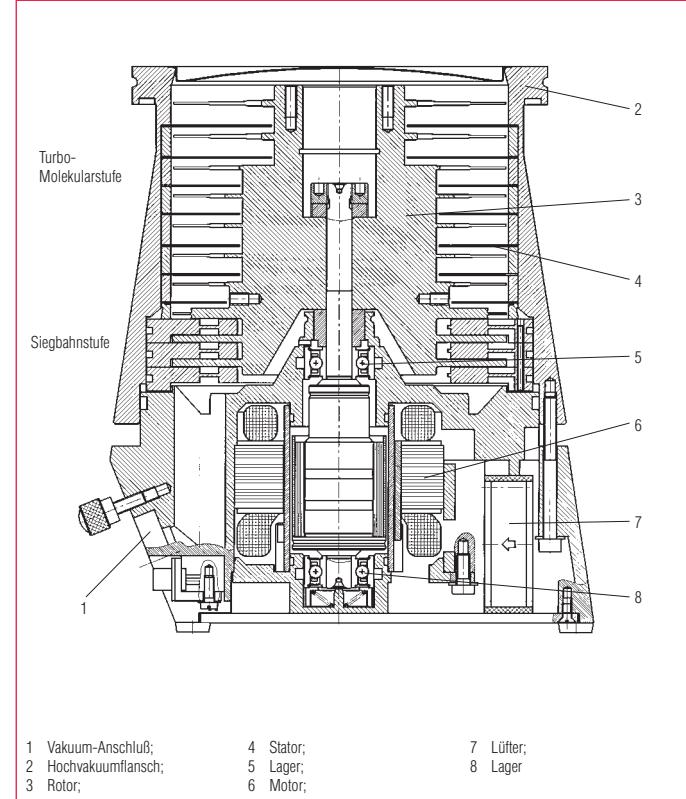


Abb. 2.52a

Schnitt durch eine HY.CONE

**Stahlkugellager / Hybridkugellager (Keramikkugellager):** Schon ein kurzzeitiger Abriß des dünnen Schmierfilms zwischen Kugeln und Lagerring bzw. Käfig kann bei materialgleicher Werkstoffpaarung in den Kontaktzonen zu einer Mikrokaltverschweißung führen, was die Lagerstandzeit stark reduziert. Durch Einsatz ungleicher Materialpaarung in sogenannten Hybridlagern (Lagerring: Stahl, Kugeln: Keramik) wird die Kaltverschweißung vermieden.

Das eleganteste Lagerkonzept ist die **Magnetlagerung**. LEYBOLD hat schon 1976 mit den legendären Serien 550M und 560M magnetgelagerte Turbo-Molekularpumpen geliefert. Damals handelte es sich um eine rein aktive Magnetlagerung (= Elektromagnete). Erst Fortschritte im Bereich der Elektronik und die Verwendung von Permanentmagneten (passive Magnetlagerung) nach dem »**System KFA Jülich**« ermöglichen eine wirklich weite Verbreitung des magnetischen Lagerkonzeptes. Der Rotor wird dabei während des Betriebes völlig schmiermittelfrei und berührungslos von magnetischen Kräften stabil gehalten. Für den Auslauf sind sogenannte Fang- oder NotlaufLAGER integriert.

Der typische Aufbau einer Turbo-Molekularpumpe ist der schematischen Darstellung der Abb. 2.52 zu entnehmen: Die Pumpe ist ein Axialkompressor, dessen aktiver, d. h. pumpender Teil aus einem Rotor (6) und einem Stator (2) gebildet wird. Rotor und Stator sind auf ihrem Umfang mit Schaufeln bestückt. Jedes Schaufelringpaar bildet eine Stufe, so daß die gesamte Pumpe aus einer Vielzahl hintereinander geschalteter Stufen besteht. Das abzupumpende Gas gelangt durch die Öffnung des Ansaugflansches (1) direkt, also ohne Ansaugverluste in die obersten Stufen, die als sogenannte Saugstufen mit weiter auseinander liegenden Schaufelebenen ausgelegt sind, um so eine möglichst große aktive Fläche zu bilden. Das in diesen Stufen eingefangene Gas wird in den darunter liegenden Kompressionsstufen mit kleinerem Abstand zwischen den Schaufelebenen auf den Vorpakumindruck verdichtet. Der Turbinenrotor (10) ist an einer Antriebswelle befestigt, die im Raum des Antriebsmotors in zwei Präzisionskugellagern (8) und (11) gelagert ist. Diese Welle wird direkt durch einen Mittelfrequenz-Motor angetrieben. Der Motorraum befindet sich im Vorpakum, so daß eine Durchführung der rotierenden Welle zur äußeren Atmosphäre entfallen kann. Der

Elektromotor wird extern von einem Frequenzwandler gesteuert. In der Regel wird dazu ein elektronischer Wandler verwendet, der einen besonders geräuscharmen Betrieb gewährleistet. Für spezielle Anwendungen, wie z.B. beim Betrieb in einem Bereich hoher Strahlung werden motorische Frequenzwandler eingesetzt.

Die vertikale Anordnung ist durch ein strömungstechnisch besonders günstiges Ansaugen des Gases am Pumpeneingang gekennzeichnet. Um bei diesen Drehzahlen einen vibrationsfreien Lauf zu erzielen, wird die Turbine nach dem Zusammenbau in zwei Ebenen ausgewuchtet.

Die **Saugvermögenscharakteristik** einiger Turbo-Molekularpumpen ist in Abb. 2.53 gezeigt. Das Saugvermögen ist über den ganzen Druckarbeitsbereich konstant. Es nimmt erst bei Ansaugdrücken, die höher sind als  $10^{-3}$  mbar ab, da in diesem Druckbereich die Pumpe nicht mehr im molekularen, sondern im viskosen Strömungsreich arbeitet. Abb. 2.54 zeigt, daß das Saugvermögen auch etwas von der Gasart abhängt.

Das **Kompressionsverhältnis** (oft auch einfach: **Kompression**) ist das Verhältnis zwischen Partialdruck einer Gaskomponente

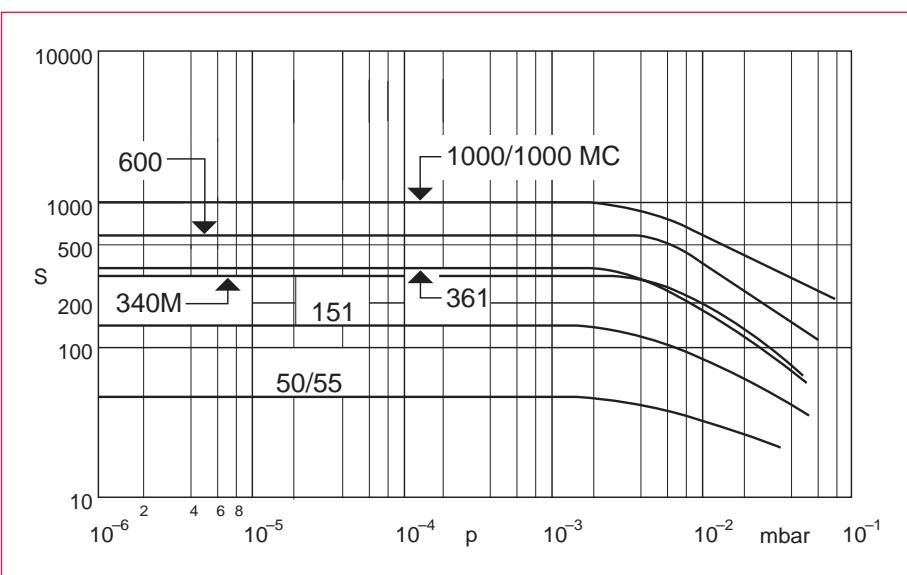


Abb. 2.53  
Saugvermögen für Luft verschiedener Turbo-Molekularpumpen

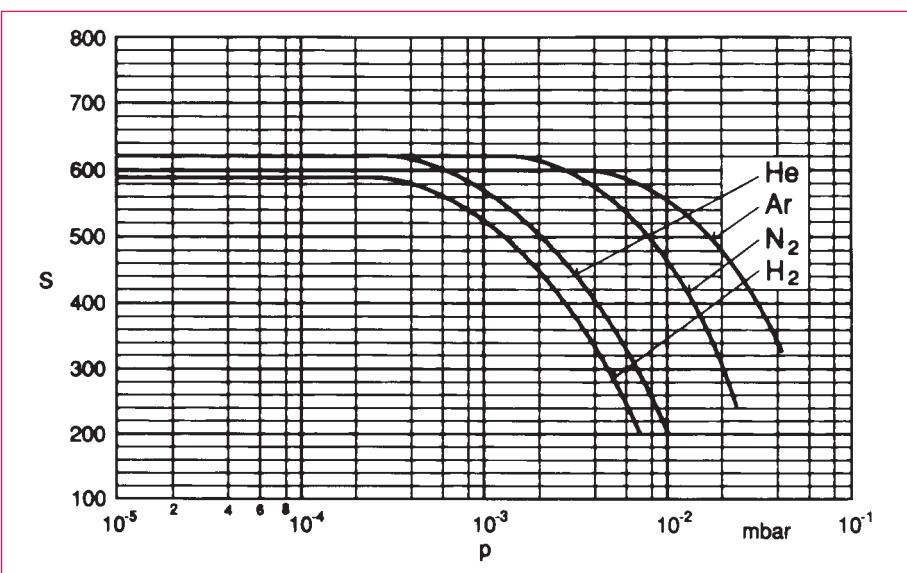


Abb. 2.54  
Saugvermögenskurven einer TURBOVAC 600 für  $H_2$ ,  $He$ ,  $N_2$  und  $Ar$

am Vorvakuumflansch der Pumpe zu dem am Hochvakuumflansch: Die maximale Kompression  $k_0$  finden wir bei Saugleistung = 0. Aus physikalischen Gründen ist das Kompressionsverhältnis bei der Turbo-Molekularpumpe für schwere Moleküle besonders hoch, für leichte Moleküle dagegen erheblich niedriger. Der Zusammenhang zwischen Kompression und Molekülmasse ist in Abb. 2.55 wiedergegeben. Abb. 2.56 zeigt gemessene Kompressionskurven für  $N_2$ ,  $He$  und  $H_2$  der Turbo-Molekularpumpe TURBOVAC 340 M in Abhängigkeit vom Vorvakuumdruck. Die hohe Kompression für die schweren Kohlenwasserstoff-Moleküle hat zur Folge, daß die Turbo-Molekularpumpe ohne Zwischen-schalten einer oder gar mehrerer Dampf-

sperren direkt an den Vakuumbehälter angeschlossen werden kann, ohne daß man einen meßbaren Kohlenwasserstoff-Partialdruck im Behälter zu befürchten hätte (kohlenwasserstofffreies Vakuum! – siehe auch Abb. 2.57: Restgasspektrum über einer TURBOVAC 361). Da der Wasserstoffpartialdruck, der von der Rotations-Vakuumpumpe als Vorpumpe erzeugt wird, sehr gering ist, kann man trotz der eher bescheidenen Kompression der Turbo-Molekularpumpen für  $H_2$  mit solchen Pumpen in relativ einfacher Weise Enddrücke von  $10^{-11}$  mbar erzeugen. Natürlich müssen zum Erzielen dieser extrem niedrigen Drücke die üblichen Regeln der Ultra-Hochvakuumtechnik befolgt werden: Vakuumbehälter und der obere Teil der Turbo-Moleku-

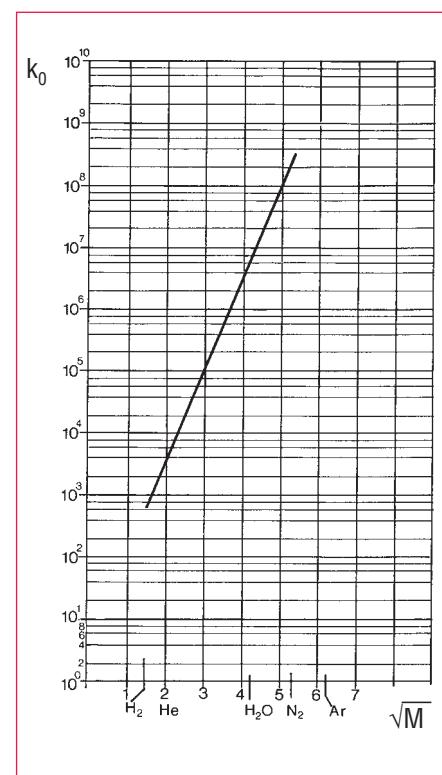


Abb. 2.55  
TURBOVAC 450 – Maximale Kompression  $k_0$  in Abhängigkeit von der molaren Masse  $M$

larpumpe müssen ausgeheizt werden und als Dichtungen müssen Metalldichtungen verwendet werden. Bei niedrigen Drücken besteht das Restgas in der Hauptsache aus  $H_2$ , der von den metallischen Behälterwänden stammt. Das in Abb. 2.57 gezeigte Spektrum zeigt die **Restgaszusammensetzung** über einer Turbo-Molekularpumpe bei einem Enddruck von  $7 \cdot 10^{-10}$  mbar Stickstoff-Äquivalent. Man erkennt, daß der  $H_2$ -Anteil ca. 90–95% der gesamten Gasmenge ausmacht. Der geringe Anteil »schwerer« Moleküle nimmt sehr stark ab, Massen größer als 44 konnten nicht mehr festgestellt werden. Ein wesentliches Kriterium zur Bewertung der Güte eines Restgasspektrums sind die meßbaren Kohlenwasserstoffe aus den eingesetzten Schmierstoffen des Vakuumpumpensystems. Natürlich kann ein »absolut kohlenwasserstofffreies Vakuum« nur mit schmiermittelfreien Pumpensystemen erzeugt werden, also z.B. mit magnetgelagerten Turbo-Molekularpumpen und trockenverdichtenden Vorpumpen. Bei richtiger Handhabung (Belüftung bei jeglicher Art von Stillstand) können auch bei normalen Turbo-Molekularpumpen im Spektrum keine Kohlenwasserstoffe nachgewiesen werden.

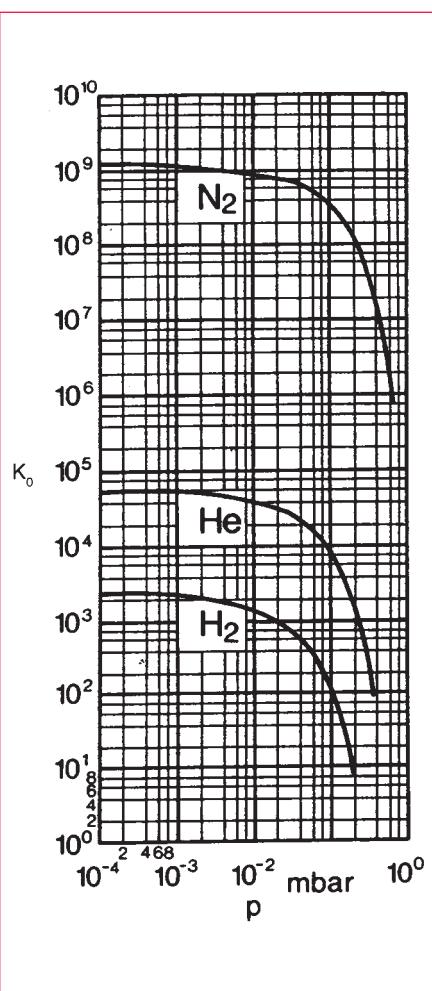


Abb. 2.56  
Maximale Kompression  $k_0$  einer Turbo-Molekularpumpe TURBOVAC 340 M für  $H_2$ , He und  $N_2$  in Abhängigkeit vom Vakuumdruck

Eine Weiterentwicklung der Turbo-Molekularpumpen stellen die Hybrid- oder Compound-Turbo-Molekularpumpen dar. Dabei handelt es sich eigentlich um zwei Pumpen auf einer gemeinsamen Welle in einem Gehäuse. Die Hochvakuumstufe für den molekularen Strömungsbereich ist eine klassische Turbo-Molekularpumpe, die zweite Pumpe für den viskosen Strömungsbereich eine »molecular drag« oder Reibungspumpe.

Von LEYBOLD werden solche Pumpen als TURBOVAC 55 mit einer integrierten Holzweckstufe (Schraubenverdichter) und als HY.CONE 60 bzw. HY.CONE 200 mit integrierter Siegbahnstufe (Spiralverdichter) gebaut. Der notwendige Vorvakuumdruck beträgt dann einige mbar, so daß die Vorvakumpumpe nur mehr von etwa 5 bis 10 mbar bis Atmosphärendruck verdichten muß. Abb. 2.52a zeigt den Schnitt durch eine HY.CONE.

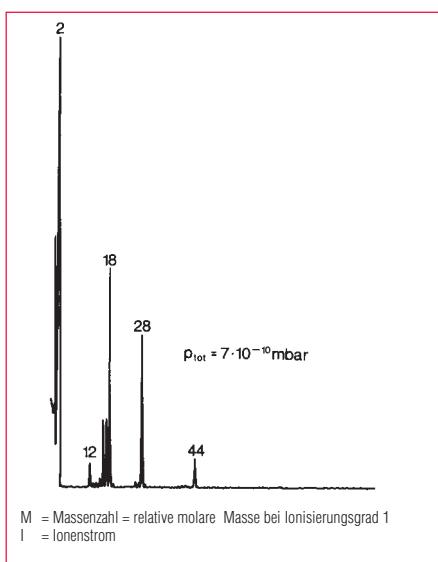


Abb. 2.57  
Spektrum über einer TURBOVAC 361

## Betriebshinweise für Turbo-Molekularpumpen

### Starten

Die Turbo-Molekularpumpen sollten im Allgemeinen zusammen mit der Vorpumpe gestartet werden, um Ölrückströmung von der Vorpumpe zum Rezipienten zu vermeiden. Ein verzögerter Start der Turbo-Molekularpumpe ist bei relativ kleinen Vorpumpsätzen an großen Behältervolumen sinnvoll. Bei bekanntem Saugvermögen der Vorvakumpumpe  $S_v$  ( $m^3/h$ ) und Behältervolumen  $V$  ( $m^3$ ) kann man den Startdruck der Turbo-Molekularpumpe abschätzen:

gleichzeitiger Start, wenn

$$\frac{S_v}{V} > 40 h^{-1}$$

und verzögerter Start, wenn

$$\frac{S_v}{V} < 40 h^{-1}$$

mit einem Startdruck von :

$$p_{v, \text{Start}} = e^{\left(\frac{S_v}{6 \cdot V}\right)} \text{ mbar} \quad (2.24)$$

Die Bestimmung des Startdruckes für Turbo-Molekularpumpen beim Evakuieren größerer Volumina kann auch mit Hilfe des Diagrammes in Abb. 2.58 erfolgen.

### Belüften

Turbo-Molekularpumpen sollten **nach dem Abschalten und bei etwaigem Spannungsaufall auf jeden Fall belüftet werden**, um eine Rückdiffusion von Kohlenwasserstoffen von der Vorvakuumseite in den Rezipienten zu verhindern. Nach dem Abschalten der Pumpe soll auch das Kühl-

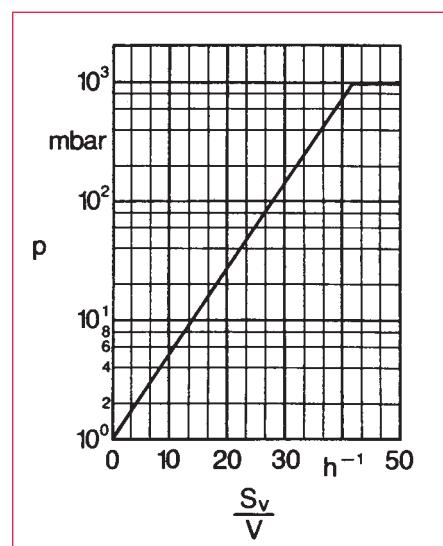


Abb. 2.58  
Bestimmung des Startdruckes für Turbo-Molekularpumpen beim Evakuieren größerer Volumina

wasser abgeschaltet werden, um etwaige Kondensation von Wasserdampf zu vermeiden. Zur Schonung des Rotors empfiehlt es sich die in den Gebrauchsanweisungen angegebenen (Mindest-) Belüftungszeiten einzuhalten. Die Belüftung sollte (außer bei Sperrgasbetrieb) über den Belüftungsflansch erfolgen, der schon eine Sinterfilter-Drosselstelle enthält, so daß die Belüftung mit einem normalen Ventil oder einem Stromausfallflüter erfolgen kann.

### Sperrgasbetrieb

In die mit einer Sperrgaseinrichtung ausgerüsteten Pumpen kann über einen besonderen Flansch zum Schutz des Motorraumes und der Lager vor aggressiven Medien ein Inertgas – wie trockener Stickstoff – zugeführt werden. Ein besonderes Sperrgas- und Belüftungsventil dosiert die notwendige Sperrgasmenge und kann außerdem auch als Belüftungsventil dienen.

### Schwingungsentkopplung

TURBOVAC-Pumpen sind hochgenau ausgewuchtet und können in der Regel direkt an die Apparatur angeschlossen werden. Nur bei hochsensiblen Geräten, wie in der Elektronenmikroskopie, empfiehlt sich der Einsatz eines Dämpfungskörpers, der die vorhandenen Schwingungen auf ein Minimum reduziert. Bei magnetisch gelagerten Pumpen genügt aufgrund der geringen Eigenvibration in den meisten Fällen eine starre Ankopplung an die Vakuumapparatur.

Wegen **besonderer Einsatzfälle** wie Betrieb in starken Magnetfeldern, in strahlenbelasteten Zonen oder in Tritium-Atmosphäre wenden Sie sich bitte an unsere Technische Vertriebsabteilung, die über entsprechende Erfahrungen verfügt und Ihnen jederzeit zur Verfügung steht.

## 2.1.8 Sorptionspumpen

Der Begriff »Sorptionspumpen« umfaßt alle Vorrichtungen, die zur Beseitigung von Gasen und Dämpfen aus einem Raum Sorptionsmittel verwendet. Die abzupumpenden Gasteilchen werden dabei an den Oberflächen oder im Innern dieser Sorptionsmittel gebunden, und zwar entweder durch physikalische, temperaturabhängige Adsorptionskräfte (sogenannte »van der Waals«-Kräfte), oder durch chemische Sorption, oder durch Absorption oder schließlich durch Einbetten infolge fortwährender Bildung neuer sorbierender Schichten. Analog zur Wirkungsweise unterscheiden wir hierbei **Adsorptionspumpen**, bei denen die Sorption von Gasen lediglich durch temperaturabhängige Adsorptionsvorgänge erfolgt, und **Getterpumpen**, bei denen Sorption und Einbau von Gasen im wesentlichen unter Bildung chemischer Verbindungen erfolgt. Unter gettern versteht man die Bindung von Gasen an reinen, also nicht mit Oxid- oder Karbidschichten bedeckten, meist metallischen Oberflächen. Solche Oberflächenschichten bilden sich immer während der Herstellung, dem Einbau in ein Vakuumsystem oder während der Belüftung des Systems. Die meist metallischen, reinsten Getterooberflächen werden entweder direkt im Vakuum durch Verdampfen (**Verdampferpumpen**) oder durch Kathodenzerstäubung (»sputtern«, **Zerstäuberpumpen**) ständig neu hergestellt oder die passivierende Oberflächenschicht des Getters (Metall) wird durch Ausheizen im Vakuum entfernt, so daß der reine Feststoff freigelegt wird. Dieser Schritt wird Aktivierung genannt (**NEG-Pumpen**, NEG = Non Evaporable Getter).

### 2.1.8.1 Adsorptionspumpen

Adsorptionspumpen (siehe Abb. 2.59) arbeiten nach dem Prinzip der physikalischen Adsorption von Gasen an der Oberfläche von Molekularsieben oder anderen Adsorptionsmitteln (z. B. von aktiviertem

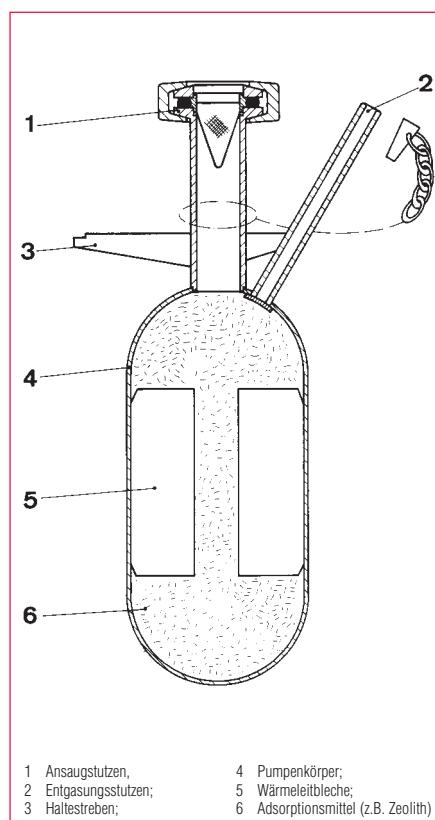


Abb. 2.59  
Schnitt durch eine Adsorptionspumpe

$\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Als Adsorptionsmittel wird häufig Zeolith 13X verwendet. Dieses Alkali-Aluminosilikat besitzt eine im Verhältnis zur Masse des Materials außerordentlich

große Oberfläche von etwa  $1000 \text{ m}^2$  pro Gramm Festkörpersubstanz. Dementsprechend ist die Gasaufnahmefähigkeit beträchtlich.

Der Poredurchmesser des Zeolith 13X beträgt etwa  $13 \text{ \AA}$ . Er liegt damit in der Größenordnung von Wasserdampf-, Öldampf- und größeren Gasmolekülen (ca  $10^{-7} \text{ cm}$ ). Nimmt man als mittleren Moleküldurchmesser die Hälfte dieses Wertes, also  $5 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$  an, so sind auf einer mit einer Mono-Teilchenschicht belegten Oberfläche von  $1 \text{ m}^2$  etwa  $5 \cdot 10^{18}$  Moleküle adsorbiert. Das entspricht für Stickstoffmoleküle mit der relativen molaren Masse  $M_r = 28$  etwa  $2 \cdot 10^{-4} \text{ g}$  bzw.  $0,20 \text{ mbar} \cdot \text{cm}^3$  (siehe hierzu Abschnitt 1.1). Eine  $1000 \text{ m}^2$  große Adsorptionsfläche vermag also eine monomolekulare Schicht mit mehr als  $133 \text{ mbar} \cdot \text{cm}^3$  zu binden.

Wasserstoff und leichte Edelgase wie Helium und Neon haben bezüglich der Porengröße (13 Å bei Zeolith 13X) einen relativ kleinen Teilchendurchmesser und werden deshalb nur sehr schlecht adsorbiert.

Die Adsorption von Gasen an Oberflächen ist nicht nur von der Temperatur, sondern vor allem auch vom Druck über der Adsorptionsfläche abhängig. Die Abhängigkeit ist den in Abb. 2.60 aufgeführten Ad-

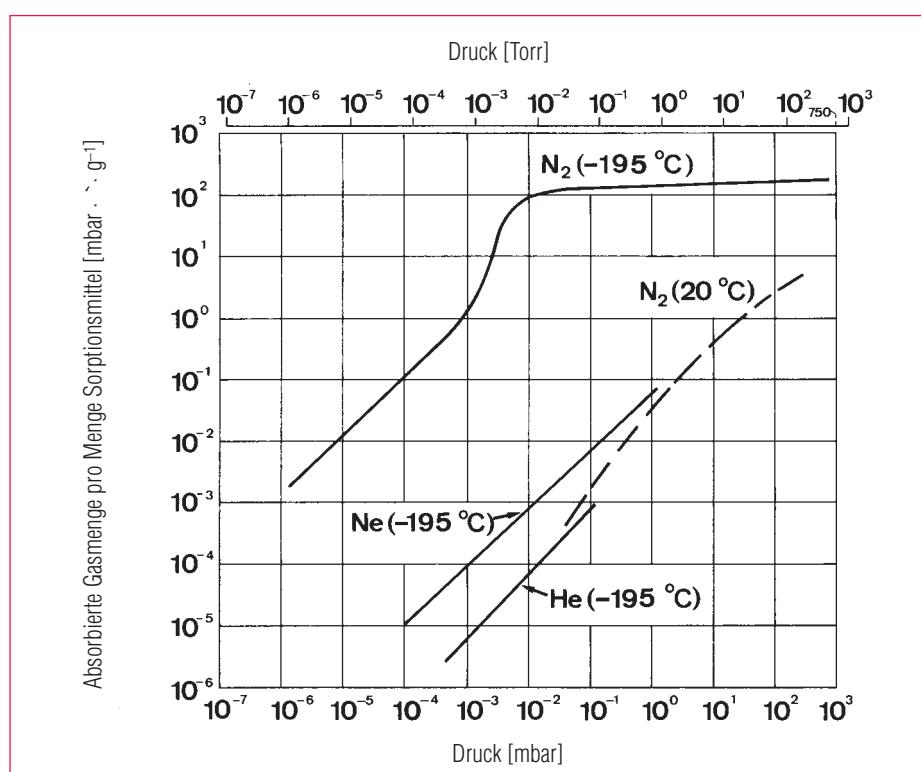


Abb. 2.60  
Adsorptionsisothermen von Zeolith 13X für Stickstoff bei  $-195^\circ\text{C}$  und  $20^\circ\text{C}$ , sowie für Helium und Neon bei  $-195^\circ\text{C}$

sorptionsisothermen für einige Gase zu entnehmen. In der Praxis werden Adsorptionspumpen über ein Ventil an den zu evakuierenden Behälter angeschlossen. Erst durch Eintauchen des Pumpenkörpers in flüssigen Stickstoff wird der Sorptionseffekt technisch nutzbar gemacht. Auf Grund der verschiedenen Adsorptionseigenschaften sind Saugvermögen und Enddruck einer Adsorptionspumpe für die verschiedenen Gasanteile unterschiedlich. Beste Werte werden bei Stickstoff, Kohlendioxyd, Wasserdampf und bei Kohlenwasserstoffdämpfen erzielt. Leichte Edelgase werden praktisch nicht gepumpt, weil der Teilchendurchmesser im Vergleich zur Porengröße des verwendeten Zeoliths zu klein ist. Da der Sorptionseffekt mit zunehmender Bedeckung der Zeolithoberfläche abnimmt, geht auch das Saugvermögen mit steigender Anzahl der bereits adsorbierten Teilchen zurück. Das Saugvermögen einer Adsorptionspumpe ist daher abhängig von der Menge des bereits abgepumpten Gases, ist also zeitlich nicht konstant.

Der mit Adsorptionspumpen erreichbare Enddruck wird in erster Linie durch jene Gase bestimmt, die sich zu Beginn eines Pumpprozesses im Behälter befinden und an der Zeolithoberfläche schlecht oder gar nicht adsorbiert werden (wie z.B. Ne oder He). In der gewöhnlichen Luftatmosphäre befinden sich wenige ppm dieser Gase. Unter solchen Bedingungen sind Drücke  $< 10^{-2}$  mbar zu erreichen.

Sollen Drücke unter  $10^{-3}$  mbar ausschließlich mit Adsorptionspumpen erzielt werden, darf möglichst kein Neon oder Helium im Gasgemisch vorhanden sein.

Nach einem Auspumpprozeß braucht die Pumpe nur auf Zimmertemperatur erwärmt zu werden, um das adsorbierte Gas freizugeben und das Zeolith wieder einsatzbereit zu machen. Wurde stark wasser dampfhaltige Luft (oder feuchtes Gas) abgepumpt, dann ist zu empfehlen, die Pumpe bis zur völligen Trocknung der Zeolithoberflächen einige Stunden bei  $200^{\circ}\text{C}$  und darüber auszuheizen.

Zum Auspumpen größerer Behälter wird man in der Praxis mehrere Adsorptionspumpen parallel oder hintereinander geschaltet anschließen. Der Druck wird zunächst durch die erste Pumpstufe von Atmosphärendruck auf einige mbar redu-

ziert, um dabei noch viele Edelgasmoleküle Helium und Neon »mitzureißen«. Nachdem die Pumpen dieser Stufe gesättigt sind, werden die Ventile zu diesen Pumpen geschlossen und ein bisher geschlossenes Ventil zu einer weiteren Adsorptionspumpe mit noch sauberem Adsorptionsmittel geöffnet, so daß diese Pumpe den Rezipienten eine Druckstufe weiter leer pumpt. Dieses Verfahren kann solange fortgesetzt werden, bis der Enddruck durch Hinzuschalten weiterer Adsorptionspumpen nicht mehr verbessert wird.

## 2.1.8.2 Verdampferpumpen

Verdampferpumpen sind Sorptionspumpen, bei denen ein Getterstoff durch Verdampfen auf eine gekühlte Fläche fein verteilt aufgebracht wird. An der Oberfläche einer solchen Getterschicht gehen Gasteilchen mit der Gettersubstanz stabile Verbindungen ein, die einen unmeßbar niedrigen Dampfdruck haben. Die aktive Getterschicht wird durch nachfolgende Verdampfung des Getervorrates ständig erneuert. Allgemein verwendet man als Gettersubstanz bei Verdampferpumpen Titan, das von einem stromerhitzten Draht aus einer Speziallegierung mit hohem Titan gehalt verdampft. Obwohl die optimale Sorptionskapazität (etwa ein Stickstoffatom je verdampftes Titanatom) in der Pra-

xis kaum erreicht werden kann, haben Titanverdampferpumpen ein außerordentlich hohes Saugvermögen für aktive Gase, die deshalb besonders bei Anfahrprozessen oder bei plötzlichem Anfall größerer Gasmengen rasch abgepumpt werden können. Speziell als Zusatzpumpe zu Ionizerstäuberpumpen und Turbo-Molekularpumpen ist ihr Einsatz in vielen Fällen vorteilhaft (ähnlich wie die »Booster« bei Treibmittelpumpen; siehe Abschnitt 2.1.6.2).

## 2.1.8.3 Ionen-Zerstäuberpumpen (IZ-Pumpen)

Die Pumpwirkung der Ionizerstäuberpumpen wird von Sorptionsvorgängen erzeugt, die durch ionisierte Gasteilchen in einer Penninggasentladung (Kaltkathoden Entladung) ausgelöst werden. Durch »Parallelschaltung von vielen einzelnen Penningzellen« erreicht die Ionizerstäuberpumpe ein hinreichend hohes Saugvermögen für die einzelnen Gase.

### Funktion der Ionen-Zerstäuberpumpe

Die Ionen treffen auf die Kathode der Gasentladungsanordnung auf und zerstäuben das Kathodenmaterial (Titan). Die dadurch an anderen Stellen entstehenden Titan-Niederschläge wirken als Getterfilm und binden die reaktionsfähigen Gasteilchen (z.B.

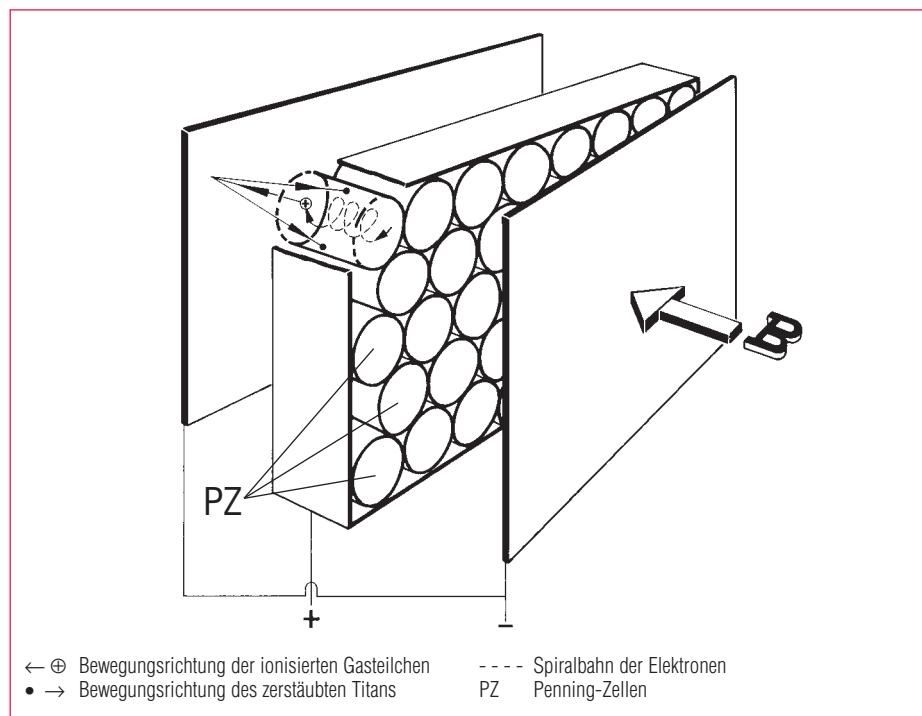


Abb. 2.61  
Zur Wirkungsweise der Ionen-Zerstäuberpumpe

Stickstoff, Sauerstoff, Wasserstoff). Die Energie der ionisierten Gasteilchen reicht aber nicht nur aus, um das Kathodenmaterial zu zerstäuben, sondern auch, um die auftreffenden Ionen tief in das Kathodenmaterial einzudringen zu lassen (Ionimplantation). Dieser Sorptionsvorgang »pumpt« Ionen aller Art, insbesondere aber auch Ionen von Gasen, die mit der durch Zerstäuben gebildeten Titanschicht chemisch nicht reagieren, also vor allem Edelgase.

Zur Erzeugung der Ionen dient folgende Anordnung: Zwischen zwei parallelen Kathodenplatten befinden sich dicht gepackt zylinderförmige Anoden aus Edelstahl, deren Achsen rechtwinklig zu den Kathoden ausgerichtet sind (siehe Abb. 2.61). Die Kathoden haben ein negatives Potential von einigen kV gegenüber der Anode. Die ganze Elektrodenanordnung befindet sich in einem homogenen Magnetfeld, das durch einen außen am Pumpengehäuse angebrachten Permanentmagneten erzeugt wird, dessen magnetische Flussdichte  $B = 0,1 \text{ T}$  beträgt (1 Tesla =  $10^4$  Gauß). Die durch die Hochspannung erzeugte Gasentladung enthält Elektronen und Ionen. Die Elektronen legen unter dem Einfluß des Magnetfeldes lange Spiralbahnen (siehe Abb. 2.61) zurück, ehe sie auf dem Anodenzyliner der entsprechenden Zelle gelangen. Der lange Elektronenweg bedingt eine hohe Ionenausbeute, die auch bei sehr geringen Gasdichten (Drücken) ausreicht, um eine selbständige Gasentladung aufrecht zu erhalten. – Eine Zufuhr von Elektronen aus einer Glühkathode ist nicht erforderlich. – Die Ionen werden wegen ihrer großen Masse von dem Magnetfeld der oben angegebenen Größe auf ihrer Bahn praktisch nicht beeinflußt; sie fließen auf kurzem Wege ab und bombardieren die Kathode.

Der Entladungsstrom  $i$  ist proportional zur Neutralteilchenanzahl dichte  $n_0$ , der Elektronendichte  $n^-$  und der Länge  $l$  der Entladungsstrecke

$$i = n_0 \cdot n^- \cdot \sigma \cdot l \quad (2.25)$$

Der Wirkungsquerschnitt  $\sigma$  für ionisierende Stöße ist gasartabhängig. Da der Entladungsstrom  $i$  nach Gl. 2.25 eine Funktion der Gas-Teilchenanzahl dichte  $n_0$  wie beim Penning-Vakuummeter ist, kann er im Bereich von  $10^{-4}$  bis  $10^{-8} \text{ mbar}$  als Maß für

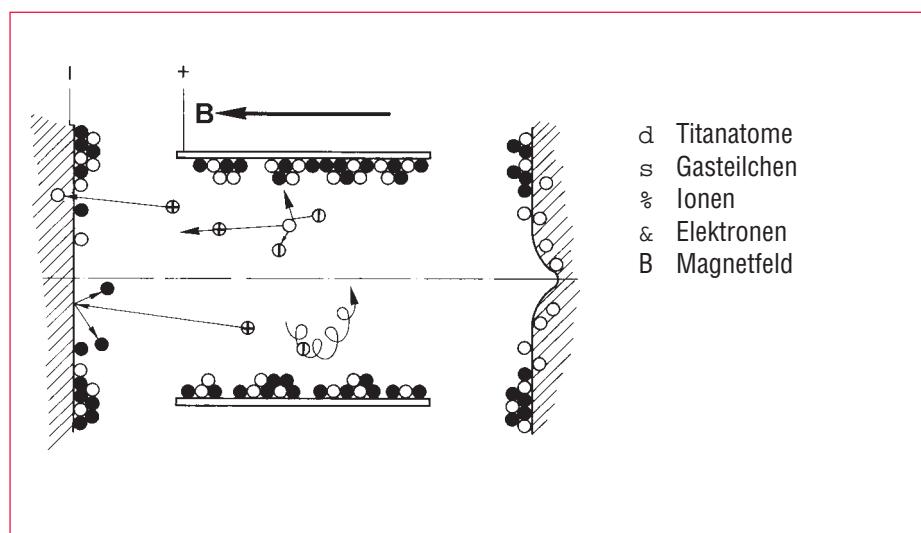


Abb. 2.62  
Elektrodenkonfiguration einer Dioden-Ionenzerstäuberpumpe

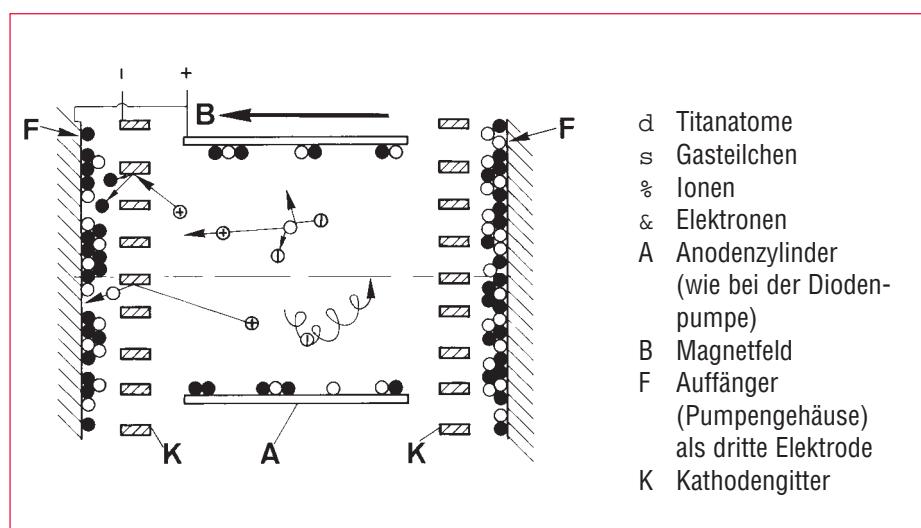


Abb. 2.63  
Elektrodenkonfiguration einer Trioden-Ionenzerstäuberpumpe

den Druck genommen werden. Bei kleineren Drücken ist die Messung wegen Störung durch Feldemissionseffekte nicht reproduzierbar.

Bei den **Diodenpumpen** mit der Elektrodenkonfiguration nach Abb. 2.62 werden die Getterschichten an den Anodenoberflächen und zwischen den Zerstäubungsbereichen auf der Kathode gebildet. Die Implantation der Ionen erfolgt in den Kathodenoberflächen. Bei fortschreitender Kathodenzerstäubung werden die implantierten Gasteilchen wieder freigesetzt. Für Edelgase, die nur durch Ioneneinschluß gepumpt werden können, wird deshalb die Pumpwirkung nach einiger Zeit nachlassen und es tritt ein »Erinnerungseffekt« auf.

Die **Triodenpumpen**, die »transparente Kathoden« haben, zeigen demgegenüber her-

vorragende Konstanz des Edelgassaugvermögens, weil Auftragungs- und Zerstäubungsfläche räumlich getrennt sind. Abb. 2.63 zeigt die Trioden-Elektrodenkonfiguration. Ihre bessere Wirkungsweise ist so zu erklären: Die Ionen treffen streifend auf die Titanstäbe des Kathodengitters. Die Zerstäubungsrate ist dadurch größer als bei senkrechtem Einfall. Das zerstäubte Titan fliegt in ungefähr gleicher Richtung wie die einfallenden Ionen. Die Getterschichten bilden sich vorzugsweise auf der dritten Elektrode, dem »Auffänger«, der identisch mit der Wand des Pumpengehäuses ist. Dadurch wächst die Ausbeute an Teilchen, die als Ionen streifend auf die Kathode treffen, dann nach Neutralisation reflektiert werden und mit einer Energie zum Auffänger »Pumpenwand« fliegen, die immer noch hoch über der thermischen Energie der

Gasteilchen  $1/2 \cdot k \cdot T$  liegt. Die energiereichen Neutralteilchen können in die Auffängeroberfläche eindringen, aber ihre Zerstäubungswirkung ist nur noch gering. Später werden diese implantierten Teilchen von neuen Titanschichten endgültig überdeckt. Wegen der entgegengesetzten Potentialdifferenz zwischen Kathode und Auffänger können keine Ionen auf den Auffänger treffen und diesen zerstäuben. Die eingebetteten Edelgasatome können also nicht wieder freigesetzt werden. **Das Edelgassaugvermögen der Trioden-Pumpen wird deshalb nicht nachlassen.**

Das Saugvermögen der Ionen-Zerstäuber-Pumpen hängt vom Druck und von der Gasart ab. Es wird nach der in DIN 28 429 und PNEUROP 5615 angegebenen Methode gemessen. Die Saugvermögenskurve  $S(p)$  weist ein Maximum auf. Als Nennsaugvermögen  $S_n$  wird das Maximum der mit Luft gemessenen Saugvermögenskurve bezeichnet, wobei der zugehörige Druck angegeben werden muß.

Für Luft, Stickstoff, Kohlendioxid und Wasserdampf ist das Saugvermögen praktisch gleich. Bezogen auf das Saugvermögen für Luft beträgt das Saugvermögen der Ionen-Zerstäuberpumpen für andere Gase etwa:

Wasserstoff	150 bis 200 %
Methan	100 %
andere leichte	
Kohlenwasserstoffe	80 bis 120 %
Sauerstoff	80 %
Argon	30 %
Helium	28 %

Die Triodenpumpen zeichnen sich im Gegensatz zu den Diodenpumpen durch hohe Edelgasstabilität aus. Argon wird noch bei  $1 \cdot 10^{-5}$  mbar Einlaßdruck stabil abgepumpt. Die Pumpen können ohne Schwierigkeiten bei Drücken über  $1 \cdot 10^{-2}$  mbar gestartet und bei Lufteinlaß auch auf Dauer bei  $5 \cdot 10^{-5}$  mbar betrieben werden. Eine neuartige Konstruktion der Elektrodensysteme gestattet, die Lebensdauer der Kathoden um 50 % zu verlängern.

### Beeinflussung von Prozessen im Vakuumbehälter durch magnetische Streufelder und Streuionen aus der IZ-Pumpe.

Die für den Pumpprozeß erforderliche hohe Magnetfeldstärke führt zwangsläufig zu magnetischen Streufeldern in der Umgebung der Magnete. Falls hierdurch Prozesse im Vakuumbehälter störend beein-

flußt werden, sollte die betreffende IZ-Pumpe mit einer Abschirmvorrichtung versehen werden. Form und Art solcher Vorrichtungen können so optimal gewählt werden, daß die Prozesse im Vakuumbehälter nicht mehr gestört werden, als durch das ohnehin schon vorhandene erdmagnetische Feld.

Abb. 2.64 zeigt das magnetische Streufeld in der Ebene des Ansaugflansches einer Ionen-Zerstäuberpumpe IZ 270 sowie in einer dazu parallelen Ebene in einem Abstand von 150 mm. Sollen Streuionen aus dem Entladungsraum der Ionizerstäuberpumpe nicht in den Vakuumbehälter gelangen, so kann eine entsprechende Abschirmung durch ein Metallsieb auf Gegenpotential in der Ansaugöffnung der IZ-Pumpe erfolgen (Ionensperre). Dadurch wird allerdings das Saugvermögen der Ionen-Zerstäuberpumpe entsprechend der gewählten Maschenweite des Metallsiebes reduziert.

### 2.1.8.4 Massivgetterpumpen (NEG-Pumpen)

Die Massivgetterpumpe arbeitet mit einem nicht verdampfenden, kompakten Gettermaterial (NEG = non evaporable getter),

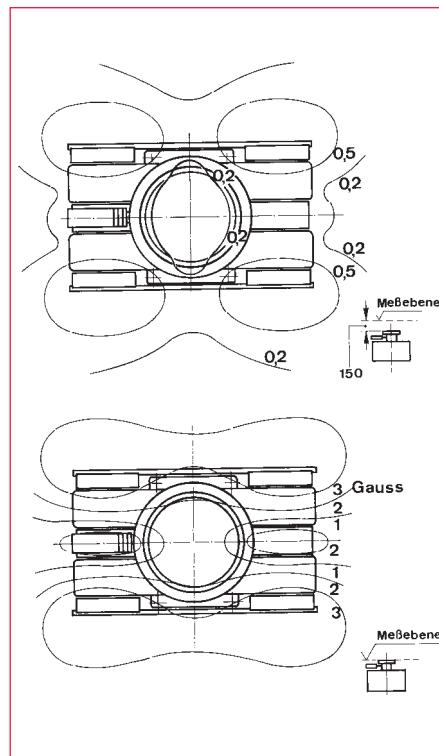


Abb. 2.64  
Streumagnetfeld einer Ionen-Zerstäuberpumpe in 2 Ebenen parallel zur Fläche des Ansaugflansches (siehe Teilbilder). Kurven gleichen Betrages der magnetischen Induktion  $B$  in Gauß. 1 Gauß =  $1 \cdot 10^{-4}$  Tesla

dessen Struktur atomar porös ist und so große Gasmengen aufnehmen kann. Die an der Oberfläche des Gettermaterials adsorbierten Gasteilchen diffundieren rasch in das Materialinnere und machen so weiteren Gasteilchen Platz, die an der Oberfläche auftreffen. Die Massivgetterpumpe enthält ein Heizelement, mit dem das Gettermaterial auf die je nach Art der vorgezugsweise abzupumpenden Gase auf optimale Betriebstemperatur erwärmt wird. Bei darüber liegender Temperatur wird das mit Gas gesättigte Gettermaterial regeneriert (aktiviert). Als Gettermaterial werden vor allem Zirkonium-Aluminium Legierungen, vielfach in Form von Blechstreifen, verwendet. Die besonderen Eigenschaften von NEG-Pumpen sind:

- konstantes Saugvermögen im HV und UHV
- keine Druckbegrenzung bis etwa 12 mbar
- besonders hohes Saugvermögen für Wasserstoff und seine Isotope
- nach dem Aktivieren kann die Pumpe vielfach bei Raumtemperatur arbeiten und braucht dann keine elektrische Energie
- keine Störungen durch Magnetfelder
- kohlenwasserstofffreies Vakuum
- vibrationsfrei
- geringes Gewicht

NEG-Pumpen werden meist in Kombination mit anderen UHV-Pumpen eingesetzt (Turbo-Molekular- und Kryopumpen). Diese Kombinationen haben sich als besonders nützlich erwiesen, um den Enddruck in UHV-Systemen zu senken, da Wasserstoff den Hauptanteil am Enddruck einer UHV-Anlage bildet, wofür gerade die NEG-Pumpe ein hohes Saugvermögen hat, während die Pumpwirkung anderer Pumpen für  $H_2$  gering ist. Einige typische Einsatzbeispiele für NEG-Pumpen sind Teilchenbeschleuniger und ähnliche Forschungsanlagen, Oberflächenanalysengeräte, SEM-Kolonnen und Sputtersysteme. NEG-Pumpen werden mit Saugvermögen von einigen  $\text{s}^{-1}$  bis etwa  $1000 \text{ s}^{-1}$  hergestellt. Mit Spezialausführungen werden sogar Saugvermögen für Wasserstoff erreicht, die noch um viele Größenordnungen höher liegen.

## 2.1.9 Kryopumpen

Wir wissen alle, daß sich an kalten Wasserleitungen oder Fensterscheiben Kondenswasser niederschlägt oder sich auf der Verdampfereinheit im Kühlenschrank Reif bzw. Eis bildet. Diese aus dem täglichen Leben bekannte Erscheinung der Kondensatbildung von Gasen und Dämpfen, insbesondere von Wasserdampf an kalten Flächen, findet nicht nur bei Atmosphärendruck, sondern auch im Vakuum statt.

Das wird in Kondensatoren (siehe 2.1.5), vor allem bei chemischen Vakuumprozessen schon lange ausgenutzt; früher gab es viele mit Kältemaschinen gekühlte Baffle an Diffusionspumpen. Auch in einem abgeschlossenen Raum (Rezipient) bedeutet Kondensatbildung an einer kalten Fläche, daß dort eine große Menge von Gasteilchen aus dem Verkehr gezogen wird: Sie bleiben auf der Kaltfläche sitzen und beteiligen sich nicht weiter am hektischen Treiben in der Gasatmosphäre des Rezipienten. Wir sagen dann, diese Teilchen sind gepumpt und sprechen von Kryopumpen, wenn das »Pumpen« durch Kaltflächen erfolgt.

Die damit verbundene Kryotechnik unterscheidet sich von der üblichen Kältetechnik dadurch, daß die Kryotechnik im Temperaturbereich  $< 120\text{ K}$  ( $< -153^\circ\text{C}$ ) angesiedelt ist. Wir haben es im folgenden mit zwei Fragenkomplexen zu tun:

a) Wie erzeugt man die Kälte in der Kryotechnik bzw. in Kryopumpen und wie wird die Wärmeverbelastung der Kaltfläche abgeführt bzw. verringert?

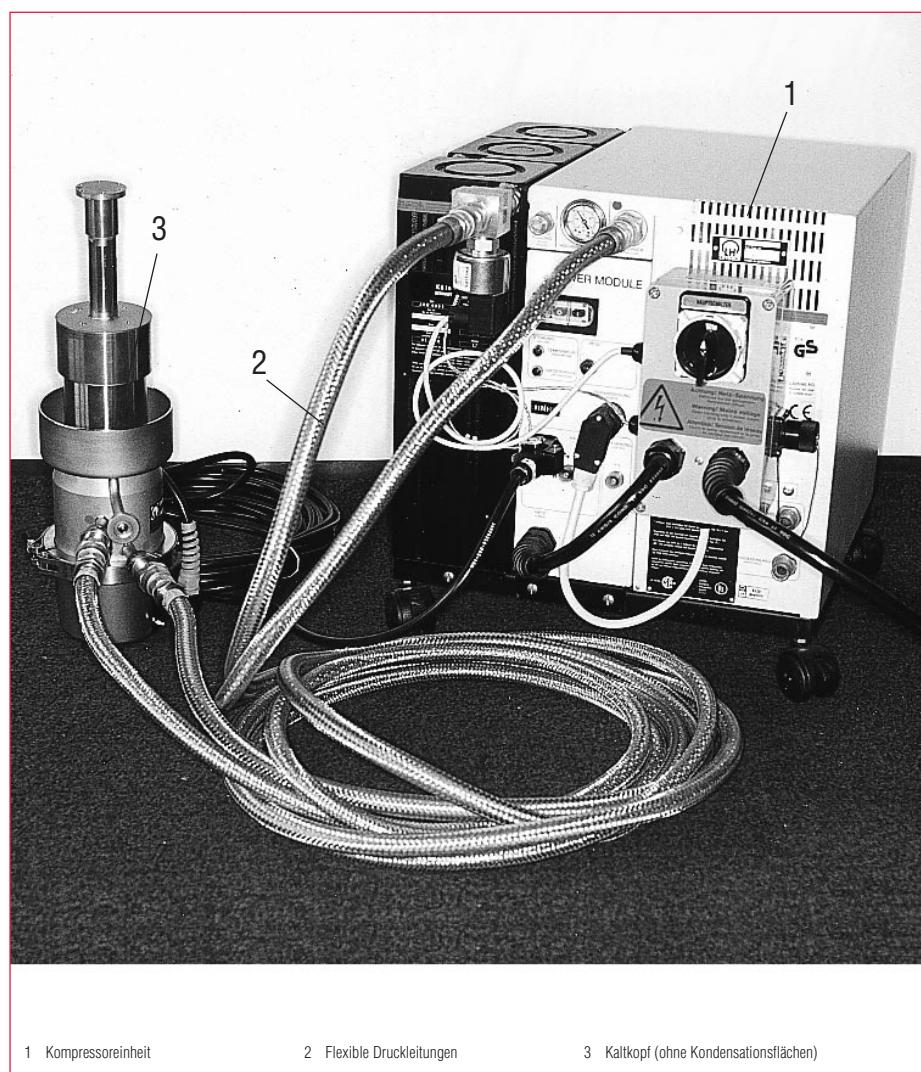
b) Was sind die Wirkungsmechanismen der Kryopumpen?

### 2.1.9.1 Arten von Kryopumpen

Nach der Art der Kälteerzeugung unterscheidet man

- Bad-Kryopumpen
- Verdampfer-Kryopumpen
- Refrigerator-Kryopumpen

Bei **Bad-Kryopumpen** – im einfachsten Fall eine mit  $\text{LN}_2$  (flüssigem Stickstoff) gefüllte Kühlwanne – wird die Pumpfläche durch direkten Kontakt mit einem verflüssigten Gas gekühlt. An einer  $\text{LN}_2$ -gekühlten Fläche ( $T \approx 77\text{ K}$ ) können  $\text{H}_2\text{O}$  und  $\text{CO}_2$  konden-



1 Kompressoreinheit

2 Flexible Druckleitungen

3 Kaltkopf (ohne Kondensationsflächen)

Abb. 2.65  
Gesamtumfang einer Refrigerator-Kryopumpe

sieren werden. Mit einer auf  $\approx 10\text{ K}$  gekühlten Fläche können alle Gase außer He, Ne und  $\text{H}_2$  durch Kondensation gepumpt werden. An einer mit flüssigem Helium ( $T \approx 4,2\text{ K}$ ) gekühlten Fläche können alle Gase außer He kondensiert werden.

Bei **Verdampfer-Kryopumpen** ist die Kaltfläche als Wärmetauscher ausgebildet. Aus einem externen Vorratsgefäß wird mit Hilfe einer Förderpumpe (Vorvakumpumpe) flüssiges Helium in ausreichender Menge in den Verdampfer gefördert, um die gewünschte Temperatur der Kaltfläche zu erreichen.

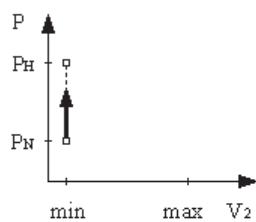
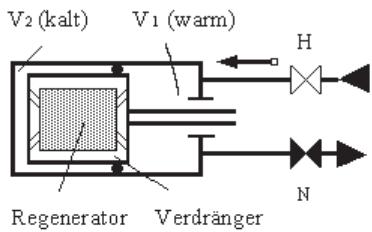
Das flüssige Helium verdampft im Wärmetauscher und bewirkt dadurch die Kühlung der Kaltfläche. Das anfallende Abgas (He) wird in einem zweiten Wärmetauscher zur Kühlung eines Baffles und eines Strahlungsschildes, der die Kaltfläche vor der Strahlung der Umgebung schützt, ausge-

nutzt. Das von der Förderpumpe ausgestoßene kalte Helium-Abgas wird einer Helium-Rückgewinnungsanlage zugeführt. Durch Regeln des Helium-Stromes kann die Temperatur der Kaltflächen verändert werden.

Heute werden vakuumtechnisch fast nur noch **Refrigerator-Kryopumpen** verwendet (»Kälte aus der Steckdose«). Sie funktionieren grundsätzlich ähnlich wie ein Haushaltstischkühlschrank, wobei als thermodynamische Kreisprozesse mit Helium als Kältemittel der

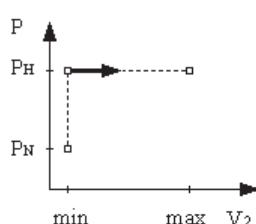
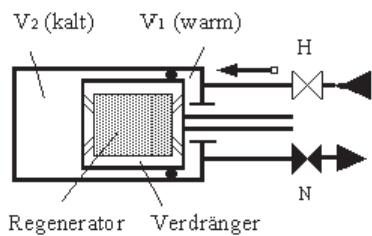
- Gifford-McMahon Prozeß
- Stirling Prozeß
- Brayton Prozeß
- Claude Prozeß

in Frage kommen. Der Gifford-McMahon Prozeß ist der heute am weitesten verbrei-



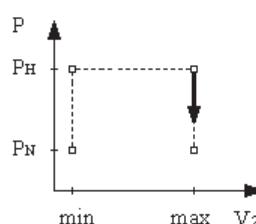
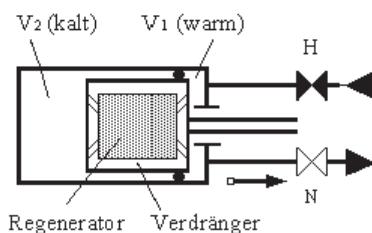
## Phase 1:

Der Verdränger ist am linken Totpunkt;  $V_2$ , wo die Kälte erzeugt wird, hat seine minimale Größe. Ventil N bleibt geschlossen, H wird geöffnet. Gas mit Druck  $p_H$  strömt durch den Regenerator in  $V_2$  ein. Durch Druckerhöhung in  $V_1$  erwärmt sich dort das Gas.



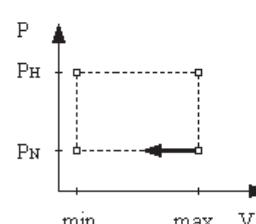
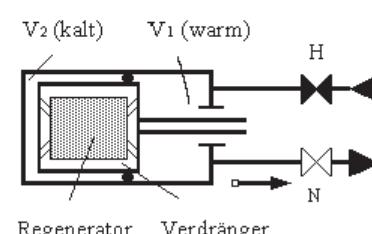
## Phase 2:

Ventil H bleibt offen, Ventil N geschlossen; der Verdränger bewegt sich nach rechts und schiebt das Gas aus  $V_1$  durch den Regenerator nach  $V_2$ , wobei es am kalten Regenerator abgekühlt wird;  $V_2$  nimmt sein maximales Volumen an.



## Phase 3:

Das Ventil H wird geschlossen und das Ventil N zum Niederdruckreservoir geöffnet. Das Gas expandiert von  $p_H$  auf  $p_N$  und kühlt dabei ab. Dadurch wird der Umgebung Wärme entzogen und mit dem expandierenden Gas zum Kompressor transportiert.



## Phase 4:

Der Verdränger bewegt sich bei geöffnetem Ventil N nach links; das Gas aus  $V_{2,\text{max}}$  strömt durch den Regenerator, kühlt diesen ab und strömt in das Volumen  $V_1$  und in das Niederdruckreservoir. Damit ist der Kreislauf beendet.

Abb. 2.66

Phasen der Kälteerzeugung mit einem einstufigen Kaltkopf nach dem Gifford-MacMahon Prozeß

tete und technisch am weitesten entwickelte Prozeß. Er bietet die Möglichkeit, die große Kompressoreinheit von der Entspannungseinheit, in der die Kälte erzeugt wird, räumlich zu trennen. So kann eine kompakte und vibrationsarme Kältequelle gebildet werden. Die von LEYBOLD serienmäßig hergestellten Kryopumpen arbeiten mit 2-stufigen Kaltköpfen nach dem Gifford-McMahon Prozeß, der anschließend näher besprochen wird.

Den Gesamt-Umfang einer Refrigerator-Kryopumpe zeigt Abb. 2.65, bestehend aus

Kompressoreinheit (1), die mittels flexibler Druckleitungen (2) – und damit vibrationsfrei – mit der Kryopumpe (3) verbunden ist. Die Kryopumpe selbst besteht aus dem Pumpengehäuse und dem darin angebrachten Kaltkopf. Als Kältemittel wird Helium verwendet, das mit Hilfe des Kompressors im geschlossenen Kreislauf zirkuliert.

### 2.1.9.2 Kaltkopf und dessen Arbeitsweise (Abb. 2.66)

Im Kaltkopf wird ein Zylinder durch einen Verdrängerkolben (Displacer) in zwei Ar-

beitsräume  $V_1$  und  $V_2$  geteilt. Im Betrieb ist der rechte  $V_1$  warm und der linke  $V_2$  kalt. Bei der Hubfrequenz  $f$  ist dann die Kälteleistung  $W$  des Refrigerators:

$$W = (V_{2,\text{max}} - V_{2,\text{min}}) \cdot (p_H - p_N) \cdot f \quad (2.26)$$

Der Verdränger wird pneumatisch gesteuert hin und her bewegt, so daß das Gas durch den Verdränger und damit durch den im Inneren des Verdrängers befindlichen Regenerator gedrückt wird. Der Regenerator ist ein Wärmespeicher mit großer

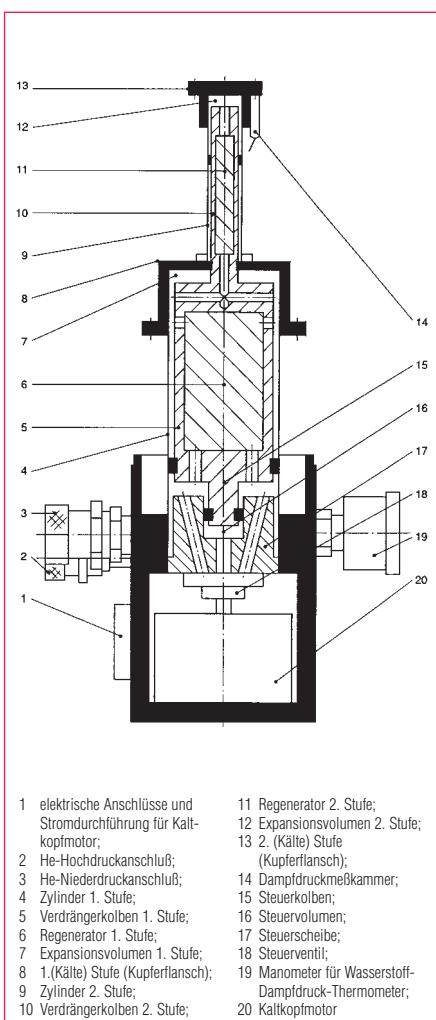


Abb. 2.67 zweistufiger Kaltkopf

Austauschfläche und Kapazität, der die Funktion des Wärmetauschers im Kreislauf übernimmt. In Abb. 2.66 sind die vier Phasen der Kälteerzeugung in einem einstufigen Refrigerator-Kaltkopf nach dem Gifford-McMahon Prinzip skizziert.

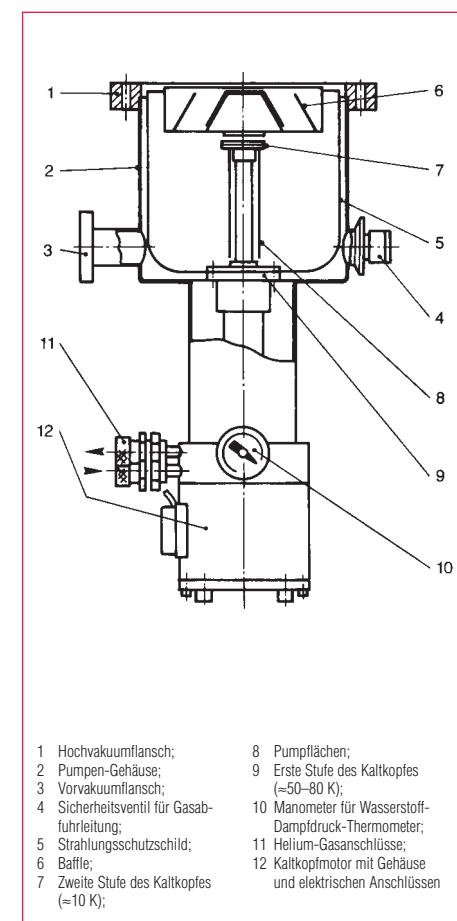
#### Der zweistufige Kaltkopf

Die von LEYBOLD serienmäßig hergestellten Refrigerator-Kryopumpen verwenden einen zweistufigen Kaltkopf, der nach dem Gifford-McMahon Prinzip arbeitet (siehe Abb. 2.67). Bei zwei hintereinander geschalteten Stufen wird in der ersten Stufe des Kaltkopfes die Temperatur des Heliums auf etwa 30 K und danach in der zweiten Stufe weiter auf 10 K gesenkt. Die erzielbaren niedrigen Temperaturen hängen unter anderem von der Art des Regenerators ab. Üblicherweise wird in der ersten Stufe als Regenerator Kupferbronze und in der zweiten Stufe Blei verwendet. Für Spezialanwendungen, wie etwa für Kryostate bei sehr tiefen Temperaturen ( $T < 10 \text{ K}$ )

stehen andere Stoffe als Regeneratoren zur Verfügung. Abb. 2.67 zeigt schematisch den Aufbau eines zweistufigen Kaltkopfes. Durch einen Steuermechanismus mit einem motorgetriebenen Steuerventil (18) mit Steuerscheibe (17) und Steuerbohrungen wird zuerst der Druck im Steuervolumen (16) geändert, was die Bewegung der Displacer (6) der ersten Stufe und (11) der zweiten Stufe veranlaßt; gleich danach wird durch den Steuermechanismus auch der Druck im gesamten Zylindervolumen auf den gleichen Wert gebracht. Über flexible Druckleitungen ist der Kaltkopf mit dem Kompressor verbunden.

#### 2.1.9.3 Die Refrigerator-Kryopumpe

Abb. 2.68 zeigt den Aufbau der Kryopumpe. Sie wird mit einem zweistufigen Kaltkopf gekühlt. Der Strahlenschutz (5) mit dem Baffle (6) wird gut wärmeleitend an die ersten Stufe (9) des Kaltkopfes angekoppelt. Für Drücke unterhalb von  $10^{-3} \text{ mbar}$  wird die Wärmeverlastung hauptsächlich durch die thermische Strahlung bestimmt. Deshalb ist die zweiten Stufe (7) mit den Kondensations- und Kryosorptionsflächen (8) von dem Strahlungsschutz (5) umgeben, der auf der Innenseite schwarz und auf der Außenseite poliert und vernickelt ist. Bei unbelasteter Kryopumpe stellen sich an Baffle und Schutzschild (erste Stufe) Temperaturen von 50 – 80 K und an den Kondensationsflächen an der zweiten Stufe etwa 10 K ein. Für den eigentlichen Pumpvorgang sind diese Oberflächentemperaturen der Kaltflächen entscheidend. Sie werden durch die vom Kaltkopf gelieferte Kälteleistung einerseits und die Wärmeverlastung durch thermische Strahlung, sowie durch die Wärmeableitung an das Pumpengehäuse andererseits bestimmt. Beim Betrieb der Kryopumpe führt die Belastung durch das Gas und die Kondensationswärme zu weiterer Erwärmung der Kondensationsflächen. Die Oberflächentemperatur wird nicht durch die Temperatur der Kaltfläche allein, sondern auch durch die Temperatur des schon auf die Kaltfläche aufgefrorenen Gases bestimmt. Die an der zweiten Stufe (7) des Kaltkopfes befestigten Kaltflächen (8) sind auf der Innenseite mit Aktivkohle beschichtet, um schwer kondensierbare Gase durch Kryosorption pumpen zu können (siehe 2.1.9.4).

Abb. 2.68  
Aufbau einer Refrigerator-Kryopumpe (schematisch)

#### 2.1.9.4 Bindung von Gasen an Kaltflächen

Die Wärmeleitfähigkeit der kondensierten (festen) Gase ist sehr stark von der Struktur und damit von der Entstehung des Kondensates abhängig. Es sind Schwankungen der Wärmeleitung um einige Zehner-Potenzen möglich! Mit wachsender Kondensatdicke nimmt der Wärmewiderstand und damit die Oberflächentemperatur zu und folglich das Saugvermögen ab. Als Nennsaugvermögen wird der Maximalwert der frisch regenerierten Pumpe angegeben. Die Bindung der verschiedenen Gase in der Kryopumpe erfolgt in drei Schritten: Zunächst trifft das Gemisch aus Gasen und Dämpfen auf das Baffle, dessen Temperatur bei etwa 80 K liegt. Hier werden vor allem  $\text{H}_2\text{O}$  und  $\text{CO}_2$  kondensiert. Die übrigen Gase durchdringen das Baffle und stoßen auf die Außenseite der  $\approx 10 \text{ K}$  kalten Kondensationsfläche der zweiten Stufe. Dort werden Gase wie  $\text{N}_2$ ,  $\text{O}_2$  oder  $\text{Ar}$  kondensieren. Übrig bleiben nur  $\text{H}_2$ ,  $\text{He}$  und  $\text{Ne}$ . Diese können auf den Kondensationsflächen nicht gepumpt werden und

gelangen nach einigen Stößen mit dem Strahlenschutz auf die Innenseite dieser Flächen, die mit einem Adsorbat belegt sind (Kryosorptionsflächen), und werden dort durch Kryosorption gebunden. Deshalb werden für die Betrachtung der Kryopumpe die Gase in drei Gruppen eingeteilt, je nach dem bei welcher der in der Kryopumpe »anstehenden« Temperaturen ihr Sättigungsdampfdruck unter  $10^{-9}$  mbar fällt:

## 1. Gruppe:

$p_s < 10^{-9}$  mbar bei  $T \approx 77\text{K}$  ( $\text{LN}_2$ ):  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CO}_2$

## 2. Gruppe:

$p_s < 10^{-9}$  mbar bei  $T \approx 20\text{K}$ :  $\text{N}_2$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{Ar}$

## 3. Gruppe:

$p_s < 10^{-9}$  mbar bei  $T < 4,2\text{K}$ :  $\text{H}_2$ ,  $\text{He}$ ,  $\text{Ne}$

Wir unterscheiden verschiedene Bindungsmechanismen an Kaltflächen:

**Kryokondensation** ist die physikalische, reversible Bindung von Gasmolekülen durch Van der Waals'sche Kräfte auf hinreichend kalten *arteigenen* Unterlagen. Die Bindungsenergie ist gleich der Verdampfungsenthalpie der festen Phase des gebundenen Gases an der Oberfläche und nimmt daher mit steigender Kondensatdicke entsprechend dem ebenfalls steigenden Dampfdruck ab. **Kryosorption** ist die physikalische, reversible Bindung von Gasmolekülen durch Van der Waals'sche Kräfte an hinreichend kalten *artfremdem* Unterlagen. Die Bindungsenergie ist gleich der Adsorptionswärme, die größer als die Verdampfungswärme ist. Sobald eine Monoschicht gebildet wurde, treffen die nachfolgenden Moleküle auf eine artige Unterlage (Sorbat) und der Prozeß geht in Kryokondensation über. Die niedrigere Bindungsenergie für Kryokondensation verhindert ein weiteres Anwachsen der Kondensatschicht, wodurch die Kapazität für adsorbierte Gase begrenzt ist. Die verwendeten Adsorbentien, wie Aktivkohle, Kieselgel, Tonerdegel und Molekularsieb haben jedoch eine poröse Struktur mit sehr großen spezifischen Oberflächen von etwa  $10^6 \text{ m}^2/\text{kg}$ . Unter **Kryotrapping** versteht man den Einbau eines tiefsiedenden, schwerpumpbaren Gases, z.B. Wasserstoff, in eine Matrix eines höfersiedenden und leichter pumpbaren Gases wie beispielsweise  $\text{Ar}$ ,  $\text{CH}_4$  oder  $\text{CO}_2$ . Bei gleicher Temperatur hat das Mischkondensat einen um Zehnerpotenzen niedrigeren Sättigungsdampfdruck als das reine Kondensat des tiefsiedenden Gases.

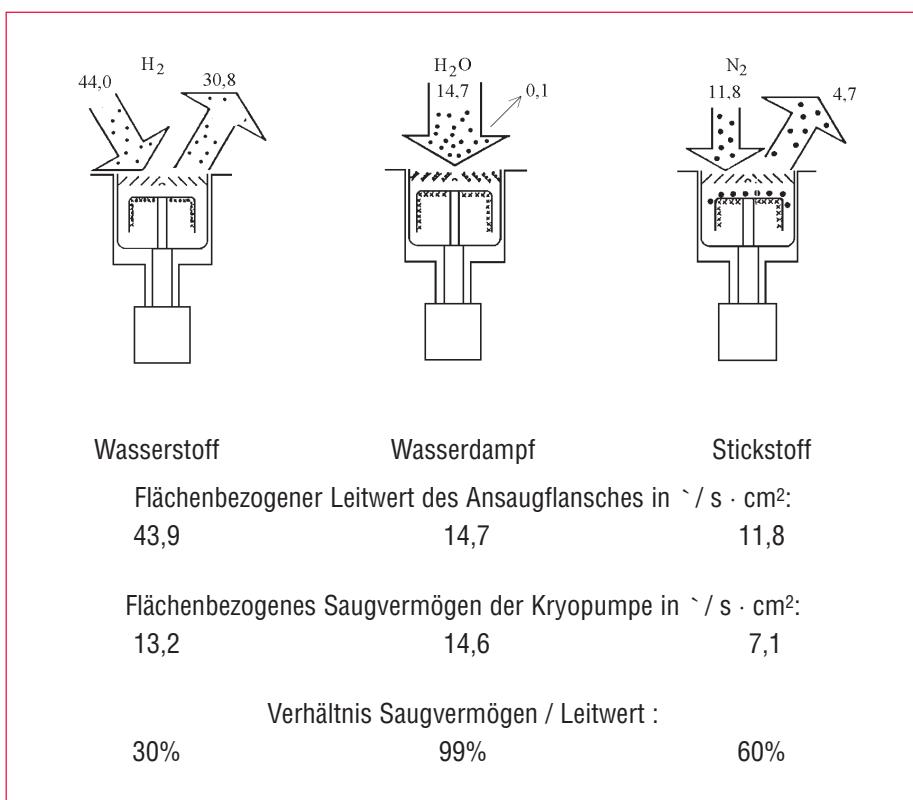


Abb 2.69  
Kaltflächen – Temperatur und Lage bestimmen die Wirksamkeit in der Kryopumpe

## 2.1.9.5 Saugvermögen und Lage der Kaltflächen

Unter Berücksichtigung sowohl der Lage der jeweiligen Pumpfläche in der Kryopumpe, also des Leitwertes vom Vakuumflansch bis zu dieser Fläche, als auch der subtraktiven Pumpfolge (was schon am Baffle kondensiert wurde, kann nicht mehr auf die Kondensationsflächen der zweiten Stufe treffen und dort Kapazität blockieren) ergibt sich das in Abb. 2.69 dargestellte Bild.

Die auf die Pumpe einfallenden Teilchenströme ergeben nach Gleichung 2.29a mit  $T = 293 \text{ K}$  die berechneten Werte für das flächenbezogene, theoretische Saugvermögen. Die unterschiedlichen Saugvermögen sind für drei repräsentative Gase  $\text{H}_2$ ,  $\text{N}_2$  und  $\text{H}_2\text{O}$  aus den drei erwähnten Gruppen zusammengefaßt. Da Wasserdampf auf der gesamten Eintrittsfläche der Kryopumpe gepumpt wird, entspricht das gemessene Saugvermögen für Wasserdampf fast dem Wert des für den Ansaugflansch der Kryopumpe berechneten theoretischen Saugvermögens. Dagegen muß  $\text{N}_2$  zunächst das Baffle überwinden, bevor er auf der Kryokondensationsfläche gebunden werden kann. Je nach Ausbildung

des Baffles werden 30 bis 50 Prozent der  $\text{N}_2$ -Moleküle reflektiert.  $\text{H}_2$  erreicht noch später, erst nach weiteren Wandstößen im Inneren der Pumpe und der damit verbundenen Abkühlung des Gases, die Kryosorptionsflächen. Bei optimaler Pumpflächenauslegung und guter Kontaktierung der Aktivkohle kann bis zu 50 Prozent des  $\text{H}_2$  gebunden werden, der das Baffle überwunden hat. Wegen der begrenzten Erreichbarkeit der pumpenden Flächen und der Abkühlung des Gases im Inneren der Pumpe durch Wandstöße noch vor Erreichen der jeweiligen Pumpfläche erreicht das gemessene Saugvermögen für diese beiden Gase nur einen Bruchteil des flächenbezogenen, theoretischen Saugvermögens. Der nicht gepumpte Teil wird hauptsächlich am Baffle reflektiert. Außerdem ist die Adsorptionswahrscheinlichkeit für  $\text{H}_2$  auf den verschiedenen Adsorbentien unterschiedlich und  $< 1$ , während die Wahrscheinlichkeit der Kondensation für Wasserdampf und  $\text{N}_2 \approx 1$  ist.

Aus der Bemessung der Größe der drei Flächen (Baffle, Kondensationsfläche an der Außenseite der zweiten Stufe und der Sorptionsfläche auf der Innenseite der zweiten Stufe) resultieren drei unterschiedliche Ka-

pazitäten oder Fassungsvermögen für die dort pumpbaren Gase. Bei der Konstruktion einer Kryopumpe wird normalerweise von einer mittleren Gaszusammensetzung (Luft) ausgegangen, die naturgemäß nicht für alle Vakuumprozesse (z.B. Sputter-Prozesse) die richtige Kombination ist. Siehe 2.1.9.6 »Teilweises oder partielles Regenerieren«.

### 2.1.9.6 Kenngrößen einer Kryopumpe

Als Kenngrößen einer Kryopumpe bezeichnet man (in alphabetischer Reihenfolge) vor allem:

- Abkühlzeit
- Cross-over-Wert
- Enddruck
- Kapazität
- Kälteleistung und Nettokälteleistung
- Regenerierzeit
- Saugleistung und maximaler  $p_v$ -Strom
- Saugvermögen
- Standzeit / Betriebsdauer
- Startdruck

**Abkühlzeit:** Die Abkühlzeit von Kryopumpen ist die Zeitspanne von Inbetriebnahme bis zum Einsetzen der Pumpwirkung. Bei Refrigerator-Kryopumpen wird als Abkühlzeit die Zeit angegeben, die für die Abkühlung der zweiten Kaltkopf-Stufe von 293 K auf 20 K erforderlich ist.

**Crossover-Wert:** Der Crossover-Wert ist eine Kenngröße der eingekühlten Refrigerator-Kryopumpe. Er ist von Bedeutung, wenn die Pumpe über ein HV/UHV-Ventil an die Vakuumkammer angeschlossen ist. Der Crossover-Wert ist die auf  $T_n=293$  K bezogene Gasmenge, welche die Vakuumkammer zum Zeitpunkt des Öffnens des Ventils maximal enthalten darf, damit die Temperatur der Pumpflächen durch den kurzzeitigen Gasanfall beim Öffnen des Ventils nicht über 20 K ansteigt. Der Crossover-Wert wird meist als  $pV$ -Wert in mbar ·  $\text{m}^3$  angegeben.

Aus dem Crossover-Wert und dem Kamervolumen  $V$  ergibt sich der Crossover-Druck  $p_c$ , auf den die Vakuumkammer vorvakuiert werden muß, bevor das Ventil zur Pumpe geöffnet wird. Als Richtwert gilt:

$$p_c \leq \frac{35}{V} \cdot \dot{Q}_2(20K) \text{ mbar} \quad (2.27)$$

$V$  = Volumen der Vakuumkammer ( $\text{m}^3$ ),  
 $\dot{Q}_2(20K)$  = Netto-Kälteleistung in Watt,

$T_K$ (K)	Enddruck (nach Gleichung 2.28)	Enddruck (mbar) $H_2$	Enddruck (mbar) $N_2$
2,5	$10,95 \cdot p_s$	$3,28 \cdot 10^{-14}$	unmeßbar klein
4,2	$8,66 \cdot p_s$	$4,33 \cdot 10^{-9}$	unmeßbar klein
20	$3,87 \cdot p_s$	$3,87 \cdot 10^{+3}$	$3,87 \cdot 10^{-11}$

Tabelle 2.6  
Enddrücke bei einer Wandtemperatur von 300 K

die an der zweiten Stufe des Kaltkopfes bei 20 K zur Verfügung steht.

**Enddruck  $p_{\text{end}}$ :** Für den Fall der Kryokondensation (siehe Abschnitt 2.1.9.4) ergibt sich der Enddruck zu:

$$p_{\text{end}} = p_s(T_K) \cdot \sqrt{\frac{T_G}{T_K}} \quad (2.28)$$

$p_s$  ist der Sättigungsdampfdruck des oder der zu pumpenden Gase bei der Temperatur  $T_K$  der Kaltfläche und  $T_G$  die Gasttemperatur (Wandtemperatur in der Umgebung der Pumpfläche).

**Beispiel:** Mit Hilfe der Dampfdruckkurven in Abb. 9.15 für  $H_2$  und  $N_2$  ergeben sich die in Tabelle 2.6 zusammengestellten Enddruckwerte mit  $T_G = 300$  K.

Die Tabelle zeigt, daß für Wasserstoff bei Temperaturen von  $T < 3$  K bei einer Gasttemperatur von  $T_G = 300$  K (wenn also die Kaltfläche der Wärmestrahlung der Wand ausgesetzt ist) hinreichend niedrige Enddrücke erreichbar sind. Die theoretischen Enddrücke stellen sich jedoch in der Praxis wegen verschiedener Störfaktoren wie Desorption von der Wand und Leckage nicht ein.

**Kapazität  $C$  (mbar ·  $\text{m}^3$ ):** Die Kapazität einer Kryopumpe für ein bestimmtes Gas ist diejenige Gasmenge ( $pV$ -Wert bei  $T_n=293$  K), die von den Pumpflächen gebunden werden kann, bevor das Saugvermögen der Pumpe für diese Gasart  $G$  auf unter 50 Prozent seines Anfangswertes abfällt.

Die Kapazität für Gase, die durch *Kryosorption* gepumpt werden, wird durch die Menge und Beschaffenheit des Sorptionsmittels bestimmt; sie ist *druckabhängig* und im allgemeinen um mehrere Größenordnungen kleiner als die *druckunabhängige* Kapazität für jene Gase, die durch *Kryokondensation* gepumpt werden.

**Kälteleistung  $\dot{Q}$  (W):** Die Kälteleistung einer Kältequelle bei einer Temperatur  $T$

gibt an, welche externe thermische Belastung die Kältequelle auf diese Temperatur erwärmt. Bei Refrigeratoren ist man über eingekommen, für einstufige Kaltköpfe die Kälteleistung bei 80 K und für zweistufige die Kälteleistung der ersten Stufe bei 80 K und der zweiten Stufe bei 20 K bei gleichzeitiger thermischen Belastung beider Stufen anzugeben. Die thermische Belastung wird bei der Messung der Kälteleistung durch elektrische Heizungen erzeugt. Die Kälteleistung eines Kaltkopfes hat ihren höchsten Wert bei Raumtemperatur, ihren niedrigsten (Null) bei Endtemperatur.

**Netto-Kälteleistung  $\dot{Q}$  (W):** Bei Refrigerator-Kryopumpen ist die bei den üblichen Betriebstemperaturen ( $T_1 < 80$ ,  $T_2 < 20$  K) zur Verfügung stehende Netto-Kälteleistung maßgebend für Saugleistung und Crossover-Wert. Die Netto-Kälteleistung ist – abhängig von der Konfiguration der Pumpe – wesentlich geringer als die Kälteleistung des verwendeten Kaltkopfes ohne Pumpe.

**pV-Strom** siehe 1.1

**Regenerierzeit:** Als gasbindende Vakuumpumpe muß die Kryopumpe nach einer gewissen Betriebszeit regeneriert (gereinigt) werden. Unter Regenerieren versteht man das Entfernen von kondensierten und adsorbierten Gasen von den Pumpflächen durch Erwärmen. Das Regenerieren kann total (vollständig) oder nur partiell (teilweise) erfolgen und unterscheidet sich in erster Linie durch die Art und Weise des Erwärmens der Pumpflächen.

Beim **Totalregenerieren** unterscheidet man:

1. **Natürliches Aufwärmen:** Nach Ausschalten des Kompressors erwärmen sich die Kryoflächen zunächst durch Wärmeleitung sehr langsam und danach zusätzlich durch die freiwerdenden Gase.

2. **Spülgasmethode:** Die Kryopumpe wird durch Einlaß eines warmen Spülgases aufgewärmt.

3. Elektrische Heizer: Die Kaltflächen der Kryopumpe werden durch elektrische Heizer an der ersten und zweiten Stufe erwärmt. Die freiwerdenden Gase werden entweder durch ein Überdruckventil abblasen (Spülgasmethode) oder durch mechanische Vorvakumpumpen abgepumpt. Die Regenerierzeiten liegen je nach Pumpengröße bei mehreren Stunden.

**Teilweises oder partielles Regenerieren:** Da die Begrenzung der Standzeit einer Kryopumpe in den meisten Anwendungen durch die Kapazitätsgrenze der an der zweiten Stufe gepumpten Gase Stickstoff, Argon und Wasserstoff bestimmt wird, ist es oft ausreichend, nur diese Stufe zu regenerieren. Der Wasserdampf wird während dem partiellen Regenerieren auf dem Baffle festgehalten. Dazu muß die erste Stufe unter 140 K gehalten werden, da sonst der Wasserdampfpartialdruck zu hoch wird, so daß Wassermoleküle das Adsorbat auf der zweiten Stufe verunreinigen würden.

LEYBOLD hat 1992 als erster Kryopumpenhersteller ein Verfahren entwickelt, mit dem eine solche partielle Regenerierung möglich ist. Diese **Fast Regeneration** ist microprozessorgesteuert und erlaubt die partielle Regenerierung einer Kryopumpe in etwa 40 Minuten im Vergleich zu 6 Stunden bei Totalregenerierung mit der Spülgasmethode. Abb. 2.70 zeigt eine Gegenüberstellung typischer Zyklen für totales und für partielles Regenerieren. Der Zeitgewinn durch das *Fast Regeneration* System ist deutlich zu erkennen. In der Produktion hat man für typische Sputterprozesse etwa mit einer Totalregeneration nach 24 partiellen Regenerationen zu rechnen.

**Saugleistung und Maximaler pV-Strom (mbar · s):** Die Saugleistung einer Kryopumpe für ein bestimmtes Gas ist durch den pV-Strom des Gases G durch die Ansaugöffnung der Pumpe gegeben:

$$Q_G = q_{pV,G}; \quad \text{es gilt die Beziehung}$$

$$Q_G = p_G \cdot S_G \quad \text{mit}$$

$p_G$  = Ansaugdruck,  
 $S_G$  = Saugvermögen für Gas G

Der maximal mögliche pV-Strom, bei dem die Pumpflächen im **Dauerbetrieb** auf  $T \approx 20$  K erwärmt werden, hängt von der Netto-Kälteleistung der Pumpe bei dieser Temperatur und von der Gasart ab. Bei Re-

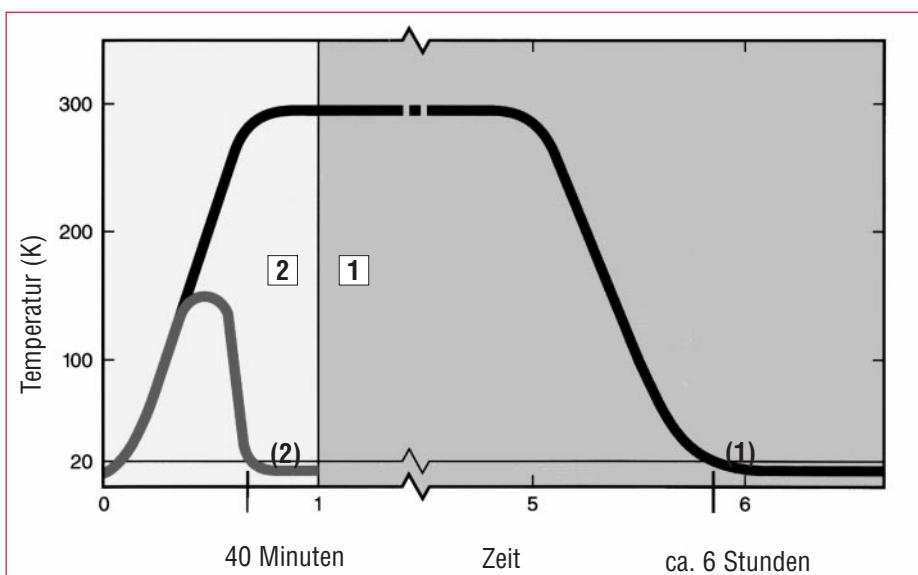


Abb. 2.70  
Gegenüberstellung von totalem (1) und partiellem (2) Regenerieren

frigerator-Kryopumpen gilt für kondensierbare Gase als Richtwert:

$$Q_{\max} = 2,3 \dot{Q}_2 (20 \text{ K}) \text{ mbar} \cdot \text{s}$$

Dabei ist  $\dot{Q}_2 (20 \text{ K})$  die an der 2. Stufe des Kaltkopfes bei 20 K zur Verfügung stehende Netto-Kälteleistung in Watt. Im **Kurzzeitbetrieb** ist ein höherer pV-Strom zulässig (siehe Crossover-Wert).

**Saugvermögen  $S_{th}$ :** Für das (theoretische) Saugvermögen einer Kryopumpe gilt

$$S_{th} = A_K \cdot S_A \cdot \alpha \cdot \left( 1 - \frac{p_{end}}{p} \right) \quad (2.29)$$

$A_K$  Größe der Kaltfläche

$S_A$  flächenbezogenes Saugvermögen (Flächenstoßrate nach Gleichung 1.17 und 1.20, proportional der mittleren Geschwindigkeit der Gasteilchen in Richtung Kaltfläche)

$\alpha$  Kondensations-(Pump-)wahrscheinlichkeit

$p_{end}$  Enddruck (siehe oben)

$p$  Druck im Rezipienten

mit

$$S_A = \frac{\bar{c}}{4} = \sqrt{\frac{R \cdot T_G}{2 \cdot \pi \cdot M}} = 3,65 \sqrt{\frac{T_G}{M}} \text{ l/s} \cdot \text{cm}^2$$

$T_G$  ... Gastemperatur in K,  
 $M$  ... molare Masse

In der Tabelle 2.7 ist nach Gleichung 2.29a das flächenbezogene Saugvermögen  $S_A$  in  $\text{l} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$  für einige Gase für zwei verschiedene Gastemperaturen  $T_G$  in K angegeben. Die Tabellenwerte stellen Grenzwerte dar. In der Praxis ist nämlich die Bedingung des nahezu ungestörten Gleichgewichtes (kleine Kaltflächen gegenüber großen Behälterwänden) häufig nicht gegeben, weil zur Erzielung kurzer Pumpzeiten und eines guten Endvakuum groÙe Kaltflächen vorhanden sein müssen. Abweichungen ergeben sich auch, wenn die Kaltfläche mit einem gekühlten Baffle umgeben ist, an dem die Geschwindigkeit der durchtretenden Gasteilchen durch Abkühlung bereits reduziert wird.

**Standzeit / Betriebsdauer  $t_{op}$  (s):** Die Betriebsdauer einer Kryopumpe für ein bestimmtes Gas wird festgelegt durch die Beziehung:

$$C_G = \int_0^{t_{op,G}} Q_G(t) dt \quad \text{mit}$$

$C_G$  = Kapazität der Kryopumpe für das Gas G  
 $Q_G(t)$  = Saugleistung der Kryopumpe für das Gas zum Zeitpunkt t

Zeichen	Substanz	M Molare Masse	$S_A$	$S_A$	$T_s$	Triepunkt (= Schmelzpunkt)	
			g/mol	$\text{m}^2/\text{s}$	$\text{m}^2/\text{s}$	K	K
H <sub>2</sub>	Wasserstoff	2,016	43,88	22,93	20,27	13,80	70,4
He	Helium	4,003	31,14	16,27	4,222	2,173	50,52
CH <sub>4</sub>	Methan	4,003	15,56	8,13	111,67	90,67	116,7
H <sub>2</sub> O	Wasser	18,015	14,68	—	373,15	273,16	6,09
Ne	Neon	20,183	13,87	7,25	27,102	24,559	433,0
CO	Kohlenmonoxid	28,000	11,77	6,15	81,67	68,09	153,7
N <sub>2</sub>	Stickstoff	28,013	11,77	6,15	77,348	63,148	126,1
	Luft	28,96	11,58	6,05	≈ 80,5	≈ 58,5	—
O <sub>2</sub>	Sauerstoff	31,999	11,01	5,76	90,188	54,361	1,52
Ar	Argon	39,948	9,86	5,15	87,26	83,82	687,5
Kr	Krypton	83,80	6,81	3,56	119,4	115,94	713,9
Xe	Xenon	131,3	5,44	2,84	165,2	161,4	

Tabelle 2.7 (siehe Text)

Sofern der zeitliche konstante Mittelwert der Saugleistung  $\overline{Q_G}$  bekannt ist, ergibt sich für

$$t_{\text{op},G} = \frac{C_G}{\overline{Q_G}} = \frac{C_G}{\overline{p}_G \cdot S_G} \quad (2.30)$$

Nach Ablauf der Betriebsdauer  $t_{\text{op},G}$  muß die Kryopumpe bezüglich der Gasart G regeneriert werden.

**Startdruck  $p_0$ :** Eine Kryopumpe kann im Prinzip auch bei Atmosphärendruck im Vakuumbehälter gestartet werden. Dies ist jedoch aus mehreren Gründen unzweckmäßig. Solange die mittlere freie Weglänge der Gasteilchen kleiner ist als die Abmessungen des Rezipienten ( $p > 10^{-3}$  mbar), ist die Wärmeleitung durch das Gas so groß, daß sich eine unzulässig große Wärmezufluhr zur Kaltfläche ergibt. Darüber hinaus würde sich bereits beim Start auf der Kaltfläche eine relativ dicke Kondensatschicht bilden. Die für die eigentliche Betriebsphase zur Verfügung stehende Kapazität der Kryopumpe wäre damit merklich verringert. Vor allem würde das Gas (meistens Luft) hauptsächlich auf dem Adsorbat gebunden werden, weil die Bindungsenergie dazu niedriger ist als auf den Kondensationsflächen. Damit würde die begrenzte Kapazität für Wasserstoff noch mehr verringert werden. Es empfiehlt sich, Kryopumpen für den Hoch- und Ultrahochvakumbereich unter Einsatz einer Vorvakumpumpe erst bei Drücken  $p < 5 \cdot 10^{-2}$  mbar zu starten. Die Vorpumpe kann nach Erreichen des Startdruckes abgeschaltet werden.

## 2.2 Auswahl des Pumpverfahrens

### 2.2.1 Übersicht über die gebräuchlichsten Vakuumverfahren

Seit Anfang der 50er Jahre hat die Vakuumtechnik eine stürmische Entwicklung genommen. In der Forschung und in den meisten Industriezweigen ist sie heute nicht mehr wegzudenken.

Den vielen Anwendungsgebieten entsprechend ist auch die Zahl der verfahrenstechnischen Vakuumprozesse außerordentlich umfangreich. Diese können im Rahmen dieses Heftes nicht beschrieben werden, da sich die vorliegenden Berechnungsgrundlagen vor allem auf die Pumpprozesse, nicht aber auf das sich im Rezipienten abspielende Verfahren beziehen. Eine Übersicht über die wichtigsten vakuumentechnischen Verfahren und über die Druckgebiete, in denen diese Verfahren vorzugsweise durchgeführt werden, ist in den Diagrammen (siehe Abb. 2.71 und 2.72) gegeben.

Die eigentlichen Pumpprozesse all dieser Verfahren lassen sich generell in zwei Kategorien einteilen, in trockene und nasse Vakuum-Prozesse, d.h. also in Prozesse, bei denen keine nennenswerten Dampfanteile abgepumpt werden müssen, und solche, bei denen Dämpfe (meist Wasserdampf oder organische Dämpfe) anfallen. Der wesentliche Unterschied zwischen diesen beiden Arten sei kurz beschrieben:

**Bei trockenen Prozessen wird meist in einem eng begrenzten Druckbereich gearbeitet.** Gewöhnlich wird ein dem Ver-

fahren angemessenes Vakuum erzeugt, bevor der eigentliche Arbeitsprozeß beginnt, der bei diesem charakteristischen Druck abläuft. Dieses geschieht beispielsweise in Aufdampf-, Elektronenschweiß- und Kristallzieh-Anlagen und in Teilchenbeschleunigern, Massenspektrometern, und Elektronenmikroskopen.

Es gibt ferner trockene Prozesse, bei denen die Entgasung im Vakuum selbst der eigentliche verfahrenstechnische Prozeß ist, wie z.B. bei Induktions- und Lichtbogenöfen, bei Stahlentgasungsanlagen und bei Anlagen zur Herstellung von Reinstmetallen und Elektronenröhren.

**Bei nassen Prozessen wird meist in einem vorgeschriebenen Arbeitsgang ein weiter Druckbereich durchlaufen.** Dies ist besonders wichtig bei der Trocknung festiger Stoffe. Wird nämlich hierbei vorzeitig bei einem zu niedrigen Druck gearbeitet, so trocknen die obersten Schichten zu schnell aus. Dadurch wird der Wärmekontakt zur zu verdampfenden Feuchtigkeit schlechter und die Trocknungszeit wird erheblich verlängert. Zu dieser Kategorie gehören vor allem Trocknungsprozesse, die in Trocknungs-, Imprägnier- und Gefriertrocknungs-Anlagen durchgeführt werden.

Beim Wasserdampfentzug flüssiger Substanzen oder bei deren Destillation, also speziell in Entgasungskolonnen, Abfüll- und Gießharzanlagen, sowie in Molekulardestillations-Anlagen, ist außerdem die Erzeugung einer möglichst großen Flüssigkeitsoberfläche wichtig. **Bei allen nassen Prozessen ist die Zufuhr der zur Verdampfung der Feuchtigkeit notwendigen Wärme von entscheidender Bedeutung.**

Auf grundlegende Pumpverfahren wird in den folgenden Absätzen eingegangen. Bei speziellen Fragen sollte man sich an eine Fachabteilung von LEYBOLD wenden. Für jedes Fachgebiet stehen dort Spezialisten mit langjährigen Erfahrungen zur Verfügung.

### Einteilung typischer Vakuumverfahren und -Anlagen nach den Druckbereichen

Grofvakuum: 1013 mbar – 1 mbar

- Trocknung, Destillation, Stahlentgasung

Feinvakuum: 1 –  $10^{-3}$  mbar

- Molekulardestillation, Getriertrocknung, Imprägnieren, Schmelz- und Gießöfen, Lichtbogenöfen

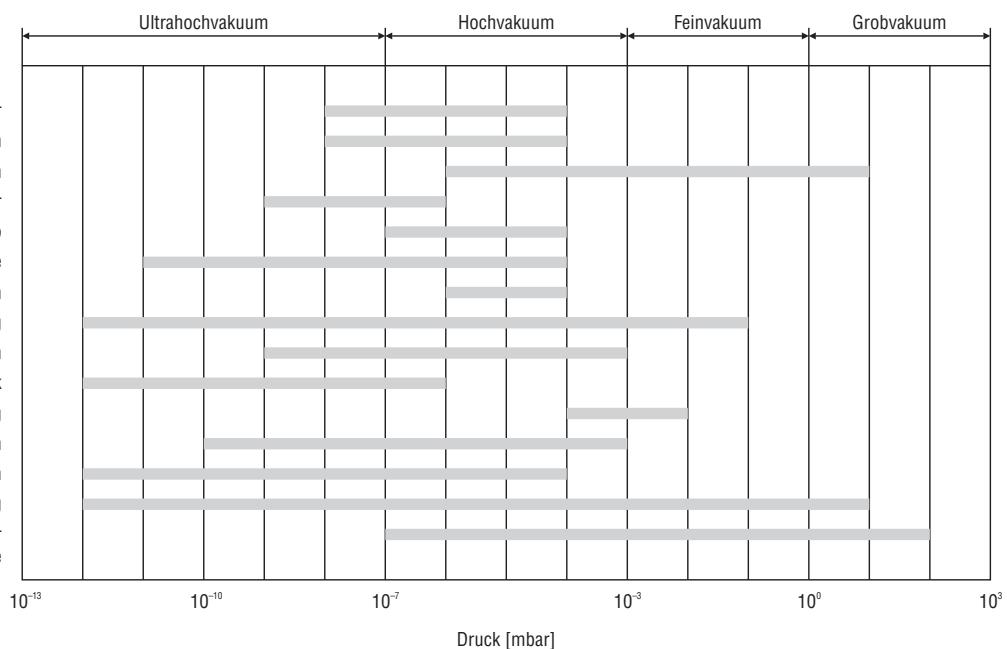


Abb. 2.71  
Druckgebiete ( $p < 1000$  mbar) physikalischer und chemischer Untersuchungsmethoden

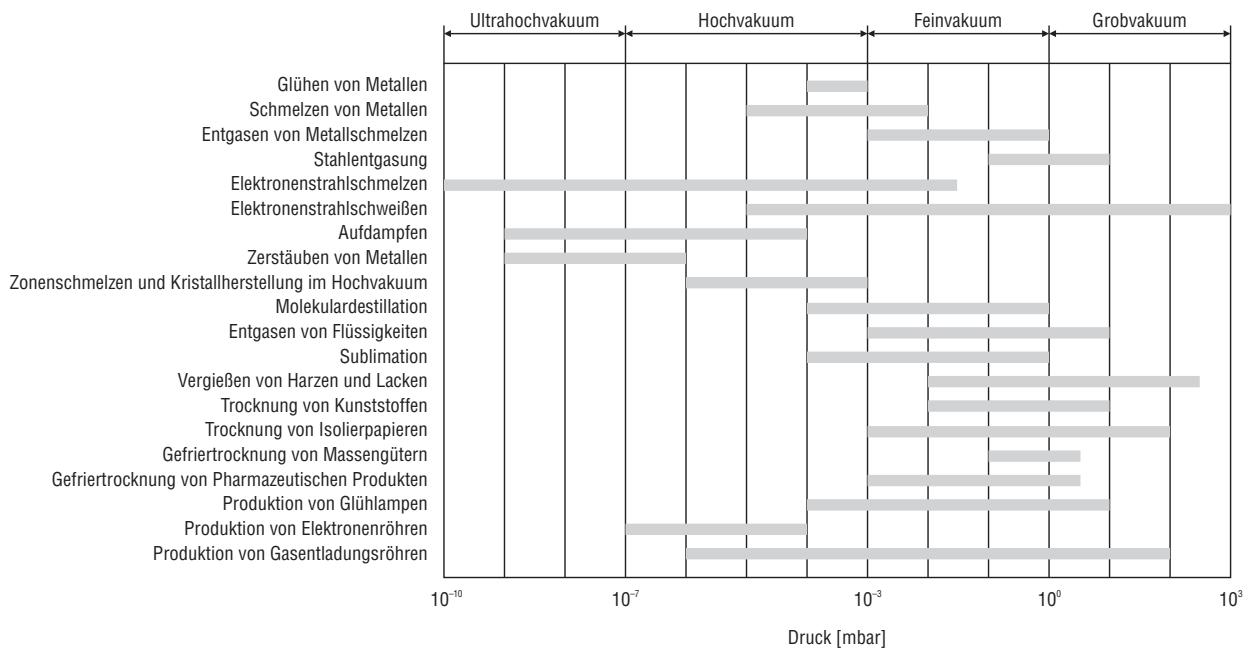


Abb. 2.72  
Druckgebiete industrieller Vakuumverfahren

Hochvakuum:  $10^{-3} - 10^{-7}$  mbar

- Aufdampfen, Kristallziehen, Massenspektrometer, Röhrenproduktion, Elektronenmikroskopie, Elektronenstrahlanlagen, Teilchenbeschleuniger
- Ultrahochvakuum:  $< 10^{-7}$  mbar
- Kernfusion, Speicherringe bei Beschleunigern, Weltraumforschung, Oberflächenphysik.

## 2.2.2 Abpumpen von Gasen (trockene Prozesse)

Bei trockenen Prozessen, bei denen ein nicht kondensierbares Gasgemisch (z.B. Luft) abgesaugt werden soll, wird die zu verwendende Pumpe eindeutig durch den geforderten Arbeitsdruck und die abzusaugende Gasmenge charakterisiert. Die Auswahl nach dem Arbeitsdruck wird in diesem Abschnitt erläutert. Die Auswahl

nach der geforderten Saugleistung behandelt Abschnitt 2.3.

Jede der verschiedenen Pumpentypen hat einen charakteristischen Arbeitsbereich, in dem sie einen besonders hohen Wirkungsgrad besitzt. Deshalb werden im folgenden zu den einzelnen Druckbereichen die in ihnen am vorteilhaftesten zu verwendenden Pumpen genannt. Bei jedem trockenen Vakuumprozeß muß zunächst

der Rezipient evakuiert werden. Die hierfür zu verwendenden Pumpentypen können dabei durchaus von denen verschieden sein, die bei einem sich unter einem bestimmten Arbeitsdruck abspielenden Prozeß optimal zu verwenden sind. Die Auswahl sollte in jedem Fall unter besonderer Berücksichtigung desjenigen Druckbereiches getroffen werden, in dem sich der Arbeitsprozeß überwiegend abspielt.

**a) Grobvakuum-Bereich (1013 – 1 mbar)**  
Der eigentliche Arbeitsbereich der im Abschnitt 2 beschriebenen Rotationsverdrängerpumpen liegt unterhalb 80 mbar. Bei höheren Drücken haben diese Pumpen eine sehr hohe Leistungsaufnahme (siehe Abb. 2.11) und einen recht hohen Ölverbrauch (siehe Abschnitt 8.3.1.1). Sollten daher bei Drücken oberhalb 80 mbar im Dauerbetrieb Gase abgepumpt werden, so sollte man vor allem aus wirtschaftlichen Gründen bevorzugt Strahlsauger, Wasserringpumpen, andere Flüssigkeitsringvakuumpumpen oder trocken laufende Vielschieberpumpen verwenden. Dreh- und Sperrschieberpumpen sind speziell geeignet, um Vakuumbehälter von Atmosphärendruck an bis auf Drücke unterhalb 80 mbar auszupumpen, um dann im Dauerbetrieb bei niedrigen Drücken zu arbeiten. Fallen bei Ansaugdrücken unterhalb 40 mbar große Gasmengen an, so ist das Vorschalten einer Wälzkolbenpumpe zu empfehlen. Bei dem für den betreffenden Pumpprozeß erforderlichen Saugvermögen kann dann eine wesentlich kleinere Dreh- bzw. Sperrschieberpumpe verwendet werden.

**b) Feinvakuum-Bereich (1 – 10<sup>-3</sup> mbar)**  
Will man einen Vakuumbehälter lediglich auf Drücke im Feinvakumbereich evakuiieren, etwa um den für Diffusions- oder Ionen-Zerstäuberpumpen erforderlichen Vorvakuumdruck zu erzeugen, so genügen einstufige Rotationsverdrängerpumpen für Drücke bis zu 10<sup>-1</sup> mbar, zweistufige für Drücke bis zu etwa 10<sup>-3</sup> mbar. Wesentlich schwieriger ist es, den geeigneten Pumpentyp auszuwählen, wenn sich im Feinvakumbereich Prozesse abspielen, bei denen laufend Gase oder Dämpfe anfallen und abgepumpt werden müssen. In diesem Zusammenhang sei ein wichtiger Hinweis gegeben: In der Nähe des erreichbaren Enddruckes nimmt das Saugvermögen aller Rotationsverdrängerpumpen rasch ab. Als unterste Grenze des normalen Druck-Arbeitsbereiches dieser Pumpen sollte daher

derjenige Druck angenommen werden, bei dem das Saugvermögen noch etwa 50 % des Nennsaugvermögens beträgt.

**Zwischen 1 und 10<sup>-2</sup> mbar** haben beim Anfallen großer Gasmengen Wälzkolbenpumpen mit Rotationsverdrängerpumpen als Vorpumpen optimale Pumpeneigenschaften (siehe Abschnitt 2.1.3.1). Dabei genügt eine einstufige Rotationsverdrängerpumpe, wenn der Haupt-Arbeitsbereich oberhalb 10<sup>-1</sup> mbar liegt. Liegt er zwischen 10<sup>-1</sup> und 10<sup>-2</sup> mbar, so empfiehlt es sich, eine zweistufige Vorpumpe zu wählen. Unterhalb 10<sup>-2</sup> mbar nimmt das Saugvermögen von einstufigen Wälzkolbenpumpen in Kombination mit zweistufigen Rotationsverdrängerpumpen als Vorpumpen ab. **Zwischen 10<sup>-2</sup> und 10<sup>-4</sup> mbar** haben aber zweistufige Wälzkolbenpumpen (oder zwei hintereinander geschaltete einstufige Wälzkolbenpumpen) mit zweistufigen Rotationsverdrängerpumpen als Vorpumpen noch ein sehr hohes Saugvermögen. Andererseits ist dieser Druckbereich das eigentliche Arbeitsgebiet von Treibmittel-Dampfstrahlpumpen. Für Arbeiten in diesem Druckbereich sind sie die wirtschaftlichsten und in der Anschaffung billigsten Vakuumpumpen, die es gibt. Als Vorpumpen sind einstufige Rotationsverdrängerpumpen geeignet. Wenn auf sehr wenig Wartung und ventillosen Betrieb Wert gelegt wird (wenn also kleine Rezipienten in kurzen Taktzeiten auf etwa 10<sup>-4</sup> mbar gepumpt werden sollen oder wenn bei großen Rezipienten dieser Druck wartungsfrei über Wochen aufrechterhalten werden soll), so sind die bereits erwähnten zweistufigen Wälzkolbenpumpen mit zweistufigen Rotationsverdrängerpumpen als Vorpumpen die geeigneten Kombinationen. Eine solche Kombination arbeitet zwar nicht so wirtschaftlich wie die entsprechende Treibmittelpumpe, kann aber dafür viel länger wartungsfrei betrieben werden.

### c) Hochvakuum-Bereich (10<sup>-3</sup> bis 10<sup>-7</sup> mbar)

Der Druckbereich unterhalb 10<sup>-3</sup> mbar ist für den Einsatz von Diffusionspumpen sowie von Ionen-Zerstäuber- und Turbo-Molekularpumpen typisch. Schwankt der Arbeitsbereich während eines Prozesses, so müssen gegebenenfalls verschiedene Pumpsysteme an dem Rezipienten angebracht werden. Es gibt auch spezielle Diffusionspumpen, welche die typischen Eigenschaften einer Diffusionspumpe (nied-

riger Enddruck, hohes Saugvermögen im Hochvakuum-Bereich) mit den hervorstechenden Eigenschaften einer Dampfstrahlpumpe (hohe Saugleistung im Feinvakuum-Bereich, hohe Vorvakumbeständigkeit) verbinden. Liegt der Arbeitsbereich zwischen 10<sup>-2</sup> und 10<sup>-6</sup> mbar, so sind derartige Diffusionspumpen besonders zu empfehlen.

### d) Ultrahochvakuum-Bereich (< 10<sup>-7</sup> mbar)

Zur Erzeugung von Drücken im Ultrahochvakuum-Bereich werden in Kombinationen mit entsprechenden Vorpumpen, Diffusions-, Ionenzerstäuber-, Verdampferpumpen sowie Turbo-Molekular- und Kryopumpen verwendet. Welche dieser Pumpentypen für den betreffenden Ultrahochvakuumprozeß optimal geeignet ist, hängt von den unterschiedlichen Randbedingungen ab (siehe hierzu auch Abschnitt 2.5).

## 2.2.3 Abpumpen von Gasen und Dämpfen (Nasse Prozesse)

Beim Abpumpen von Dämpfen tritt neben die oben genannten zwei Bestimmungsgrößen (Arbeitsdruck und Saugleistung der Pumpen) noch ein dritter bestimmender Faktor hinzu, nämlich der – unter Umständen im Verlaufe des Prozesses stark veränderliche – Dampfpartialdruck. Er bestimmt maßgeblich die einzusetzende Pumpenanordnung. Deshalb sind hier neben den Rotationsverdrängerpumpen die im Abs. 2.1.5 beschriebenen Kondensatoren von großer Bedeutung. Diese haben ein besonders hohes Saugvermögen beim Abpumpen von Dämpfen. Im nächsten Abschnitt wird auf das Abpumpen von Wasserdampf (häufigster Fall) eingegangen. Die Überlegungen können sinngemäß auf andere, nicht aggressive Dämpfe übertragen werden.

### Abpumpen von Wasserdampf

Wasserdampf wird häufig mit Pumpen abgesaugt, die selbst mit Wasser oder Wasserdampf betrieben werden, z.B. mit Wasserringpumpen oder Wasserdampfstrahlsaugern. Dies ist oft nicht rationell, da die Wirtschaftlichkeit von Wasserdampfstrahlsaugern bei niedrigen Drücken meistens viel schlechter ist als die der Rotationspumpen. Wenn bei einem abzusaugenden Dampf-Gasgemisch der Dampfanteil hoch, der Luftanteil aber gering ist, kann der ge-

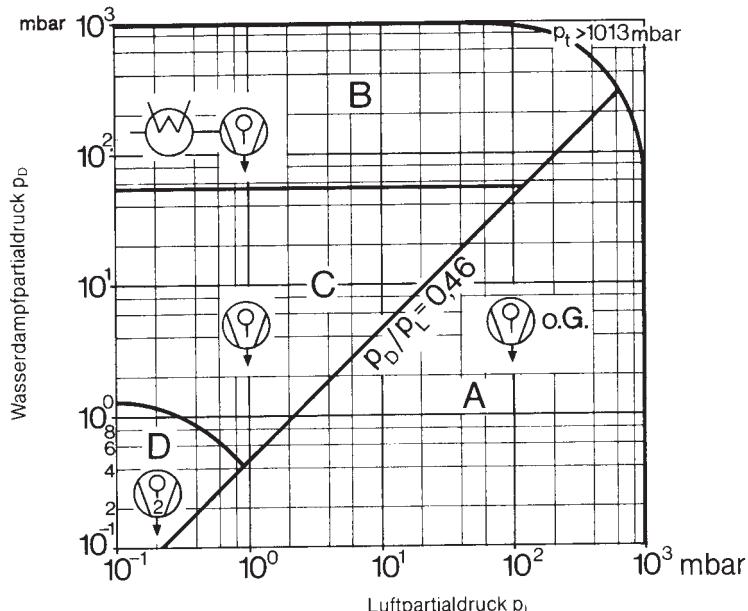


Abb. 2.73  
Einsatzgebiete von Gasballastpumpen und Kondensatoren beim Absaugen von Wasserdampf (o.G. = ohne Gasballast)

samte Dampf von Kondensatoren abgepumpt werden, während die anfallenden Permanentgase von relativ kleinen Gasballastpumpen abgesaugt werden (siehe Abschnitt 2.1.5).

Ein Vergleich sei genannt: Ein Pumpsatz, bestehend aus Wälzkolbenpumpe, Kondensator und Vorpumpe, der bei einem Ansaugdruck von 50 mbar stündlich 100 kg Dampf und 18 kg Luft fördern kann, hat einen Leistungsbedarf zwischen 4 und 10 kW (abhängig von der anfallenden Luftmenge). Ein Wasserdampfstrahlsauger gleicher Leistung hat hierfür einen mit der anfallenden Luftmenge nicht veränderlichen Bedarf von etwa 60 kW.

Zum Absaugen von Wasserdämpfen sind Gasballastpumpen und Kombinationen aus Gasballastpumpen, Wälzkolbenpumpen und Kondensatoren besonders geeignet.

### Abpumpen von Wasserdampf mit Gasballastpumpen

Entscheidend für die Beurteilung des richtigen Einsatzes der Gasballastpumpen ist, wie aus den Gleichungen 2.2 und 2.3 hervorgeht, das Verhältnis des Dampfpartialdruckes  $p_D$  zum Luftpartialdruck  $p_L$ . Ist die Wasserdampfverträglichkeit der Gasballastpumpe bekannt, so kann man gemäß dieser Gleichung ein Diagramm angeben, das in eindeutiger Weise den richtigen Einsatz von Gasballastpumpen zum Absaugen von Wasserdampf angibt (siehe Abb.

2.73). Große einstufige Sperrschieberpumpen haben im allgemeinen eine Betriebstemperatur von etwa 77°C und damit eine Wasserdampfverträglichkeit von ca. 60 mbar. Diese Größe wird für die Bestimmung der verschiedenen Einsatzgebiete in Abb. 2.73 zugrunde gelegt. Außerdem wird angenommen, daß der Druck im Auspuffstutzen der Gasballastpumpe maximal auf 1330 mbar ansteigen kann, bis das Auspuffventil öffnet.

### Gebiet A: Einstufige Sperrschieberpumpen ohne Gasballaststeinlaß.

Bei einem Sättigungsdampfdruck  $p_s$  von 419 mbar bei 77°C ergibt sich gemäß Gleichung 2.2 die Forderung, daß  $p_D < 0,46 p_L$  sein muß, mit

$$\begin{aligned} p_D &\quad \text{Wasserdampfpartialdruck} \\ p_L &\quad \text{Luftpartialdruck} \\ p_D + p_L &= p_{\text{tot}} \quad \text{Totaldruck} \end{aligned}$$

Diese Forderung ist gültig im gesamten Arbeitsbereich der einstufigen Sperrschieberpumpen, also bei Totaldrücken zwischen  $10^{-1}$  und 1013 mbar.

### Gebiet B: Einstufige Sperrschieberpumpen mit Gasballast und vorgeschaltetem Kondensator.

In diesem Gebiet übersteigt der Dampfpartialdruck auf der Ansaugseite den zulässigen Partialdruck. Der Gasballastpumpe muß also ein Kondensator vorgeschaltet werden, der in seiner Kondensationslei-

stung so dimensioniert ist, daß der Wasserdampfpartialdruck am Saugstutzen der Rotationspumpe den zulässigen Wert nicht übersteigt. Die richtige Dimensionierung des Kondensators richtet sich dabei nach der anfallenden Wasserdampfmenge. Näheres hierüber siehe Abschnitt 2.1.5 Bei einer Wasserdampfverträglichkeit von 60 mbar ergibt sich für die untere Grenze dieses Gebiets

$$p_D > 60 + 0,46 p_L \text{ mbar}$$

### Gebiet C: Einstufige Sperrschieberpumpen mit Gasballast.

Die untere Grenze von Gebiet C ist durch die Untergrenze des Arbeitsbereiches der Pumpe ( $p_{\text{tot}} = 1$  mbar) gekennzeichnet. Wenn in diesem Gebiet große Dampf Mengen anfallen, ist es oft wirtschaftlicher, einen Kondensator vorzuschalten: 20 kg Dampf haben bei 28 mbar ein Volumen von rund 1000 m<sup>3</sup>. Dieses Volumen mit einer Rotationspumpe abpumpen zu wollen, ist nicht sinnvoll. Als Faustregel kann gelten:

**Ein Kondensator sollte immer vorgeschaltet werden, wenn längere Zeit gesättigter Wasserdampf anfällt.**

Allerdings sollte bei niedrigen Ansaugdrücken zusätzlich eine Wälzkolbenpumpe vor den Kondensator geschaltet werden, wodurch die Kondensationsleistung wesentlich erhöht wird. Die Kondensationsleistung hängt nicht nur vom Dampfdruck ab, sondern auch von der Kühlmitteltemperatur. Daher kann bei niedrigen Dampfdrücken nur dann eine wirksame Kondensation erreicht werden, wenn die Kühlmitteltemperatur entsprechend niedrig gehalten wird. Bei Dampfdrücken unterhalb 6,5 mbar ist der Einsatz eines Kondensators beispielsweise nur dann sinnvoll, wenn die Kühlmitteltemperatur niedriger ist als 0°C. Oft wird bei niedrigen Drücken ein Gas-Dampf-Gemisch mit ungesättigtem Wasserdampf abgepumpt (siehe hierzu auch Abs. 2.1.5). Dann kann der Kondensator im allgemeinen entfallen.

### Gebiet D: Zweistufige Gasballastpumpen, Wälzkolbenpumpen, Dampfstrahlpumpen, je nachdem bei welchem Totaldruck sich der Prozeß abspielt.

Es muß hierbei nochmals darauf hingewiesen werden, daß die Wasserdampfverträg-

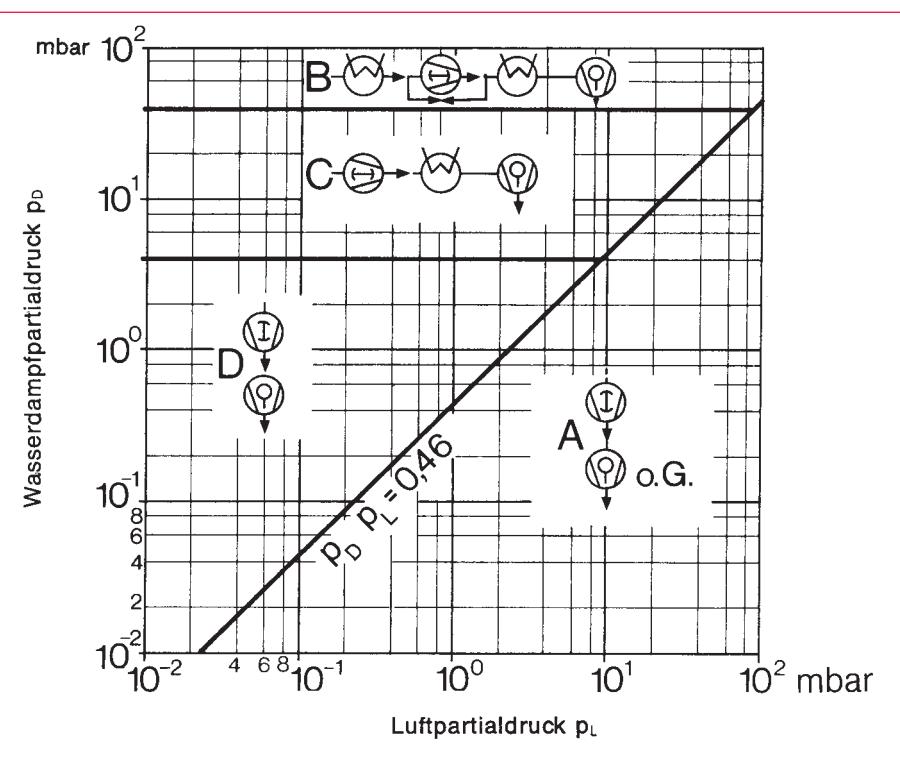


Abb. 2.74

Einsatzgebiete von Wälz-Kolbenpumpen mit Gasballastpumpen und Kondensatoren beim Abpumpen von Wasserdampf (o.G. = ohne Gasballast)

lichkeit zweistufiger Gasballastpumpen häufig niedriger ist als die entsprechender einstufiger Pumpen.

#### Abpumpen von Wasserdampf mit Wälz-Kolbenpumpen

Wälz-Kolbenpumpen sind normalerweise im Dauerbetrieb bei Drücken über 40 mbar nicht so wirtschaftlich wie Gasballastpumpen. Bei sehr großen Pumpsätzen, die mit ganz speziellen Abstufungsverhältnissen arbeiten und mit Umwegleitungen ausgerüstet sind, ist die spezifische Energieaufnahme allerdings günstiger. Werden Wälz-Kolbenpumpen zum Absaugen von Dämpfen eingesetzt, so kann man ähnlich wie bei Gasballastpumpen ein Diagramm angeben, das alle möglichen Fälle enthält (siehe Abb. 2.74).

#### Gebiet A: Wälz-Kolbenpumpe mit einstufiger Sperrschieberpumpe ohne Gasballast.

Da lediglich eine Kompression zwischen Wälz-Kolbenpumpe und Sperrschieberpumpe erfolgt, gilt auch hier die Bedingung:

$$p_D < 0,46 p_L$$

Die Forderung ist gültig im gesamten Arbeitsbereich der Pumpenkombination, also bei Totaldrücken zwischen  $10^{-2}$  und 40

mbar (bzw. 1013 mbar bei Wälz-Kolbenpumpen mit Umwegleitung).

#### Gebiet B: Hauptkondensator – Wälz-Kolbenpumpe mit Umwegleitung – Zwischenkondensator – Gasballastpumpe.

Diese Kombination ist nur wirtschaftlich, wenn große Wasserdampfmengen im Dauerbetrieb bei Ansaugdrücken oberhalb von etwa 40 mbar abzupumpen sind. Der Hauptkondensator ist nach den anfallenden Dampfmengen dimensioniert. Der Zwischenkondensator muß den Dampfpartialdruck unter 60 mbar senken. Deshalb darf die Gasballastpumpe nur so groß sein, daß der Luftpartialdruck hinter dem Zwischenkondensator einen bestimmten Wert nicht unterschreitet. Ist z.B. der Totaldruck hinter der Wälz-Kolbenpumpe (der ja gleich dem Totaldruck hinter dem Zwischenkondensator ist) 133 mbar, so muß die Gasballastpumpe die von der Wälz-Kolbenpumpe geförderte Luftmenge wenigstens bei einem Luftpartialdruck von 73 mbar absaugen, da sie sonst mehr Wasserdampf absaugen müßte, als sie vertragen kann. Dies ist eine fundamentale Voraussetzung: **Der Einsatz von Gasballastpumpen ist nur dann sinnvoll, wenn auch Luft abzupumpen ist!**

Bei einem ideal dichten Behälter müßte die Gasballastpumpe nach Erreichen des geforderten Betriebsdruckes abgeschaltet und nur mit dem Kondensator weitergepumpt werden. Wie Kondensator und Pumpe zweckmäßig dimensioniert werden, darüber gibt Abschnitt 2.1.5 Auskunft.

#### Gebiet C: Wälz-Kolbenpumpe – Zwischenkondensator – Gasballastpumpe.

Die untere Grenze des Wasserdampfpartialdruckes wird durch das Kompressionsverhältnis der Wälz-Kolbenpumpe beim Vorvakuumdruck bestimmt, der seinerseits durch den Sättigungsdampfdruck des kondensierten Wassers im Kondensator bestimmt wird. Auch in diesem Gebiet muß der Zwischenkondensator so dimensioniert werden, daß er den Dampfpartialdruck wenigstens auf 60 mbar senkt. Die angegebene Schaltung eignet sich, bei Kühlung des Kondensators mit Wasser von 15°C, für Wasserdampfdrücke zwischen etwa 4 und 40 mbar.

#### Gebiet D: Wälz-Kolbenpumpe – Gasballastpumpe.

Auch im Gebiet D hängen die Grenzen des Wasserdampfpartialdruckes wesentlich von den Abstufungs- und Größenverhältnissen der Pumpen ab. Im allgemeinen aber kann man diese Kombination zwischen den aufgeführten Grenzen, also zwischen  $10^{-2}$  und 4 mbar, immer verwenden.

## 2.2.4 Trocknungsprozesse

Oft bewegt sich ein Vakuumprozeß durch mehrere der hier angeführten Gebiete hindurch. Bei der chargenweisen Trocknung kann der Prozeß beispielsweise (siehe Abb. 2.74) im Gebiet A beginnen (Evakuierung des leeren Kessels) und sich dann schrittweise durch B, C und D bewegen. Dann wäre der Prozeßablauf wie folgt:

#### A. Evakuieren des Kessels durch Gasballastpumpe und Wälz-Kolbenpumpe mit Umwegleitung.

#### B. Zuschalten der beiden Kondensatoren wegen des steigenden Dampfdruckes durch Beheizen des Trocknungsgutes.

Für die Auswahl des Pumpsatzes sind der höchste auftretende Dampfpartialdruck und der kleinste Luftpartialdruck auf der Saugseite maßgebend.

**C. Überbrücken des Hauptkondensators.**  
Er kann jetzt nichts mehr nützen, sondern würde nur bei weiter sinkendem Dampfdruck von dem Pumpsatz wieder leergepumpt werden.

**D. Überbrücken des Zwischenkondensators.**  
Wälzkolbenpumpe und Gasballastpumpe können nun allein weiterpumpen. Bei Kurzzeit-Trocknungen ist die Abtrennung des mit kondensiertem Wasser gefüllten Kondensators besonders wichtig, da die Gasballastpumpe ständig den zuvor bereits kondensierten Wasserdampf beim Sättigungsdampfdruck des Wassers aus dem Kondensator abpumpen würde.

Bei länger dauernden Trocknungsprozessen genügt es, die Kondensatsammelvorlage im Kondensator abzusperren. So kann lediglich noch der an den Kühlrohren verbliebene Kondensatfilm wiederverdampfen. Je nach Größe der Gasballastpumpe erfolgt diese Wiederverdampfung in 30 bis 60 min.

**E. Soll der Trockenprozeß bei noch niedrigeren Drücken enden,**  
so empfiehlt sich, bei Unterschreitung eines Druckes von  $10^{-2}$  mbar eine bis dahin überbrückte Öl-Dampfstrahlpumpe zuzuschalten.

## Trocknung fester Substanzen

Wie schon angedeutet wurde, bringt die Trocknung fester Substanzen eine Reihe weiterer Probleme mit sich. Es genügt nicht mehr, daß man einen Kessel einfach leerpumpt und dann wartet, bis der Wasserdampf aus dem festen Gut herausdiffundiert ist. Dieser Weg ist technisch zwar möglich, aber er würde die Chargenzzeit einer Trocknung unerträglich verlängern.

Die Trocknungszeit so kurz wie möglich zu halten, ist verfahrenstechnisch nicht ganz einfach. Nicht nur der Wassergehalt der zu trocknenden Substanz ist hierbei wichtig, sondern auch ihre Schichtdicke. Hier kann nur das Prinzipielle gesagt werden. Bei speziellen Fragen bitten wir, die Beratungsabteilung unseres Werkes in Köln zu konsultieren.

Den Verlauf des prozentualen Feuchtigkeitsgehalts E eines Trockengutes, dessen Diffusionskoeffizient von der Feuchtigkeit abhängt (z.B. bei Kunststoffen), als Funktion der Trockenzeit t gibt in guter Näherung folgende Gleichung wieder:

$$E = \frac{E_0}{(1 + K \cdot t)^q} \% \quad (2.31)$$

$E_0$  Feuchtigkeitsgehalt vor der Trocknung  
 $q$  Von der Temperatur abhängiger Koeffizient. Die Gleichung (2.31) gilt daher nur für die Temperatur, bei der q bestimmt wurde.

K Faktor, der von der Temperatur, dem Wasserdampfpartialdruck in der Umgebung des Trocknungsgutes, von den Abmessungen und den Stoffeigenschaften abhängt.

Mit Hilfe dieser Näherungsgleichung läßt sich das Trocknungsverhalten vieler Produkte beurteilen. Hat man K und q für verschiedene Temperaturen und Wasserdampfpartialdrücke bestimmt, so lassen sich Werte für andere Temperaturen leicht interpolieren, so daß man den Trocknungsverlauf unter allen Betriebsbedingungen vorausberechnen kann. Mit Hilfe einer Ähnlichkeitstransformation kann man ferner vom Trocknungsverlauf eines Produktes mit bekannten Abmessungen auf den eines Produktes mit abweichenden Abmessungen schließen.

## Grundsätzlich sind bei der Trocknung eines Stoffes einige Faustregeln zu beachten:

Die Erfahrung hat gezeigt, daß man kürzere Trocknungszeiten erreicht, wenn der Wasserdampfpartialdruck an der Produktoberfläche relativ hoch ist, wenn also die Oberfläche des zu trocknenden Gutes noch nicht völlig frei von Feuchtigkeit ist. Dies hängt damit zusammen, daß die Wärmeleitung zwischer Wärmequelle und Produkt bei höheren Drücken besser ist und daß der Diffusionswiderstand in einer feuchten Oberflächenschicht geringer ist als in einer trockenen.

Um die Bedingung „feuchte Oberfläche“ zu erfüllen, steuert man den Druck in der Trockenkammer. Gelingt es nicht, den notwendigen, relativ hohen Wasserdampfpartialdruck ständig aufrechtzuerhalten, so schaltet man kurzzeitig den Kondensator ab. Der Druck in der Kammer steigt dann an und die Produktoberfläche befeuchtet sich wieder. Eine Möglichkeit, den Wasserdampfpartialdruck im Kessel kontrolliert zu erniedrigen, ist die Regelung der Kühlmitteltemperatur im Kondensator. Dadurch nimmt die Kondensattemperatur vorgegebene Werte an, wodurch der Wasserdampfpartialdruck kontrolliert wird.

## 2.2.5 Erzeugung ölfreier (kohlenwasserstofffreier) Vakua

Rückströmende Treibmitteldämpfe, Dämpfe des Öls und der Schmiermittel von Rotationspumpen, sowie Crackprodukte derartiger Dämpfe können verschiedene Arbeitsprozesse im Vakuum erheblich stören. Es empfiehlt sich daher, für bestimmte Anwendungen Pumpen und Einrichtungen zu verwenden, welche die Anwesenheit kohlenwasserstoffhaltiger Dämpfe mit Sicherheit ausschließen.

### a) Grobvakuum-Bereich (1013 bis 1 mbar)

Anstelle von Rotationspumpen können große Wasser- bzw. Wasserdampfstrahlaussauger oder Wasserringpumpen verwendet werden. Zum charakteristischen Auspumpen oder zum Erzeugen kohlenwasserstofffreier Vorvakua für Ionen-Zerstäuberpumpen eignen sich Adsorptionspumpen (siehe Abs. 2.1.8.1). Kann auf den Einsatz von ölgedichteten Drehschieberpumpen nicht verzichtet werden, so sollten grundsätzlich zweistufige Drehschieberpumpen verwendet werden. Die wenigen aus dem Saugstutzen derartiger Pumpen rückströmenden Öldämpfe können nahezu vollständig durch eine in die Saugleitung geschaltete Adsorptionsfalle (siehe Abs. 2.1.4) zurückgehalten werden.

### b) Feinvakuum-Bereich (1 bis $10^{-3}$ mbar)

Zum Abpumpen großer Gasmengen eignen sich in diesem Druckbereich vor allem Dampfstrahlpumpen. Mit Quecksilber-Dampfstrahlpumpen können absolut ölfreie Vakua erzeugt werden. Allerdings empfiehlt sich dabei stets der Einsatz einer mit flüssigem Stickstoff gekühlten Falle, damit die schädlichen Quecksilber-Dämpfe nicht in den Rezipienten gelangen. Die unter a) genannten Feinvakuum-Adsorptionsfallen ermöglichen es, mit zweistufigen Drehschieberpumpen nahezu ölfreie Vakua bis unterhalb  $10^{-4}$  mbar zu erzeugen.

Absolut ölfreie Vakua lassen sich im Feinvakuumgebiet mit Adsorptionspumpen herstellen. Da die Pumpwirkung dieser Pumpen für leichte Edelgase nur gering ist, können zuvor mit Luft gefüllte Rezipienten durch sie nur auf etwa  $10^{-2}$  mbar evakuiert werden. Drücke von  $10^{-3}$  mbar oder noch niedrigere Drücke können nur dann mit Adsorptionspumpen erzeugt wer-

den, wenn weder Neon noch Helium im abzupumpenden Gasgemisch vorhanden sind. In einem solchen Fall kann es zweckmäßig sein, die Luft im Rezipienten vor dem Pumpprozeß durch Stickstoff zu verdrängen und diesen dann abzupumpen.

### c) Hoch und Ultrahochvakuum-Bereich ( $< 10^{-3}$ mbar)

Sofern in diesen Druckbereichen laufend Gase anfallen und abgepumpt werden müssen, sollte man Turbo-Molekularpumpen oder Kryopumpen verwenden. Sollen in abgeschlossenen Systemen, bei denen durch die sich darin abspielenden Prozesse keine größeren Gasmengen frei werden, über längere Zeit hinweg möglichst niedrige Drücke aufrechterhalten werden, so sind hierzu Ionen-Zerstäuberpumpen besonderes geeignet. Insbesondere magnetgelagerte Turbo-Molekularpumpen garantieren völlig kohlenwasserstofffreie Vakua. Beim Stillstand dieser Pumpen können jedoch Öldämpfe von der Vorpumpe durch die Pumpe hindurch in den Rezipienten gelangen. Durch geeignete Maßnahmen (z.B. Fluten des Rezipienten mit Argon) kann eine Verschmutzung der Behälterwände während des Stillstandes der Pumpe verhindert werden. Liegt beim Einsatz von Turbo-Molekularpumpen das Hauptgewicht auf »kohlenwasserstofffreiem Vakuum«, dann sollten Hybrid-Turbo-Molekularpumpen mit Membranpumpen oder klassische Turbo-Molekularpumpen eventuell mit Scrollpumpen als ölfreie Vorpumpen eingesetzt werden.

## 2.2.6 Ultrahochvakuum: Arbeitstechnik

Die Grenze zwischen dem Hochvakuum- und Ultrahochvakumbereich lässt sich hinsichtlich der Arbeitstechnik nicht exakt festlegen. Praktisch kommt eine Abgrenzung der beiden Gebiete nur zustande, weil sich Drücke im Hochvakuum-Bereich noch mit den in der Vakuumtechnik allgemein verwendeten Pumpen, Ventilen, Dichtungen und sonstigen Bauteilen beherrschen lassen während zum Erreichen von Drücken im Ultrahochvakuum-Bereich generell eine andere Technik und damit auch anders konstruierte Bauteile erforderlich sind. Die »Grenze« liegt bei einigen  $10^{-8}$  mbar. Deshalb sollten Drücke unter  $10^{-7}$  mbar generell zum Ultrahochvakuum-Bereich gehören.

Die Gasdichte (Teilchenanzahl dichte) ist im Ultrahochvakuum sehr gering und wird durch Gasabgabe der Behälterwände und durch geringste Undichtheiten an Verbindungsstellen bereits erheblich beeinflußt. Im Zusammenhang mit einer Reihe wichtiger technischer Anwendungen, aber auch zur Charakterisierung des Ultrahochvakuum-Bereiches allgemein, ist die sogenannte »Wiederbedeckungszeit« (siehe auch Gleichung 1.21) wichtig. Darunter wird die Zeit  $\tau$  verstanden, die verstreicht, bis sich auf einer im Vakuum befindlichen, ideal gereinigten Fläche, die von Gasteilchen getroffen wird, eine monomolekulare oder monoatomare Schicht ausgebildet hat. Unter der Voraussetzung, daß jedes die Fläche treffende Gasteilchen einen freien Platz findet und darauf haften bleibt, gilt als Faustformel für  $\tau$ :

$$\tau = \frac{3,2}{p} \cdot 10^{-6} \text{ s} \quad (\text{p in mbar})$$

Im Ultrahochvakuum ( $p < 10^{-7}$  mbar) ist daher die Wiederbedeckungszeit von der Größenordnung Minuten bis Stunden oder noch länger und damit von der gleichen Größenordnung, die auch für vakuumtechnische Versuche und Verfahren benötigt wird. Die sich daraus ergebenden praktischen Forderungen sind z.B. für das Gebiet der Festkörperphysik, für das Studium dünner Schichten oder für die Elektronenröhrentechnik überaus bedeutsam geworden. Ultrahochvakuum-Apparaturen oder Anlagen unterscheiden sich von Hochvakuumapparaturen dadurch, daß

- a) sie extrem gasdicht sind (Verwendung von Metaldichtungen),
- b) die Gasabgabe der inneren Oberflächen des Vakuumbehälters und der daran angeschlossenen Bauteile (z.B. Verbindungsleitungen, Ventile, Dichtungen) extrem niedrig gemacht werden kann,
- c) geeignete Mittel (Kühlfallen, Dampsperren) vorgesehen sind, die verhindern, daß Gase oder Dämpfe oder deren Reaktionsprodukte von den zur Evakuierung verwendeten Pumpen in den Vakuumbehälter gelangen (keine »Rückströmung«).

Um diese Bedingungen erfüllen zu können, müssen die für UHV-Apparaturen verwendeten Einzelbauteile ausheizbar und auf extreme Dichtheit geprüft sein. Als Baumaterial werden Edelstähle bevorzugt.

Aber auch Zusammenbau, Inbetriebnahme und Betrieb einer UHV-Apparatur erfordern besondere Sorgfalt, Sauberkeit und vor allem Zeit. Der Zusammenbau muß sachgemäß erfolgen, d.h. die einzelnen Bauteile dürfen nicht im geringsten beschädigt werden (z.B. durch Kratzer an feinstgearbeiteten Dichtungsflächen). Grundsätzlich ist zu sagen, daß jede neu zusammengesetzte UHV-Apparatur vor der Inbetriebnahme mit einem Helium-Leckdetektor auf Dichtheit geprüft werden muß. Dabei sind besonders lösbare Verbindungen (Flansche), Glasverschmelzstellen und geschweißte oder hart gelötete Verbindungsstellen zu untersuchen. **Nach der Dichtheitsprüfung muß die UHV Apparatur ausgeheizt werden.** Dies ist sowohl bei Glas- als auch bei Metallapparaturen erforderlich. Das Ausheizen erstreckt sich durchweg nicht nur auf den Vakuumbehälter, sondern vielfach auch auf daran angeschlossene Teile, insbesondere auf Meßröhren. Die einzelnen Schritte des bei größeren Anlagen viele Stunden dauernden Ausheizprozesses und die Höhe der Ausheiztemperatur richten sich nach der Art der Anlage und nach dem geforderten Enddruck. Ist der Enddruck nach dem Abkühlen der Apparatur und nach Ausführung aller sonst noch erforderlichen Maßnahmen (z.B. Inbetriebsetzen der Kühlfallen oder Dampsperren) offensichtlich nicht erreicht worden, dann empfiehlt sich eine nochmalige Dichtheitsprüfung mit dem He-Lecksucher. Nähere Einzelheiten über die in UHV-Anlagen zu verwendenden Bauteile, Dichtungen und Meßgeräte sowie eingehende Hinweise für den Betrieb werden ausführlich in unserem Katalog behandelt.

## 2.3. Dimensionierung der Vakumanlage und Bestimmung der Pumpengröße

**Grundsätzlich treten bei der Dimensionierung einer Vakumanlage zwei von einander unabhängige Fragen auf:**

1. Wie groß muß das wirksame (effektive) Saugvermögen der Pumpenanordnung sein, damit der Druck in einem vorgegebenen Rezipienten in einer bestimmten Zeit auf den gewünschten Wert erniedrigt werden kann?
2. Wie groß muß das wirksame Saugvermögen der Pumpenanordnung sein,

damit die während eines Vakuumprozesses im Rezipienten freiwerdenden Gase und Dämpfe so schnell abgepumpt werden können, daß ein vorgegebener Druck (der Arbeitsdruck) im Rezipienten nicht überschritten wird?

Bei bestimmten Prozessen (z. B. bei Trocknungs- und Ausheizprozessen) entstehen während des Auspumpvorganges zusätzliche, zu Beginn des Auspumpvorganges noch nicht im Rezipienten vorhandene Dampfanteile, so daß hier eine dritte Frage auftritt:

3. Wie groß muß das wirkende Saugvermögen der Pumpenanordnung sein, damit der betreffende Prozeß innerhalb einer bestimmten Zeit beendet sein kann?

Unter dem **effektiven Saugvermögen** einer Pumpenanordnung wird das am Rezipienten tatsächlich wirkende Saugvermögen der gesamten Pumpenanordnung verstanden. Das Saugvermögen der Pumpe selbst kann dann aus dem effektiven Saugvermögen bestimmt werden, wenn die Strömungswiderstände (Leitwerte) der zwischen Pumpe und Rezipient angebrachten Dampfsperren, Kühlfallen, Filter, Ventile und Leitungen bekannt sind (siehe Abschnitt 1.5.2 bis 1.5.4). Bei der Bestimmung des erforderlichen Saugvermögens wird ferner von der Voraussetzung ausgegangen, daß die Vakumanlage dicht ist. Die Leckrate muß so niedrig sein, daß von außen einströmende Gase sofort von der angeschlossenen Pumpenanordnung abgepumpt werden, den Druck im Rezipienten also nicht verändern. Näheres hierüber siehe Abschnitt 5. Die oben unter 1., 2. und 3. aufgeführten Fragen sind charakteristisch für die drei wesentlichsten Aufgaben der Vakuumtechnik, nämlich:

1. Evakuieren des Rezipienten bis zum Erreichen eines bestimmten, vorgegebenen Druckes.
2. Abpumpen ständig anfallender Gas- und Dampfmengen bei einem bestimmten Druck.
3. Abpumpen der während eines Prozesses durch Veränderung der Temperatur- und Druckverhältnisse entstehenden Gase und Dämpfe.

Das erste Evakuieren des Rezipienten wird im Fein-, Hoch- und Ultrahochvakuum-Bereich vom Abpumpen der ständig anfallenden Gasmengen beeinflußt, weil sich in

diesen Bereichen die von den Wänden des Rezipienten desorbierenden Gas- und Dampfanteile so stark bemerkbar machen, daß sie oft allein für die Dimensionierung der Vakumanlage bestimend sind.

## 2.3.1 Evakuieren eines Vakuumbehälters (ohne zusätzlichen Gas- oder Dampfanfall)

Wegen der oben geschilderten Verhältnisse muß bei der Abschätzung der Auspumpzeit grundsätzlich zwischen dem Evakuieren eines Vakuumbehälters im Grobvakumbereich und dem Evakuieren im Fein- und Hochvakumbereich unterschieden werden.

### 2.3.1.1 Evakuieren eines Behälters im Grobvakumbereich

Hier ist das erforderliche effektive Saugvermögen  $S_{\text{eff}}$ , einer Vakuumpumpenanordnung nur abhängig vom gewünschten Druck  $p$ , vom Volumen  $V$  des Rezipienten und von der Auspumpzeit  $t$ .

Bei konstantem Saugvermögen  $S_{\text{eff}}$  und unter der Voraussetzung, daß der mit der Pumpenanordnung erreichbare Enddruck  $p_{\text{end}} \ll p$  ist, ist die zeitliche Abnahme des Druckes  $p(t)$  in einem Rezipienten gegeben durch die Beziehung:

$$-\frac{dp}{dt} = \frac{S_{\text{eff}}}{V} \cdot p \quad (2.32)$$

Ausgehend von  $10^{13}$  mbar zum Zeitpunkt  $t = 0$  berechnet sich das effektive Saugvermögen in Abhängigkeit von der Auspumpzeit  $t$  aus Gleichung (2.32) wie folgt:

$$\int_{10^{13}}^p \frac{dp}{p} = -\frac{S_{\text{eff}}}{V} \cdot t \quad (2.33a)$$

$$\ln \frac{p}{10^{13}} = -\frac{S_{\text{eff}}}{V} \cdot t \quad (2.33b)$$

$$S_{\text{eff}} = \frac{V}{t} \cdot \ln \frac{10^{13}}{p} = \frac{V}{t} \cdot 2,3 \cdot \log \frac{10^{13}}{p} \quad (2.34)$$

Führen wir den dimensionslosen Faktor

$$\sigma = \ln \frac{10^{13}}{p} = 2,3 \cdot \log \frac{10^{13}}{p} \quad (2.34a)$$

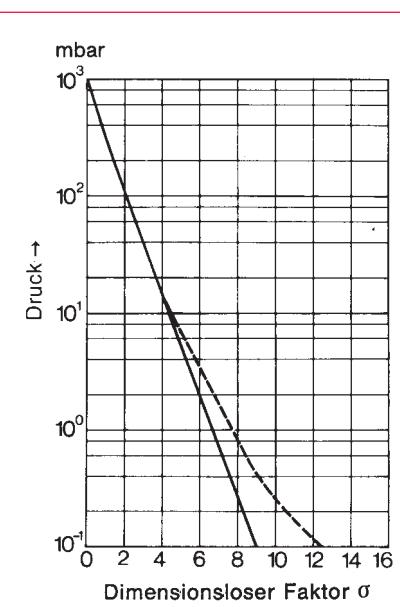


Abb. 2.75  
Abhängigkeit des dimensionslosen Faktors  $\sigma$  zur Berechnung der Auspumpzeit  $t$  gemäß Gleichung 2.36. Die gestrichelte Linie gilt für einstufige Pumpen, deren Saugvermögen unter 10 mbar geringer wird

in die Gleichung (2.34) ein, so ist die Abhängigkeit zwischen dem effektiven Saugvermögen  $S_{\text{eff}}$  und der Auspumpzeit  $t$  gegeben durch die Beziehung

$$S_{\text{eff}} = \frac{V}{t} \cdot \sigma \quad (2.35)$$

Das Verhältnis  $V/S_{\text{eff}}$  wird im allgemeinen als Zeitkonstante  $\tau$  bezeichnet. Demnach ist die Auspumpzeit eines Vakuumbehälters von Atmosphärendruck bis zu einem Druck  $p$  gegeben durch:

$$t = \tau \cdot \sigma \quad (2.36)$$

$$\text{mit } \tau = \frac{V}{S_{\text{eff}}}$$

$$\text{und } \sigma = \ln \frac{10^{13}}{p}$$

Die Abhängigkeit des Faktors vom geforderten Druck gibt die Abb. 2.75 wieder. Dabei muß berücksichtigt werden, daß das Saugvermögen einstufiger Dreh- und Sperrschieberpumpen unterhalb 10 mbar bei Gasballastbetrieb und unterhalb 1 mbar bei Betrieb ohne Gasballast abnimmt. Dieses grundsätzliche Verhalten ist für Pumpen verschiedener Größen und Typen unterschiedlich, darf aber zur Bestimmung der Pumpengröße in Abhängigkeit von der Auspumpzeit nicht außer acht gelassen

werden. Es muß außerdem ausdrücklich darauf hingewiesen werden, daß die Gleichungen (2.32 bis 2.36) sowie die Abb. 2.75 nur dann gültig sind, wenn der mit der verwendeten Pumpe erreichte Enddruck mindestens eine Zehnerpotenz niedriger ist als der gewünschte Druck.

**Beispiel:** Ein Rezipient mit 500 ` Inhalt soll in 10 min. auf 1 mbar leergepumpt werden. Welches effektive Saugvermögen wird benötigt?

$$500 \text{ `} = 0,5 \text{ m}^3; 10 \text{ min} = 1/6 \text{ h}$$

Nach Gleichung (2.34):

$$\begin{aligned} S_{\text{eff}} &= \frac{0,5}{1/6} \cdot 2,3 \cdot \log \frac{1013}{1} \\ &= 3 \cdot 2,3 \cdot 3,01 = 20,8 \text{ m}^3/\text{h} \end{aligned}$$

Für das oben aufgeführte Beispiel liest man in Abb. 2.75 auf der Geraden für den Wert 7 ab, auf der gestrichelten Linie hingegen 8. Das ergibt nach Gleichung (2.35):

$$\begin{aligned} S_{\text{eff}} &= \frac{0,5}{\frac{1}{6}} \cdot 7 = 21 \text{ m}^3/\text{h} \quad \text{bzw.} \\ &= \frac{0,5}{\frac{1}{6}} \cdot 8 = 24 \text{ m}^3/\text{h} \end{aligned}$$

unter Berücksichtigung der Abnahme des Saugvermögens unterhalb 10 mbar. Das erforderliche effektive Saugvermögen ist also etwa 24 m<sup>3</sup>/h.

### 2.3.1.2 Evakuieren eines Behälters im Hochvakumbereich

Ungleich schwieriger ist es, für den Hochvakumbereich allgemeingültige Gleichungen anzugeben. Da die Pumpzeit, die gebraucht wird, um einen bestimmten Hochvakuumdruck zu erreichen, wesentlich von der Gasabgabe der inneren Oberflächen des Behälters abhängt, ist deren Beschaffenheit und Vorbehandlung vakuumtechnisch von entscheidender Bedeutung. Auf keinen Fall darf der verwendete Werkstoff poröse Stellen aufweisen oder – insbesondere mit Rücksicht auf das Ausheizen – Lunker haben. Die inneren Oberflächen müssen möglichst glatt (wahre Oberfläche = geometrische Oberfläche) und gut gesäubert (entfettet!) sein. Entsprechend der Materialauswahl und der Oberflächenbeschaffenheit ist die Gasabgabe sehr unterschiedlich. Nützliche Richtwerte sind in Tabelle X (Abschnitt 9) zusammengestellt.

Genauer kann man die Gasabgabe nur von Fall zu Fall experimentell durch die sogenannte **Druckanstiegsmethode** bestimmen: Das System wird möglichst gut evakuiert, und anschließend werden Pumpe und Rezipient durch ein Ventil getrennt. Nun wird die Zeit gemessen, innerhalb welcher der Druck im Rezipienten (Volumen V) um einen bestimmten Betrag, z. B. um eine Zehnerpotenz, ansteigt. Die auf die Zeit bezogene, anfallende Gasmenge Q berechnet sich dann aus:

$$Q = \frac{\Delta p \cdot V}{t} \quad (2.37)$$

( $\Delta p$  = gemessener Druckanstieg)

Diese Gasmenge Q setzt sich zusammen aus der Summe aller Gasabgaben und aller eventuell vorhandenen Undichtheiten. Ob es sich um Gasabgaben oder um Undichtheiten handelt, läßt sich grundsätzlich folgendermaßen feststellen:

Die durch Gasabgabe anfallende Gasmenge muß mit der Zeit kleiner werden, die durch Undichtheiten eindringende Gasmenge bleibt dagegen zeitlich konstant. Experimentell läßt sich diese Trennung nicht immer leicht durchführen, da es oft lange dauert, bis sich – bei reiner Gasabgabe – die gemessene Druck-Zeit-Kurve einem konstanten (oder fast konstanten) Endwert nähert, so daß der Anfang dieser Kurve über längere Zeiten geradlinig verläuft und so eine Undichtheit vorgetäuscht wird (siehe auch Abschnitt 5, Lecks und Lecksuche).

Wenn man die Gasabgabe Q und den Enddruck  $p_{\text{end}}$  kennt, den man erreichen will, dann ist es leicht, daraus das notwendige effektive Saugvermögen der Pumpe zu ermitteln:

$$S_{\text{eff}} = \frac{Q}{p_{\text{end}}} \quad (2.38)$$

**Beispiel:** Ein Rezipient mit 500 ` Inhalt habe eine Gesamtoberfläche (einschließlich aller Systeme) von etwa 5 m<sup>2</sup>. Es werde eine ständige Gasabgaberate von  $2 \cdot 10^{-4}$  mbar ·  $\text{s}$  pro m<sup>2</sup> Fläche angenommen, ein Wert, mit dem man rechnen muß, wenn an dem Vakuumbehälter z. B. Ventile und Drehdurchführungen angebracht sind. Um in dem System einen Druck von

$1 \cdot 10^{-5}$  mbar aufrechtzuerhalten, muß die Pumpe ein Saugvermögen von

$$S_{\text{eff}} = \frac{5 \cdot 2 \cdot 10^{-4} \text{ mbar} \cdot \text{s}}{1 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}} = 100 \text{ l/s}$$

besitzen.

Ein Saugvermögen von 100 l/s ist allein dazu erforderlich, die durch Lecks oder Gasabgabe von den Wänden einströmende Gasmenge ständig abzupumpen. Der eigentliche Evakuierungsprozeß verläuft hierbei analog zu den in Abs. 2.3.1.1 geschilderten Beispielen. Doch beginnt der Pumpenprozeß bei einer Diffusionspumpe nicht bei Atmosphärendruck, sondern beim Vorvakuumdruck  $p_V$ . Dann geht Gleichung (2.34) über in:

$$S_{\text{eff}} = \frac{V}{t} \cdot \ln \frac{p_V}{p} = \frac{V}{t} \cdot \ln K$$

Bei einem Vorvakuumdruck  $p_V = 2 \cdot 10^{-3}$  mbar ist die »Kompression« K in unserem Beispiel

$$K = \frac{2 \cdot 10^{-3}}{1 \cdot 10^{-5}} = 200$$

Um den Enddruck von  $1 \cdot 10^{-5}$  mbar 5 Minuten nach Beginn des Pumpens mit der Diffusionspumpe zu erreichen, ist ein effektives Saugvermögen von

$$S_{\text{eff}} = \frac{500}{5 \cdot 60} \cdot 2,3 \cdot \log 200 \approx 9 \frac{\text{l}}{\text{s}}$$

erforderlich. Dieses ist viel geringer als das effektive Saugvermögen, das zur Aufrechterhaltung des Enddruckes erforderlich ist. Auspumpzeit und Endvakuum im Hoch- und Ultrahochvakuum-Bereich werden im wesentlichen durch die Gasabgaberate und die Leckraten bestimmt. Auf mathematische Gesetzmäßigkeiten kann in diesem Zusammenhang nicht eingegangen werden. Näheres entnehmen Sie bitte der Fachliteratur.

### 2.3.1.3 Evakuieren eines Behälters im Feinvakuum-Bereich

Während im Grobvakuum-Bereich das Volumen des Vakuumbehälters ausschlaggebend für den zeitlichen Ablauf des Auspumpprozesses ist, spielt im Hoch- und Ultrahochvakuum-Bereich die Gasabgabe von den Wänden die maßgebliche Rolle. Im Feinvakuum-Bereich wird der Auspumpprozeß von beiden Größen beeinflußt. Außerdem ist im Feinvakuum-Bereich der speziell mit Rotations-Vakuum-

pumpen erreichbare Enddruck  $p_{end}$ , nicht mehr ohne weiteres vernachlässigbar. Ist die in den Vakuumbehälter einströmende bzw. von den Wänden desorbierende Leck- bzw. Gasabgaberate  $Q$  (in mbar · s) bekannt, so geht die Differentialgleichung (2.32) des Auspumpvorganges über in

$$\frac{dp}{dt} = -\frac{S_{eff} (p - p_{end}) - Q}{V} \quad (2.39)$$

Die Integration dieser Gleichung führt zu

$$t = \frac{V}{S_{eff}} \ln \frac{(p_0 - p_{end}) - Q/S_{eff}}{(p - p_{end}) - Q/S_{eff}} \quad (2.40)$$

$p_0$  Druck zu Beginn des Pumpprozesses  
 $p$  Gewünschter Druck

Im Gegensatz zu Gleichung 2.33b lässt sich diese Gleichung nicht in geschlossener Form nach  $S_{eff}$  auflösen, so daß sich das effektive Saugvermögen bei bekannter Gasabgabe aus dem Zeit-Druck-Diagramm nicht ohne weiteres bestimmen läßt.

In der Praxis wählt man deshalb folgenden Weg, um eine Pumpe mit genügend hohem Saugvermögen zu finden:

- Man berechnet nach Gleichung 2.34 das Saugvermögen, das sich aus dem Volumen des Vakuumbehälters ohne Gasabgabe und der gewünschten Auspumpzeit ergibt.
- Man bildet den Quotienten aus der Gasabgabrate und diesem Saugvermögen. Dieser Quotient muß kleiner sein als der geforderte Druck, am sichersten um eine Zehnerpotenz niedriger. Ist diese Bedingung nicht erfüllt, so muß eine Pumpe mit entsprechend höherem Saugvermögen gewählt werden.

## 2.3.2 Wahl der geeigneten Vorpumpe

Die von einer Hochvakuumpumpe abgesaugte Gas- bzw. Dampfmenge muß auch von der Vorvakuumpumpe gefördert werden. Dabei darf der für den Betrieb der Hochvakuumpumpe (Diffusionspumpe, Turbo-Molekularpumpe) maximal zulässige Vorvakuumdruck keinesfalls, auch nicht kurzzeitig, überschritten werden. Ist  $Q$  die Gas- oder Dampfmenge, die von der Hochvakuumpumpe mit einem effektiven Saugvermögen  $S_{eff}$ , bei einem Ansaugdruck  $p_A$

abgepumpt wird, so muß diese Gasmenge beim Vorvakuumdruck  $p_V$  von der Vorpumpe mit einem Saugvermögen  $S_V$  sicher abgeführt werden. Für die effektive Durchflußleistung  $Q$  gilt somit die Kontinuitätsgleichung:

$$Q = p_A \cdot S_{eff} = p_V \cdot S_V \quad (2.41)$$

Das erforderliche Saugvermögen der Vorvakuumpumpe berechnet sich daraus zu:

$$S_V = \frac{p_A}{p_V} \cdot S_{eff} \quad (2.41a)$$

**Beispiel:** Bei einer Diffusionspumpe mit einem Saugvermögen von 400 s⁻¹ beträgt das effektive Saugvermögen bei Verwendung einer Schalendampfsperre 50 % des katalogmäßigen Saugvermögens. Der maximal zulässige Vorvakuumdruck (die Vorvakumbeständigkeit) sei  $2 \cdot 10^{-1}$  mbar. Das mindestens erforderliche Saugvermögen der Vorpumpe hängt gemäß Gleichung 2.41a vom Ansaugdruck  $p_A$  ab.

Bei einem Ansaugdruck von  $p_A = 1 \cdot 10^{-2}$  mbar ist das katalogmäßige Saugvermögen der Hochvakuumpumpe etwa 100 s⁻¹, demnach 50 % davon 50 s⁻¹. Somit muß das Saugvermögen der Vorpumpe mindestens

$$S_V = \frac{1 \cdot 10^{-2}}{2 \cdot 10^{-1}} \cdot 50 = 2,5 \text{ l/s} = 9 \text{ m}^3/\text{h}$$

betragen.

Bei einem Ansaugdruck von  $p_A = 1 \cdot 10^{-3}$  mbar hat die Pumpe bereits ihr Nennsaugvermögen von 400 s⁻¹ erreicht; das effektive Saugvermögen beträgt jetzt  $S_{eff} = 200$  s⁻¹; damit wird das erforderliche Saugvermögen der Vorvakuumpumpe

$$S_V = \frac{1 \cdot 10^{-3}}{2 \cdot 10^{-1}} \cdot 200 = 1 \text{ l/s} = 3,6 \text{ m}^3/\text{h}$$

Soll die Hochvakuumpumpe zum Abpumpen von Gasen oder Dämpfen zwischen  $10^{-3}$  und  $10^{-2}$  mbar eingesetzt werden, dann muß man eine Vorvakuumpumpe mit einem Nennsaugvermögen von 12 m³/h benutzen, die bei  $2 \cdot 10^{-1}$  mbar auf jeden Fall noch ein Saugvermögen von 9 m³/h hat. Sofern keine Dämpfe abgepumpt werden, genügt oft eine einstufige Drehschieberpumpe, die ohne Gasballast zu betreiben wäre. Werden aber (auch nur geringe) Anteile von Dämpfen mit abgepumpt, so sollte man auf jeden Fall eine zweistufige

Gasballastpumpe als Vorvakuumpumpe wählen, die auch bei Betrieb mit Gasballast das erforderliche Saugvermögen bei  $2 \cdot 10^{-1}$  mbar erreicht.

Soll die Hochvakuumpumpe nur bei Ansaugdrücken unterhalb  $10^{-3}$  mbar eingesetzt werden, so genügt eine kleinere Vorvakuumpumpe; für das angeführte Beispiel eine Pumpe mit einem Nennsaugvermögen von 6 m³/h. Liegen die ständigen Ansaugdrücke noch niedriger, z.B. unterhalb  $10^{-4}$  mbar, so berechnet sich das erforderliche Saugvermögen der Vorvakuumpumpe gemäß Gleichung 2.41a zu

$$S_V = \frac{1 \cdot 10^{-4}}{2 \cdot 10^{-1}} \cdot 200 = 0,1 \text{ l/s} = 0,36 \text{ m}^3/\text{h}$$

Theoretisch würde es in diesem Fall genügen, eine kleine Vorvakuumpumpe mit etwa 1 m³/h Saugvermögen einzusetzen. In der Praxis sollte man jedoch die Vorvakuumpumpe nicht so knapp bemessen, weil es besonders bei Anfahrprozessen zu kurzzeitigen stärkeren Gasausbrüchen im Vakuumbehälter kommen kann. Der Betrieb der Hochvakuumpumpe ist gefährdet, wenn die Gasmengen von der Vorvakuumpumpe nicht sofort abgeführt werden können. Arbeitet man ständig bei sehr niedrigen Ansaugdrücken, so ist der Einbau eines Puffervolumens (Vorvakuumbehälters) zwischen Hoch- und Vorvakuumpumpe zu empfehlen. Die Vorvakuumpumpe braucht dann nur kurzzeitig betrieben zu werden. Der maximal zulässige Vorvakuumdruck darf hierbei auf keinen Fall überschritten werden.

Die Größe des Puffervolumens richtet sich nach dem abzupumpenden Gesamtgasstrom. Ist dieser sehr gering, dann rechnet man mit einem halben Liter Puffer-Volumen pro Minute zulässiger Pumpzeit auf das gegen die Vorpumpe abgesperrte Puffervolumen.

Zur Bestimmung der geeigneten Vorpumpe wird vielfach auch ein graphisches Verfahren verwendet; man geht dabei nach Gleichung 2.41 von der Saugleistungscharakteristik der Pumpen aus. Diese ergibt sich wie folgt:

Man leitet aus der bekannten Saugvermögenscharakteristik für die Diffusionspumpe im Beispiel der 6000 s⁻¹-Pumpe (Kurve S in Abb. 2.76) die Saugleistungscharakteristik und damit den Massenstrom dadurch ab, daß man die Saugver-

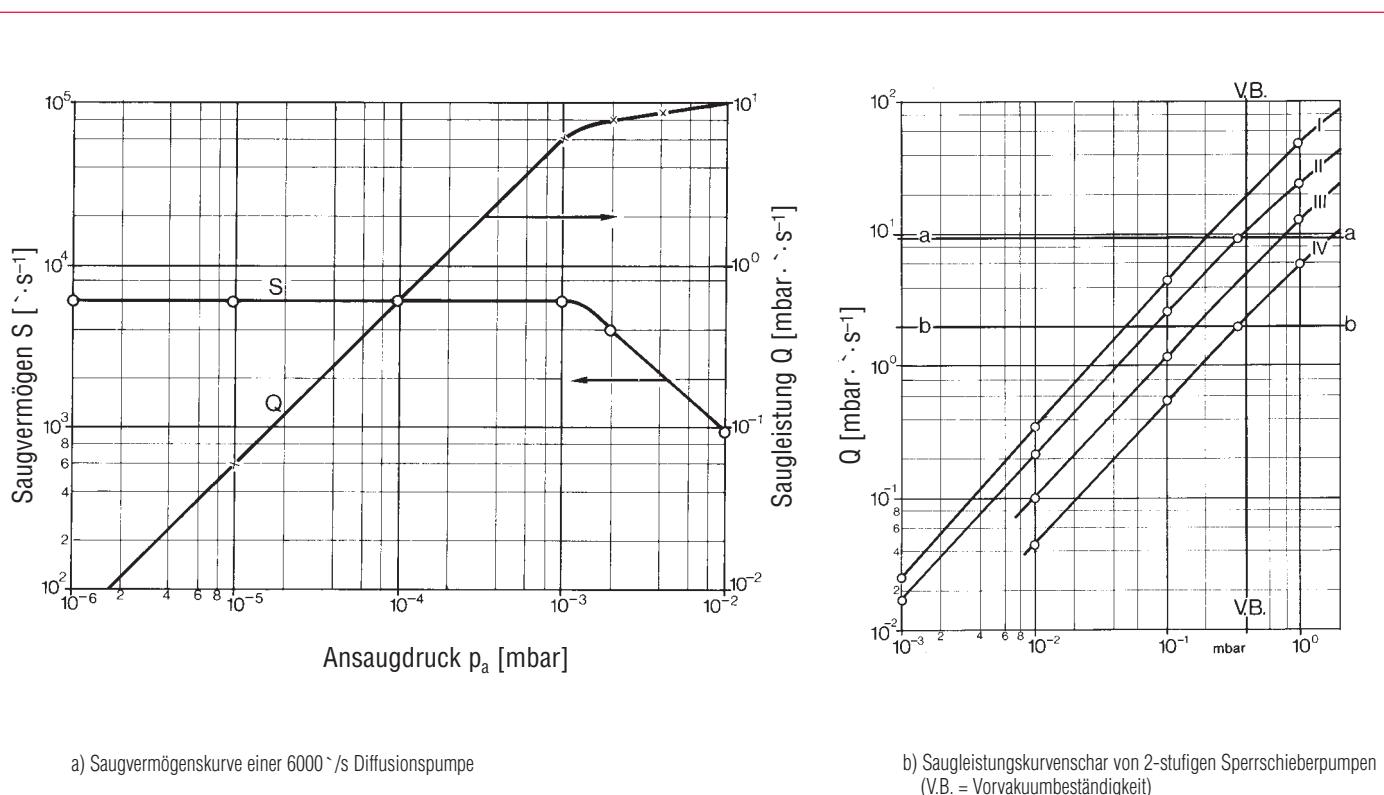


Abb. 2.76 Diagramm zur graphischen Bestimmung der geeigneten Vorpumpe

mögenswerte  $S$  mit den entsprechenden Werten für den Ansaugdruck  $p_A$  multipliziert und das Ergebnis  $Q$  der Multiplikation als Funktion der gleichen  $p_A$ -Werte aufträgt. Dies ergibt Kurve  $Q$  in Abb. 2.76. Unter der Annahme, daß der Ansaugdruck der Diffusionspumpe nicht höher als  $10^{-2}$  mbar wird, ergibt sich aus Kurve  $Q$  eine maximale Saugleistung von  $9,5$  mbar  $\text{s}^{-1}$ .

Die Vorpumpe muß nun so gewählt werden, daß sie diese Gasmenge bei einem Druck bewältigen kann, der gleich oder geringer ist als die Vorvakumbeständigkeit der Diffusionspumpe, die bei der  $6000 \text{ 1/s}$ -Pumpe  $4 \cdot 10^{-1}$  mbar beträgt.

Ausgehend von den Saugvermögenscharakteristiken einer Reihe handelsüblicher 2-stufiger Sperrschieberpumpen bestimmt man nun die dazu gehörigen Saugleistungskurven in analoger Weise, wie dies bei der Diffusionspumpe (Abb. 2.76a) durchgeführt wurde. Das Ergebnis ist eine Kurvenschar gemäß Abb. 2.76b für vier zweistufige Sperrschieberpumpen mit den Nennsaugvermögen  $200 \text{ m}^3/\text{h}$  (Kurve 1),  $100 \text{ m}^3/\text{h}$  (Kurve 2),  $50 \text{ m}^3/\text{h}$  (Kurve 3) und  $25 \text{ m}^3/\text{h}$  (Kurve 4). An der Abszisse ist die Vorvakumbeständigkeit der  $6000 \text{ 1/s}$  Dif-

fusionspumpe von  $4 \cdot 10^{-1}$  mbar mit V.B. markiert. Schneidet man nun die Kurvenschar mit dem maximalen Saugleistungswert  $Q = 9,5$  mbar  $\text{s}^{-1}$  der Diffusionspumpe (Schnittpunkt a), so ist der erste Schnittpunkt, der zu einem Vorvakuumdruck kleiner  $4 \cdot 10^{-1}$  mbar gehört, mit Kurve 2 gegeben. Die kleinste Vorpumpe, die den maximalen Gasstrom der Diffusionspumpe zu bewältigen vermag, ohne den Betrieb der Diffusionspumpe nachteilig zu beeinflussen, ist daher im gewählten Beispiel eine zweistufige  $100 \text{ m}^3/\text{h}$  Sperrschieberpumpe.

Ist der maximale Gasstrom von  $9,5$  mbar  $\text{s}^{-1}$  vom Pumpverfahren oder Prozeß her überhaupt nicht zu erwarten, so kommt man natürlich mit einer kleineren Vorpumpe aus. Ist beispielsweise höchstens ein Gasstrom von  $2 \text{ mbar} \cdot \text{s}^{-1}$  zu erwarten (Schnittpunkt b), so ergibt die Eintragung dieses Wertes in das Diagramm der Abb. 2.76b, daß bereits eine viel kleinere Vorpumpe mit  $25 \text{ m}^3/\text{h}$  ausreichend ist (Kurve 4).

### 2.3.3 Ermittlung von Auspumpzeiten aus Nomogrammen

In der Praxis würde, etwa zur Kostenabschätzung einer geplanten Vakuumanlage, die Berechnung von Auspumpzeiten  $t$  in Abhängigkeit vom effektiven Saugvermögen  $S_{\text{eff}}$ , dem geforderten Druck  $p$  und dem Behälter-Volumen  $V$  mit den aufgeführten Gleichungen zu mühsam und zu aufwendig sein. Nomogramme sind hilfreicher. Mit dem Nomogramm der Abb. 9.7 im Abschnitt 9 können die Auspumpzeiten für Vakuumanlagen, die mit Drehkolbenpumpen evakuiert werden, schnell ermittelt werden, wenn das Saugvermögen der betreffenden Pumpe im durchfahrenen Druckbereich einigermaßen konstant ist. Mit den dort aufgeführten drei Beispielen ist die Anwendung des Nomogrammes leicht zu verstehen.

Die Auspumpzeiten von Dreh- und Sperrschieberpumpen sind, sofern das Saugvermögen der betrachteten Pumpe bis zum geforderten Druck konstant ist, an Hand des Beispiels 1 bestimmbare.

Wälzkolbenpumpen haben im allgemeinen in dem zu betrachtenden Arbeitsbereich kein konstantes Saugvermögen. Zur Abschätzung der Auspumpzeit genügt es al-

lerdings meistens, das mittlere Saugvermögen anzunehmen. Die Beispiele 2 und 3 des Nomogrammes zeigen darüber hinaus, daß bei Wälzkolbenpumpen die Kompression K nicht auf den Atmosphärendruck (1013 mbar), sondern auf den Druck zu beziehen ist, bei dem die Wälzkolbenpumpe eingeschaltet wird.

Im Feinvakuumgebiet machen sich die Gasabgabe oder Leckrate bereits erheblich bemerkbar. Das Nomogramm 9.10 im Abschnitt 9 läßt entsprechende Bestimmungen der Auspumpzeit im Feinvakuumgebiet zu.

Für viele Anwendungsfälle ist es zweckmäßig, den jeweils erreichbaren Druck in Abhängigkeit von der Auspumpzeit aufzutragen. Dies ist mit Hilfe des Nomogrammes 9.7 in Abschnitt 9 leicht möglich.

Als erstes Beispiel soll die Auspumpkurve – also die Zusammenhang zwischen Druck  $p$  (im Nomogramm als  $p_{\text{Ende}}$  bezeichnet) und Pumpzeit  $t_p$  für den Fall hergeleitet werden, daß ein  $5 \text{ m}^3$ -Behälter mittels einer einstufigen Sperrschieberpumpe E 250 evakuiert wird. Diese Pumpe hat ein Saugvermögen von  $S_{\text{eff}} = 250 \text{ m}^3/\text{h}$  und einen Enddruck  $p_{\text{end},p} = 3 \cdot 10^{-1} \text{ mbar}$  mit Gasballast und  $p_{\text{end},p} = 3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$  ohne Gasballastbetrieb. Die Zeitkonstante  $\tau = V/S_{\text{eff}}$  (siehe Gleichung 2.36) ist in beiden Fällen gleich und beträgt gemäß Nomogramm 9.7 70 s (Leiter 3). Für alle Drücke  $p_{\text{Ende}} > p_{\text{end},p}$  ergibt die Verbindungslinie vom »70 s« Punkt auf Leiter 3 mit dem  $(p_{\text{Ende}} - p_{\text{end},p})$ -Punkt auf der **rechten** Skala der Leiter 5 den entsprechenden  $t_p$ -Wert. Dieses graphische Verfahren führt zu den Kurven a und b in Abb. 2.77.

Es ist etwas mühsamer, die Auspumpkurve  $(p_{\text{Ende}}, t_p)$  im Falle einer Pumpenkombination zu bestimmen. Dies soll im zweiten Beispiel gezeigt werden: Der  $5 \text{ m}^3$ -Behälter wird mittels der Wälzkolbenpumpe WA 1001 evakuiert, die mit der ohne Gasballast arbeitenden Vorpumpe E 250 (wie oben) kombiniert ist und zwar so, daß die Wälzkolbenpumpe erst dann eingeschaltet wird, wenn der Druck im Behälter auf 10 mbar abgefallen ist. Da die Saugvermögenscharakteristik der Kombination WA 1001/E 250 – im Gegensatz zur Charakteristik der Pumpe E 250 – keineswegs mehr über den größten Teil des Druckbereichs horizontal verläuft (siehe zum Vergleich

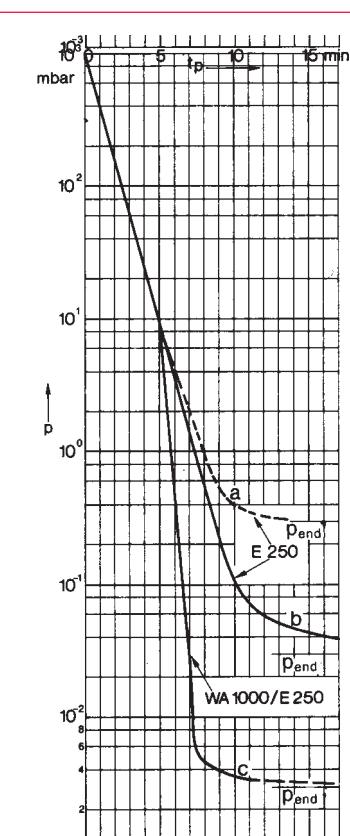


Abb. 2.77  
Auspumpzeit  $t_p$  eines  $5 \text{ m}^3$  Behälters mit einer Sperrschieberpumpe E 250 mit einem Nennsaugvermögen von  $250 \text{ m}^3/\text{h}$  mit (a) und ohne Gasballast (b), sowie der Wälzkolben-/Sperrschieber-Pumpenkombination WA1001/E250 für einen Einschalldruck der WA 1001 von 10 mbar (c).

den analogen Verlauf der Charakteristik der Kombination WA2001/E250 in Abb. 2.19) muß man als Näherung über bestimmte Druckbereiche Mittelwerte für  $S_{\text{eff}}$  einführen. Für die Kombination WA 1001/E 250 sind dies folgende:

$$S_{\text{eff}} = 800 \text{ m}^3/\text{h} \text{ für den Druckbereich von } 10 \text{ mbar bis } 1 \text{ mbar}$$

$$S_{\text{eff}} = 900 \text{ m}^3/\text{h} \text{ für den Druckbereich von } 1 \text{ mbar bis } 5 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$$

$$S_{\text{eff}} = 500 \text{ m}^3/\text{h} \text{ für den Druckbereich von } 5 \cdot 10^{-2} \text{ mbar bis } 5 \cdot 10^{-3} \text{ mbar.}$$

Der Enddruck der Kombination WA1001/E 250 beträgt:  $p_{\text{end},p} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ . Mit den angegebenen Zahlenwerten findet man analog zum ersten Beispiel die entsprechenden Zeitkonstanten und mit Hilfe der Druckreduktion R an der **linken** Skala der Leiter 5 die Auspumpzeiten  $t_p$ . Das Ergebnis ist die Kurve c in Abb. 2.77.

## Computergestützte Berechnungen bei LEYBOLD

Naturngemäß werden die Berechnungen für die Auslegung unserer Anlagen für die Industrie mittels Computerprogrammen erstellt. Diese erfordern eine hohe Rechner- und Speicherkapazität und stehen daher für einfache Überschlagsberechnungen meist nicht zur Verfügung.

## 2.3.4 Evakuieren eines Behälters bei Anfall von Gasen und Dämpfen

Die in den beiden vorangegangenen Absätzen aufgestellten Betrachtungen über die Auspumpzeiten werden erheblich verändert, wenn während des Evakuierungsprozesses Dämpfe und Gase anfallen. Insbesondere bei Ausheizprozessen, wenn also die Oberflächen des Rezipienten von Verunreinigungen gesäubert werden, können größere Dampfmengen anfallen. Die dadurch auftretenden notwendigen Auspumpzeiten hängen von den verschiedensten Parametern ab. Je höher die Rezipientenwände erhitzt werden, desto größer ist die Gas- und Dampfdesorption von den Wänden. Je heftiger aber durch diese Temperaturerhöhung die Gase und Dämpfe von den Wänden entweichen, desto schneller können sie aus dem Rezipienten entfernt werden.

Die Höhe der für derartige Ausheizprozesse zulässigen Temperaturen wird allerdings wesentlich durch das Material im Vakuumbehälter bestimmt. Genaue Auspumpzeiten lassen sich nur dann rechnerisch ermitteln, wenn die Menge der anfallenden und abzupumpenden Dämpfe bekannt ist. Da dies jedoch außer bei Trocknungsprozessen gewöhnlich nicht der Fall ist, soll auf eine quantitative Behandlung dieser Frage in diesem Rahmen verzichtet werden.

## 2.3.5 Pumpendimensionierung bei Trocknungsprozessen

Grundsätzlich sind hier zu unterscheiden: Kurzzeittrocknungen und Trocknungsprozesse, die mehrere Stunden, ja sogar Tage in Anspruch nehmen können. Unabhängig von der Trocknungsduer nehmen alle Trocknungsprozesse etwa den in Abschnitt 2.24 aufgeführten Verlauf.

Am Anwendungsbeispiel der Salztrocknung (Kurzzeittrocknung), sei ein bereits in der Praxis vielfach erprobter Trocknungsprozeß beschrieben.

### Salztrocknen

400 kg feinkörniges Salz mit einem Wassergehalt von etwa 8 Gew.-% soll in möglichst kurzer Zeit (etwa 1 Stunde) soweit getrocknet werden, daß der Wassergehalt geringer ist als 1 Gew.-%. Der zu erwartende Wassergehalt beträgt also etwa 28 kg. Das Salz wird im Rezipienten während des Trocknungsprozesses ständig durchgemischt und auf etwa 80°C erhitzt. Das Vakuumschema ist in Abb. 2.78 wiedergegeben.

Während des ersten Viertels der Trocknungszeit fällt bereits mehr als die Hälfte der Wasserdampfmenge an. Dabei ist der Kondensator die eigentliche Hauptpumpe. Infolge der hohen Wasserdampftemperatur und des zu Beginn des Trocknens sehr hohen Wasserdampfdruckes wird die Kondensationsleistung eines Kondensators erheblich erhöht. Aus Abb. 2.78 ist zu entnehmen, daß zwei parallel geschaltete Kondensatoren von je 1 m<sup>2</sup> Kondensationsfläche bei einem Ansaugdruck von 100 mbar in 15 Minuten zusammen etwa 15 kg Wasser kondensieren können. Während dieses Prozeßbeginns muß allerdings gewährleistet sein, daß der Wasserdampfdruck im Ansaugstutzen der Sperrschieberpumpe 60 mbar nicht übersteigt (siehe hierzu Abs. 2.1.5). Da die Vorpumpe hierbei nur den kleinen Teil der unkondensierbaren Gase abzupumpen hat, genügt hier eine einstufige Drehzscheiberpumpe TRIVAC S 65 B. Mit zunehmender Prozeßdauer sinkt der Wasserdampfanfall und damit der Wasserdampfdruck in den Kondensatoren. Nach Absinken des Wasserdampfdruckes im Rezipienten auf unter 27 mbar wird die Wälzkolbenpumpe (z.B. eine RUVAC WA 501) eingeschaltet. Dadurch wird der Wasserdampf schneller aus dem Rezipienten gepumpt, der Druck in den Kondensatoren steigt und ihre Kondensationsleistung wird wieder größer. Bei Erreichen des Sättigungsdampfdruckes des Wasserdampfes in den Kondensatoren werden diese durch Ventile abgetrennt. Im Rezipienten herrscht jetzt nur noch ein Wasserdampfdruck von etwa 4 mbar. Jetzt pumppt nur noch die Wälzkolbenpumpe mit

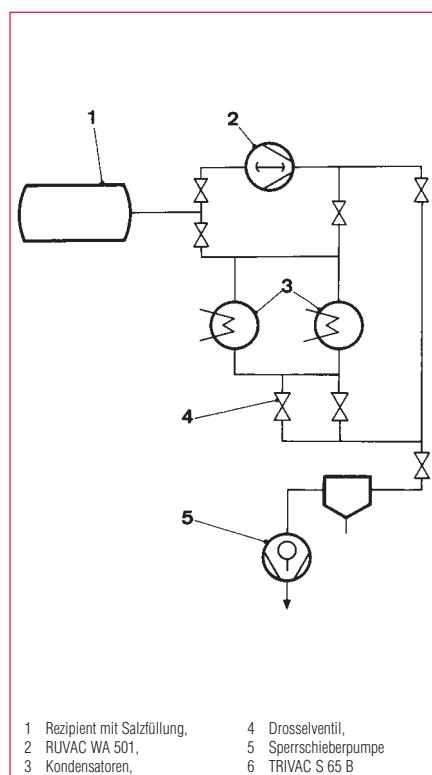


Abb. 2.78  
Vakuumschema zur Salztrocknung. Pumpenkombination Wälzkolbenpumpe-Kondensator-Sperrschieberpumpe mit Ventilen zur stufenweisen Schaltung des Pumpprozesses (siehe Text)

der Gasballastpumpe als Vorpumpe, bis sich ein Wasserdampfdruck von etwa 0,65 mbar im Rezipienten eingestellt hat. Aus Erfahrung kann man annehmen, daß das Salz jetzt den gewünschten Trocknungsgrad erreicht hat.

### Papieretrocknen

Will man die Pumpen für einen längeren Prozeßablauf richtig dimensionieren, so ist es zweckmäßig, sich den Prozeßablauf in die charakteristischen Teilabschnitte zerlegt zu denken. Wie dabei im einzelnen vorgegangen wird, soll am Beispiel der Papieretrocknung erläutert werden. Das Papier habe einen Anfangsfeuchtigkeitsgehalt von 8 %, der Kessel das Volumen V.

### 1. Evakuieren

Die Vorpumpe muß gemäß dem Kesselvolumen und der gewünschten Auspumpzeit dimensioniert werden. Diese Auspumpzeit richtet sich nach der gewünschten Prozeßdauer: Soll der Prozeß der Trocknung nach 12 – 15 Stunden beendet sein, so sollte die Auspumpzeit nicht länger als 1 Stunde dauern. Die Größe der Vorpumpe läßt sich leicht nach Abschnitt 2.3.1 berechnen.

### 2. Vortrocknen

Beim Vortrocknen werden – je nach dem Druckbereich, in dem gearbeitet wird – etwa 75 % der Feuchtigkeit entzogen. Dieses Vortrocknen soll das erste Drittel der Trocknungszeit einnehmen. Wie schnell dieses Vortrocknen abläuft, hängt fast ausschließlich von der genügenden Wärmezufuhr ab. Zum Vortrocknen von einer Tonne Papier in 5 Stunden müssen 60 kg Wasser verdampft werden, d.h. es ist ein Energieaufwand zur Wasserverdampfung von rund 40 kWh notwendig. Da gleichzeitig das Papier auf seine Trocknungs temperatur von ca. 120°C erwärmt werden soll, müssen im Mittel ca. 20 kW zugeführt werden. Der mittlere Dampfanfall pro Stunde beträgt 12 kg. Ein Kondensator, der eine Leistung von 15 kg/h hat, dürfte also zur Wasserkondensation ausreichen. Ist das Papier vor dem Evakuieren – etwa durch Umlufttrocknung – gut vorgeheizt, muß man in der ersten Trocknungsstunde mit dem doppelten Dampfanfall rechnen.

### 3. Haupttrocknen

Im zweiten Abschnitt soll der Druck in weiteren 5 Stunden von 20 auf etwa 5,3 mbar gesenkt werden und 75 % der Restfeuchtigkeit (d.h. 19 % der Gesamtfeuchtigkeit oder 15 kg) entzogen werden. Die Pumpe muß also nach den Gleichungen (2.37) und (2.38) ein Saugvermögen haben von

$$S_{\text{eff}} = \frac{V \cdot \Delta p}{t \cdot p}$$

Nach Gleichung 1.7 entsprechen 15 kg Wasserdampf bei 15°C einer Wasserdampfmenge von

$$V \cdot \Delta p = \frac{m \cdot R \cdot T}{M} = \frac{15 \cdot 83,14 \cdot 288}{18} \approx \\ \approx 20000 \text{ mbar} \cdot \text{m}^3 \quad \text{folglich ist}$$

$$S_{\text{eff}} = \frac{20000}{5 \cdot 5,3} = 750 \text{ m}^3/\text{h}$$

Damit wäre die Wälzkolbenpumpe RUVAC WA 1001 die geeignete Pumpe. Die noch zulässige Restfeuchtigkeit des Produktes bestimmt den zu erreichenden Enddruck. Die Relation zwischen Enddruck und Restfeuchtigkeit ist für jedes Produkt eindeutig bestimmt, jedoch von Produkt zu Produkt verschieden; in unserem Hause liegen darüber langjährige Erfahrungen vor. Nehmen wir an, es sei eine 0,1 %ige Restfeuchtigkeit

keit gefordert und der hierfür notwendige Endtotaldruck sei  $6 \cdot 10^{-2}$  mbar. Während der letzten 5 Stunden fallen dann die restlichen 6 % des Feuchtigkeitsgehaltes oder 5 kg Wasser an. Bei einem mittleren Druck von ca. 0,65 mbar ergibt sich ein Dampfanfall von 2000 m<sup>3</sup>/h. Es bieten sich zwei Möglichkeiten an:

- a) Man arbeitet weiterhin mit der oben erwähnten RUVAC WA 1001. Gemäß der anfallenden Wasserdampfmenge stellt sich der Endtotaldruck ein. Man wartet, bis ein Druck von etwa  $6,5 \cdot 10^{-2}$  mbar erreicht ist, was natürlich etwas länger dauert.
- b) Man dimensioniert die Wälzkolbenpumpe von vornherein etwas größer (z. B. mit einem Saugvermögen von etwa 2000 m<sup>3</sup>/h ist die RUVAC WA 2001 geeignet). Für größere Papiermengen (z.B. 5000 kg) sind Pumpsätze geeignet, die bei einem Saugvermögen für Wasserdampf bis 20.000 m<sup>3</sup>/h den Druck automatisch von 27 auf  $10^{-2}$  mbar senken. Die gesamte Trocknungszeit wird durch den Einsatz solcher Pumpensätze wesentlich verkürzt.

### 2.3.6 Flansche und ihre Abdichtungen

Lösbare Verbindungen von metallischen Vakuumbauelementen, Pumpen, Ventilen, Rohrleitungen usw. werden im allgemeinen mit Flanschen hergestellt. LEYBOLD-Bauelemente für Grob-, Fein- und Hochvakuum sind serienmäßig mit folgenden Flanschsystemen ausgerüstet:

- **Kleinflansche (KF)** (Schnellverbindungen nach DIN 28 403) der Nennweiten **10, 16, 20, 25, 32, 40** und **50**. Die Nennweiten 10, 16, 25 und 40 sind Vorzugsnennweiten gemäß den PNEUROP-Empfehlungen und den ISO-Empfehlungen des technischen Komitees TC/112 (siehe auch Abschnitt 11). Zur Verbindung von zwei identischen Flanschen ist ein Spannring und ein Zentrierring erforderlich.
- **Klammerflansche (ISO-K)** der Nennweiten **63, 100, 160, 250, 320, 400, 500** und **630**. Auch diese Flansche entsprechen hinsichtlich der Nennweite und Konstruktion den PNEUROP- und ISO/TC 112-Empfehlungen. Klammer-

flansche können mit Klammerschrauben oder mit Hilfe von Überwurfflanschen verbunden werden. Zur Abdichtung sind Zentrierringe oder Dichtscheiben nötig.

- **Feste Flansche (ISO-F)** aller Nennweiten siehe oben (nach PNEUROP und ISO/TC 112). In Sonderfällen werden allerdings auch Festflansche mit kleineren Nennweiten verwendet. Klammerflansche und Festflansche entsprechen der DIN 28 404.

Die Nennweite entspricht im allgemeinen dem freien Innendurchmesser des Flansches in mm. Abweichungen zählen zu den Ausnahmen: So hat z. B. der Klammerflansch DN 63 einen Innendurchmesser von 70 mm. Siehe auch Tabelle XI in Abschnitt 9.

**HV**-Bauteile bestehen aus Aluminium oder aus Edelstahl. Die Edelstahlausführung ist zwar etwas teurer, bietet aber eine Reihe von Vorteilen: Geringe Gasabgabe, korrosionsfest, ausheizbar bis 200°C, Metalldichtungen möglich, und nicht zuletzt eine gegenüber Aluminium wesentlich höhere Kratzfestigkeit.

**UHV**-Bauteile bestehen aus Edelstahl und sind mit hochausheizbaren **CF-Flanschen** ausgerüstet, die beginnend bei Nennweite 16 bis zur Nennweite 250 serienmäßig gefertigt werden. CF-Flansche werden sowohl als Festflansche als auch mit drehbaren Überwurfflanschen geliefert. Sie können mit CONFLAT®-Flanschen (eingetragenes Warenzeichen der Firma Varian, Palo Alto, California, USA) fast aller Hersteller verbunden werden. Zum Dichten werden Kupfer-Dichtringe verwendet.

Die freie Öffnung der Flansche sollte grundsätzlich nicht kleiner sein als der Querschnitt der Rohrleitungen und Bauelemente, die durch sie verbunden werden. Sofern keine aggressiven Gase und Dämpfe abgepumpt werden und das Vakuumssystem keinen Temperaturen oberhalb 80°C ausgesetzt wird, genügen zum Abdichten der Flansche Runddichtringe aus Perbunan. Dies ist oft für Arbeiten im Grob-, Fein- und auch im Hochvakuum-Bereich der Fall und darüber hinaus, um Vakuumssysteme vor der endgültigen Montage auf Funktionsstüchtigkeit zu überprüfen.

Alle Edelstahlflansche können ohne Beeinträchtigung der Funktionsfähigkeit bis 200°C ausgeheizt werden. Als Dichtmaterial ist dann jedoch Perbunan ungeeignet. Mit Dichtringen aus **VITILAN**®, (spezielles Viton), können Ausheizprozesse bis zu maximal bis **150°C** und mit **Aluminium-Dichtringen bis 200°C** durchgeführt werden. Nach derartigen Ausheizprozessen lassen sich in Vakuum-Anlagen Drücke bis  $10^{-8}$  mbar, also bis in den UHV-Bereich erzeugen.

Zum Erzeugen von Drücken unterhalb  $10^{-8}$  mbar sind höhere Ausheiztemperaturen nötig. Wie bereits näher erläutert (siehe Abschnitt 2.2.6), erfordert das Arbeiten im UHV-Bereich grundsätzlich eine andere Arbeitstechnik und die Verwendung von CF-Flanschen mit metallischen Dichtringen.

### 2.3.7 Auswahl geeigneter Ventile

Die Vakuumtechnik stellt höchste Ansprüche an Funktion und Betriebssicherheit der Ventile, die oft an einer Anlage in großer Zahl benötigt werden. Diese Ansprüche sind nur dann zu erfüllen, wenn für jeden Anwendungsfall das hinsichtlich seiner Bauweise, Betätigungsart und Größe richtige Absperrorgan eingesetzt wird. Daneben sind für den Aufbau und die Arbeitsweise von Vakumanlagen aber auch vakuumbeschleunigende Funktionswerte, wie Leitwerte und Dichtheit der Ventile, von großer Bedeutung.

Um eine möglichst geringe Drosselung des Saugvermögens der Pumpe durch die Ventile zu erreichen, sind diese so konstruiert, daß ihr Leitwert bei maximaler Öffnung im Grob- und Feinvakumbereich der gleiche ist wie bei entsprechenden Rohrbauteilen – im Falle eines Eckventils also gleich dem Leitwert eines Rohrbogens gleicher Nennweite und gleichen Eckmaßes. Der Leitwert der Ventile bei Molekularströmung, d. h. also im Hoch- und Ultrahochvakuum-Bereich, ist ebenfalls so hoch, daß keine nennenswerte Drosselung auftritt. Diese Leitwerte sind im Katalog angegeben.

Den hohen Dichtheitsforderungen entsprechend, werden hochwertige Vakuumventile so konstruiert, daß bei der Betätigung keine Verschleppung von Gasmolekülen, die auf der Oberfläche des Ventilschaftes haften, von der Atmosphäre

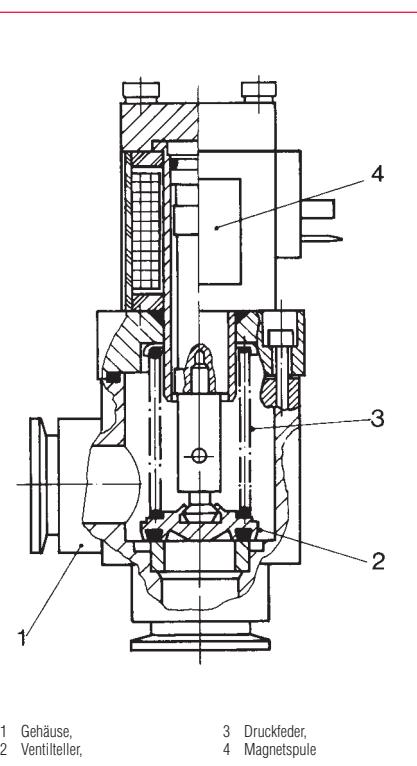


Abb. 2.79  
Vakuum-Eckventil mit elektromagnetischem Antrieb

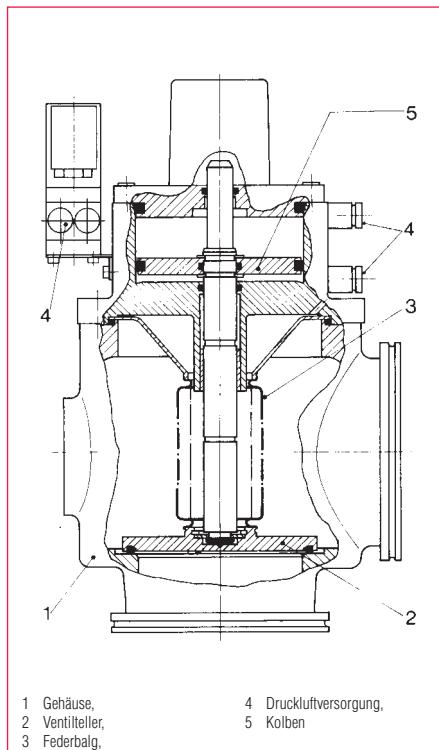


Abb. 2.80  
Vakuum-Eckventil mit elektropneumatischem Antrieb

re in das Vakuum erfolgen kann. Diese Ventile besitzen daher Metallfederbälge zur Abdichtung des Ventilschaftes gegen die Atmosphäre, oder es existieren zwischen Atmosphäre und Vakuum nur statische Dichtungen. Zur dieser Gruppe

gehören alle Fein- und Hochvakuumventile mit Handbetätigung oder elektropneumatischem Antrieb (Abb. 2.80) und die Magnetventile (Abb. 2.79) von LEYBOLD. Die Leckraten dieser Ventile nach außen und am Ventilsitz sind kleiner als  $10^{-9}$  mbar  $\text{s}$ .

Für spezielle, sehr hohe Ansprüche mit besonders häufigen und schnellen Schaltzyklen werden auch Ventile mit fettüberlagerten Abdichtungen gebaut, deren Leckrate ebenfalls höchstens  $10^{-9}$  mbar  $\text{s}$  beträgt. Eine Sonderstellung nehmen hierbei allerdings Pendelschieber in Normalausführung ein. Sie können trotz einer fettaberlagerten Dichtung zwischen Vakuum und Atmosphäre hinsichtlich der Leckrate den hochwertigen federbalgedichteten Ventilen gleichgesetzt werden, weil die Antriebsachse in der Dichtung nur eine Drehbewegung ausführt und deshalb keine Gasverschleppung in den Vakuumraum stattfindet. Pendelschieber werden allerdings von LEYBOLD nicht gefertigt.

Für Arbeitsdrücke bis herab zu  $10^{-7}$  mbar genügen die Ventile in ihrer Normalausführung, d.h. Dichtungen und Gehäusematerial sind aus Werkstoffen, bei denen die Permeation und die Gasabgabe der Oberfläche noch keine entscheidende Bedeutung für den Arbeitsprozeß besitzen.

Werden Drücke bis zu  $10^{-9}$  mbar verlangt, sind meist Ausheizprozesse bis zu  $200^\circ\text{C}$  notwendig. Diese Temperaturen verlangen sowohl wärmebeständige Dichtungen (Vitilan) als auch Materialien mit geringer Gasabgabe, hoher Festigkeit und guter Oberfläche. Für diese Zwecke werden Ventile in Edelstahlausführung eingesetzt. Flanschverbindungen können darüber hinaus mit Aluminiumdichtungen ausgerüstet werden, wobei die bei Elastomer-Dichtungen unvermeidlichen Permeationsraten entfallen. Im UHV-Bereich haben diese Fragen besondere Bedeutung, weshalb vorwiegend metallische Dichtungen eingesetzt werden müssen. Die an der Oberfläche der Werkstoffe haftenden Gasmoleküle gewinnen bei Drücken unter  $10^{-9}$  mbar sehr großen Einfluß, sie können in vertretbaren Zeiträumen nur durch gleichzeitiges Ausheizen abgepumpt werden. Ausheiztemperaturen bis zu  $450^\circ\text{C}$ , die in der UHV-Technik angewendet werden müssen, stellen besondere Anforderungen an die Dichtwerkstoffe und die gesamte Dichtungs-

geometrie. Als Dichtungen kommen dafür meist Kupfer oder Gold in Frage.

Die vielfältigen Einsatzgebiete verlangen Ventile mit verschiedenen Antriebsarten; neben handbetätigten Ventilen solche mit elektropneumatischem, magnetischem und – bei Dosierventilen – motorischem Antrieb. Die Variationsmöglichkeiten werden durch unterschiedliche Gehäuseausführungen noch erweitert. Neben verschiedenartigen Werkstoffen werden Eck- und Durchgangsventile angeboten. Der Nennweite und dem Einsatzbereich entsprechend sind die Anschlußflansche als Kleinflansche (KF), Klammerflansche (ISO-K), Festflansche (ISO-F) oder UHV-Flansche (CF) ausgebildet.

Neben den Vakuumventilen, die reine Absperrfunktionen in einem Vakuumsystem besitzen, gibt es auch eine Reihe von Ventilen, die für spezielle Verwendungszwecke gebaut werden. Zu dieser Gruppe gehören z. B. die Dosierventile, deren Palette den Dosierbereich von  $10^{-10}$  cm $^3$ /s (NTP) bis zu  $1,6 \cdot 10^3$  cm $^3$ /s (NTP) abdeckt. Sie können, mit einem motorischen Antrieb versehen, ferngesteuert werden und in Verbindung mit einem Druckmeßgerät gewünschte Verfahrensdrücke einstellen und halten.

Andere Spezialventile haben Sicherheitsfunktionen; sie dienen zum schnellen, automatischen Absperren von Diffusionspumpen oder Vakumanlagen bei Stromausfall. In diese Gruppe gehören zum Beispiel die SECUVAC Ventile, die bei Stromausfall die Vakumanlage gegenüber dem Pumpensystem absperren und das Vorvakuumpumpensystem belüften. Das Vakuumsystem wird nach Wiedereinsetzen der Stromversorgung erst dann freigegeben, wenn ein gewisser Mindestdruck erreicht ist (ca. 200 mbar).

Beim Auftreten von aggressiven Gasen oder Dämpfen in Verfahrensabläufen werden im allgemeinen Ventile in Edelstahlausführung mit Vitilandichtungen eingesetzt. Für die Kernverfahrenstechnik sind Ventile mit speziellen Elastomer- oder Metalldichtwerkstoffen entwickelt worden. Über ihre Anwendungsbereiche und Ausführungsformen unterrichten wir Sie auf Anfrage.

## 2.3.8 Gasschleusen und Verschußventile

In vielen Fällen ist es wünschenswert, evakuierte oder mit Gas gefüllte Behälter nicht nur dicht verschließen zu können, sondern auch die Möglichkeit zu haben, den Druck/das Vakuum in diesen Behältern zu einem späteren Zeitpunkt zu überprüfen und eventuell nachzuevakuieren bzw. die Gasfüllung zu ergänzen oder auswechseln zu können.

Dies kann besonders einfach durch ein Verschlußventil von LEYBOLD erreicht werden, das über eine zugehörige Gasschleuse betätigt wird: Der Kleinflanschanschluß des evakuierten oder gasgefüllten Behälters wird durch ein kleines Verschlußstück, welche das eigentliche Ventil bildet, innerhalb des Rohrabsatzes hermetisch verschlossen. Die zur Betätigung erforderliche Gasschleuse wird nach der Evakuierung oder Gasfüllung vom Kleinflansch abgenommen. Somit genügt eine Gasschleuse zur Betätigung von unbegrenzt vielen Verschlußventilen. Die Abb. 2.81 zeigt die Schnittzeichnung einer solchen Anordnung. Gasschleusen und -Verschlußventile werden von LEYBOLD in den Nennweiten DN 16 KF, DN 25 KF und DN 40 KF hergestellt und sind aus Edelstahl. Die Leckrate der Verschlußventile ist kleiner  $1 \cdot 10^{-9}$  mbar/s; sie sind überdruckbeständig bis 2,5 bar, temperaturbeständig bis 150°C, und können gegen Verschmutzung mit einem Standard-Blindflansch abgesichert werden.

Ein typisches Anwendungsbeispiel sind doppelwandige Behälter mit Isoliervakuum wie Dewargefäße, Flüssiggas-(Tankwagen) behälter oder Fernwärme-Rohrleitungen etc. Aber auch für das Evakuieren bzw. Nachevakuieren von Referenz- und Stützvakua an wissenschaftlichen Geräten werden gerne Verschlußventile mit Gasschleusen verwendet. Bislang war es erforderlich, ständig eine Pumpe angeschlossen zu haben, um gegebenenfalls nachevakuieren zu können. Durch den Einsatz von Gasschleusen mit Verschlußventilen wird der Behälter vakuumdicht verschlossen und die Pumpe wird nur noch gelegentlich zum Überprüfen bzw. Nachevakuieren benötigt.

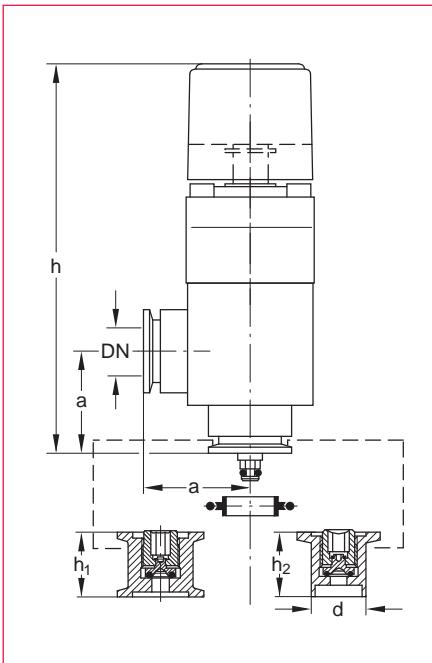


Abb. 2.81  
Gasschleuse mit Zentrierring und Verschlußventil,  
Schnitzzeichnung

## 3. Vakuummessung, -überwachung, -steuerung und -regelung

Der heute der Messung zugängliche Druckbereich des Vakuums erstreckt sich von 1013 mbar bis  $10^{-12}$  mbar, also über 15 Zehnerpotenzen. Diese enorme Dynamik wird in der Analogiebetrachtung von Vakuumdruckmessung und Längenmessung besonders deutlich, die in Tabelle 3.1 dargestellt ist.

Analogiebetrachtung		
Erfassung durch	Absolutdruck	Länge
Erfahrungswelt des Menschen	1 bar	1 m
einfache Meßmittel	> 1 mbar	> 1 mm
mechanische Meßmittel	> $10^{-3}$ mbar	> 1 μm
indirekte Verfahren	$10^{-9}$ mbar	≈ 1/100 AtomØ
extreme indirekte Verfahren	$10^{-12}$ mbar	≈ 0,18 ElektronenØ

Tabelle 3.1

Zur Messung in diesem weiten Druckbereich dienen Meßgeräte, die als Vakuummeter bezeichnet werden. Da es aus physikalischen Gründen unmöglich ist, ein Vakuummeter zu bauen, mit dem man im gesamten Vakumbereich quantitativ messen kann, stehen zur Überdeckung des Gesamtbereiches eine Reihe von Vakuummetern zur Verfügung, von denen jedes einen charakteristischen Meßbereich besitzt, der sich meist über einige Zehnerpotenzen erstreckt (siehe Abb. 9.16a). Um den einzelnen Vakuummeterarten möglichst große Meßbereiche zuordnen zu können, wird in Kauf genommen, daß die Meßunsicherheit an den oberen und unteren Bereichsgrenzen OG und UG sehr stark – mitunter bis auf 100% – ansteigt. Dieser Zusammenhang ist in Abb. 3.1 am Beispiel des VISCOVAC's dargestellt. Man muß also zwischen Meßbereich wie im Katalog angegeben und Meßbereich für „genaues“ Messen unterscheiden. Die Meßbereiche

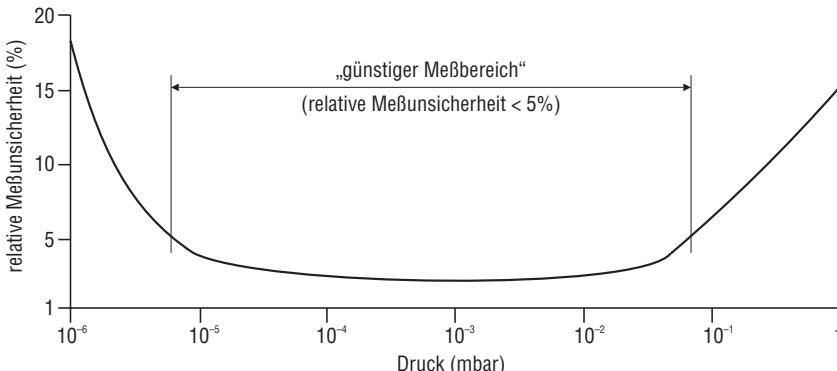


Abb. 3.1  
Meßunsicherheitsverteilung über den Meßbereich: VISCOVAC

der einzelnen Vakuummeter sind nach oben und unten durch physikalische Effekte begrenzt.

### 3.1 Grundsätzliches zum Messen niedriger Drücke

Vakuummeter sind Geräte zum Messen von Gasdrücken unterhalb des Atmosphärendruckes (DIN 28400, Teil 3, 1992). In vielen Fällen ist die Druckanzeige gasartabhängig. Bei Kompressions-Vakuummetern ist zu beachten, daß bei Vorhandensein von Dämpfen durch die Kompression Kondensation eintreten kann, wodurch die Druckanzeige verfälscht wird. Kompressions-Vakuummeter messen die Summe der Partialdrücke aller bei der Messung nicht kondensierenden Gaskomponenten. Bei mechanisch verdichtenden Pumpen kann auf diese Weise der Partial-Enddruck gemessen werden (siehe 1.1). Eine andere Möglichkeit diesen Druck zu messen, ist die kondensierbaren Anteile in einer LN<sub>2</sub>-Kühlfalle auszufrieren. Die exakte Messung von Partialdrücken bestimmter Gase oder Dämpfe erfolgt mit Hilfe von Partialdruck-Meßgeräten, die auf massenspektrometrischer Grundlage arbeiten (siehe Abschnitt 4).

#### Gasartabhängigkeit der Druckanzeige

Bei Vakuummetern haben wir zu unterscheiden zwischen:

1. Geräten, die den **Druck** definitionsgemäß als **Kraft, die auf eine Fläche wirkt**, messen, den sogenannten **direkten** oder **absoluten Vakuummetern**. Diese Kraft, welche die Teilchen bei ihren Stößen auf

die Wand ausüben, ist nach der kinetischen Gastheorie nur von der Zahl der Gastteilchen pro Volumeneinheit (Teilchenanzahldichte n) und ihrer Temperatur abhängig, nicht jedoch von ihrer molaren Masse. Die **Anzeige ist gasartunabhängig**. Hierher gehören Flüssigkeits-Vakuummeter und mechanische Vakuummeter.

2. Geräten mit **indirekter Druckmessung**. Bei diesen wird der Druck als Funktion einer druckabhängigen (genauer: dichteabhängigen) Eigenschaft (Wärmeleitfähigkeit, Ionisierungswahrscheinlichkeit, elektrische Leitfähigkeit) des Gases ermittelt. Diese Eigenschaften sind außer vom Druck auch von der molaren Masse der Gase abhängig. Die **Anzeige ist gasartabhängig**.

Die Skalen dieser Druckmeßgeräte beziehen sich stets auf Luft oder Stickstoff als Meßgas. Für andere Gase oder Dämpfe müssen – meist auf Luft oder Stickstoff bezogene – Korrekturfaktoren angegeben werden (siehe Tabelle 3.2). Daraus folgt, daß zum genauen Druckmessen mit indirekt messenden Vakuummetern, welche die Teilchenanzahl dichte durch Zufuhr elektrischer Energie bestimmen (indirekte Druckmessung), die Kenntnis der Gaszusammensetzung wichtig ist. In der Praxis ist die Gaszusammensetzung meist nur in grober Näherung bekannt. Vielfach genügt es aber zu wissen, ob in dem Gasgemisch, dessen Druck gemessen werden soll, vorwiegend leichte oder schwere Moleküle vorhanden sind (z.B. Wasserstoff bzw. Treibdampfmoleküle).

**Beispiel:** Wird mit einem Ionisations-Vakuummeter der Druck eines Gases ge-

messen, das im wesentlichen aus Treibmittelmolekülen besteht, so ist die (für Luft oder N<sub>2</sub> geltende) Druckanzeige – gemäß Tabelle 3.2 – etwa um den Faktor 10 zu hoch.

Die Messung von Drücken im Grobvakuum-Bereich läßt sich durch Vakuummeter mit direkter Druckmessung relativ genau durchführen. Die Messung niedrigerer Drücke dagegen ist fast immer mit einer Reihe prinzipieller Fehler behaftet, welche die Meßgenauigkeit von vornherein begrenzen, so daß sie in keiner Weise mit der sonst in der Meßtechnik üblichen Meßgenauigkeit verglichen werden kann. Schon um im Fein- und Hochvakuum-Bereich eine Druckmessung mit einer Meßunsicherheit kleiner als 50% durchzuführen, ist eine erhöhte Sorgfalt des Experimentators notwendig. Druckmessungen, die bis auf wenige Prozent genau sein sollen, erfordern einen großen Aufwand und im allgemeinen die Anwendung spezieller Meßinstrumente. Dies gilt in besonderem Maße für alle Druckmessungen im Ultrahochvakumbereich ( $p < 10^{-7}$  mbar).

Will man eine Aussage über einen von einem Vakuummeter angezeigten Druck machen, so hat man in erster Linie darauf zu achten, an welcher Stelle und in welcher Weise das Meßsystem angeschlossen ist. In allen Druckgebieten, in denen laminare Strömungen vorherrschend sind ( $10^{13} > p > 10^{-1}$  mbar), hat man das beim Auspumpen sich einstellende Druckgefälle zu beachten. Unmittelbar vor der Pumpe (vom Rezipienten aus gesehen) stellt sich ein niedrigerer Druck ein als im Behälter. Selbst Bauteile hohen Leitwertes können ein solches Druckgefälle bewirken. Schließlich darf der Leitwert der Verbindungsleitung zwischen Vakuumsystem und Meßsystem nicht zu klein sein, weil diese sonst im Druckgebiet laminarer Strömung zu langsam leergepumpt wird, so daß ein zu hoher Druck angezeigt wird.

Im Hoch- und Ultrahochvakuum liegen die Verhältnisse komplizierter. Hier kann den jeweiligen Einbauverhältnissen entsprechend, durch Gasabgabe der Meßröhrenwände oder bei ungenügendem Ausheizen des Meßsystems ein zu hoher Druck oder auch – bei sehr gut ausgeheizter Meßröhre – ein zu niedriger Druck angezeigt werden. Im Gebiet des Hoch- und Ultrahochvakuums kann der Druckausgleich zwischen Vakuumsystem und Meßröhre

sehr lange dauern. Wenn möglich wird man sogenannte Einbaumeßsysteme verwenden. Diese werden ohne Verbindungsleitung und ohne umgebenden Glaskolben direkt in das Vakuumsystem eingeführt und mit dem Basisflansch daran befestigt. Die Beeinflussung der Druckmessung durch den Meßvorgang selbst muß stets besonders beachtet werden. So können in Ionisations-Vakuummetern, die mit heißer Kathode arbeiten, Gasteilchen, insbesondere die der höheren Kohlenwasserstoffe, thermisch zersetzt werden. Dadurch ändert sich die Gaszusammensetzung. Derartige Effekte spielen vor allem bei der Druckmessung im Ultrahochvakuum eine Rolle. Das gleiche gilt für die in Ionisations-Vakuummetern, insbesonders in Penning-Vakuummetern, auftretende Gasaufzehrung, die größtenteils mäßig  $10^{-2}$  bis  $10^{-1}$   $\text{mbar}$  beträgt. Verschmutzung des Meßsystems, elektrische und magnetische Fremdfelder, Isolationsfehler und unzulässig hohe Umgebungstemperaturen verfälschen die Druckmessung. Wie sich diese grundsätzlich vermeidbaren Fehler auswirken und welche Abhilfen erforderlich sind, ist bei der Besprechung der einzelnen Meßsysteme angegeben und im Abschnitt 8.4 noch einmal zusammengefaßt.

## Auswahl der Druckmeßgeräte

Bei der Auswahl des geeigneten Meßinstrumentes für eine Druckmessung ist nicht nur der gewünschte Druckbereich entscheidend. Auch die Betriebsbedingungen, bei denen das Gerät arbeiten soll, spielen eine große Rolle. Soll unter schwierigen Betriebsbedingungen gemessen werden, d.h. besteht eine erhöhte Verschmutzungsgefahr, sind Erschütterungen der Röhre nicht auszuschließen, Lufteinbrüche zu erwarten usw., so muß das Meßinstrument robust sein. In industrielle Anlagen werden Feder- und Membran-Vakuummeter, Wärmeleitungs-Vakuummeter, Glühkathoden-Ionisations-Vakuummeter und Penning-Vakuummeter verwendet. Einige dieser Meßgeräte sind empfindlich gegen rauhe Betriebsbedingungen. Sie sollen und können nur dann mit Erfolg verwendet werden, wenn die oben genannten Fehlerquellen soweit wie möglich ausgeschaltet und die Meßhinweise beachtet werden.

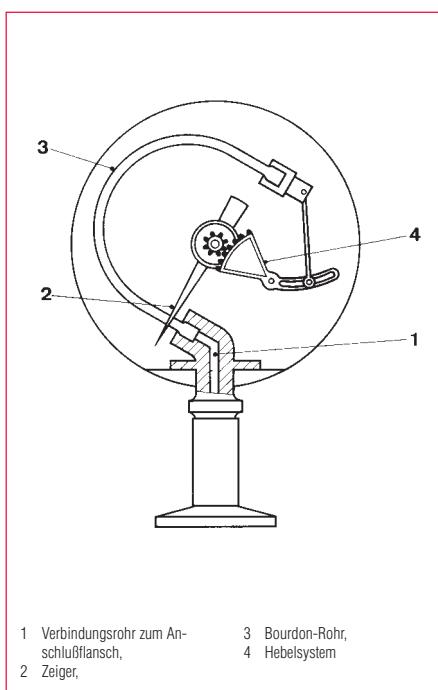


Abb. 3.2  
Schnitzeichnung eines Bourdon-Federvakuummeters

## 3.2 Vakuummeter mit gasartunabhängiger Druckanzeige

Mechanische Vakuummeter messen den Druck direkt durch Registrierung der Kraft, welche die Teilchen (Moleküle und Atome) in einem gasgefüllten Raum auf Grund ihrer thermischen Geschwindigkeit auf eine Fläche ausüben.

### 3.2.1 Feder-Vakuummeter

Das Innere eines kreisförmig gebogenen Rohres, des »Bourdonrohres« (3) wird an den zu evakuierenden Behälter angeschlossen (Abb. 3.2). Durch die Wirkung des äußeren Luftdruckes wird das Ende des Rohres beim Evakuieren mehr oder weniger gebogen. Dadurch wird das dort angreifende Zeigerwerk (4) und (2) betätigt. Die Skala ist linear. Da die Druckanzeige vom äußeren Luftdruck abhängig ist, ist die Anzeige nur auf etwa 10 mbar genau, sofern die Veränderung des Luftdrucks nicht korrigiert wird.

### 3.2.2 Membran-Vakuummeter

Die bekannteste Ausführung eines Membran-Vakuummeters ist das Barometer mit

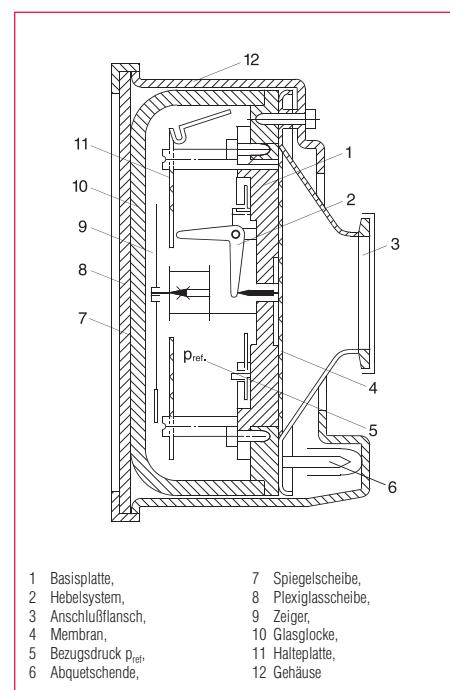


Abb. 3.3  
Schnitzeichnung des Membran-Vakuummeters  
DIAVAC DV 1000

einer Aneroid-Dose als Meßsystem. Es enthält eine hermetisch verschlossene evakuierte dünnwandige Membran-Dose aus einer Kupfer-Beryllium-Legierung. Mit geringer werdendem Druck bukt sich die Dose aus. Diese Ausbeulung wird durch ein Hebelelement auf einen Zeiger übertragen. Das **Kapselfeder-Vakuummeter**, dessen System derart aufgebaut ist, zeigt den Druck in linearer Skalenteilung unabhängig vom äußeren Atmosphärendruck an.

### 3.2.2.2 DIAVAC Membran-Vakuummeter

Häufig ist unterhalb 50 mbar eine möglichst genaue Druckanzeige erwünscht. Hierzu ist ein anderes Membran-Vakuummeter, das DIAVAC, geeignet, dessen Druckskala zwischen 1 und 100 mbar stark gespreizt ist. Der Teil des Innenraumes, in dem sich das Hebelelement (2) des Meßkopfes befindet (siehe Abb. 3.3), ist auf einen Bezugspunkt  $p_{ref}$  von weniger als  $10^{-3}$  mbar evakuiert. Den Abschluß gegen den Rezipienten bildet eine tellerförmige Membran (4) aus Edelstahl. Solange der Rezipient nicht evakuiert ist, wird diese Membran fest gegen die Wand (1) gedrückt. Mit zunehmender Evakuierung wird die Differenz zwischen dem zu messenden Druck  $p_x$  und dem Vergleichsdruck geringer. Die Membran biegt sich erst nur schwach, dann aber, unterhalb von 100

mbar, immer stärker durch. Auch beim DIAVAC wird die Membran-Durchbiegung auf einen Zeiger (9) übertragen. Dabei ist besonders der Meßbereich zwischen 1 und 20 mbar stark gedehnt und daher der Druck recht genau (auf etwa 0,3 mbar) erfassbar. Die Erschütterungsempfindlichkeit dieses Gerätes ist etwas größer als beim Kapselfeder-Vakuummeter.

### 3.2.2.3 Präzisions-Membran-Vakuummeter

Eine wesentlich höhere Meßgenauigkeit als Kapselfeder-Vakuummeter und DIAVAC haben Präzisions-Membran-Vakuummeter. Diese ähneln in ihrem Aufbau dem Kapselfeder-Vakuummeter. Die Skala ist linear. Die Präzisionsausführung ist so weit getrieben, wie es der heutige Stand der Technik zuläßt. Man erhält so Geräte, die z. B. bei 20 mbar Vollausschlag die Messung von  $10^{-1}$  mbar gestatten. Entsprechend der größeren Präzision ist auch die Erschütterungsempfindlichkeit größer.

Kapselfeder-Vakuummeter messen den Druck auf 10 mbar genau (wegen der linearen Skala ist die Genauigkeit bei kleinen Drücken am geringsten). Sollen nur Drücke unter 30 mbar gemessen werden, so ist das DIAVAC zu empfehlen, dessen Anzeige hier (siehe oben) wesentlich genauer ist. Für allerhöchste Genauigkeitsansprüche sollten die Präzisions-Membran-Vakuummeter verwendet werden. Da diese eine lineare Skala haben, können – wenn kleine Drücke genau gemessen werden sollen und aus diesem Grund z. B. ein Meßbereich bis 20 mbar gewählt wird – höhere Drücke nicht mehr gemessen werden. Alle mechanischen Vakuummeter sind mehr oder weniger erschütterungsempfindlich. Kleine Erschütterungen, wie sie z. B. beim direkten Anflanschen an eine Vorpumpe entstehen, schaden dagegen im allgemeinen nicht.

### 3.2.2.4 Kapazitive Vakuummeter

Die Auslenkung einer Membran kann auch als „Dehnung“ oder als Kapazitätsänderung elektrisch gemessen werden. Früher wurden vier Dehnungsmeßstreifen in einer Brückenschaltung auf eine Metallmembran aufgebracht, die bei Auslenkung der Membran, also bei Zugbelastung, ihren Widerstand ändern. Solche Geräte sind bei LEYBOLD unter dem Namen **MEMBRANOVAC** bekannt geworden. Später verwendete

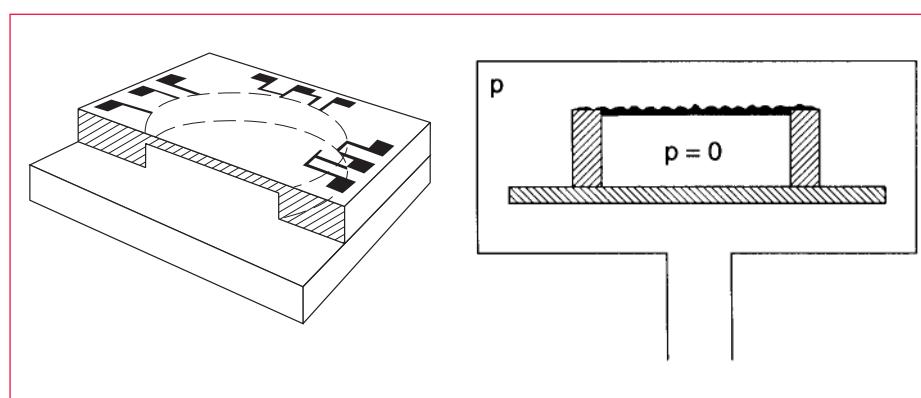


Abb. 3.4  
Piezoelektrischer Sensor, (Prinzip)

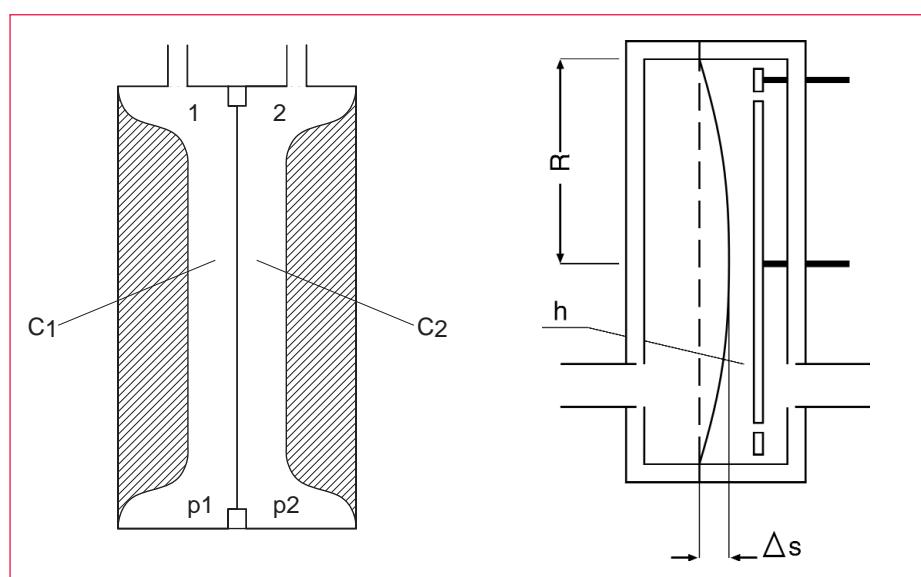


Abb. 3.5  
Kapazitiver Sensor, (Prinzip)

man Silizium-Membranen, die vier solche »Dehnungswiderstände« direkt in ihrer Oberfläche enthalten. Die elektrische Anordnung war wieder eine Brückenschaltung, wobei an zwei gegenüberliegenden Eckpunkten ein konstanter Strom eingespeist wird und an den beiden anderen Eckpunkten ein druckproportionales, lineares Spannungssignal abgegriffen wird. Abb. 3.4 zeigt das Prinzip so einer Anordnung. Solche Geräte mit der Bezeichnung **PIEZOVAC** sind noch vielfach im Einsatz. Heute wird die Auslenkung der Membran als Kapazitätsänderung eines Plattenkondensators gemessen: Die eine Elektrode des Kondensators steht fest, die andere wird durch die Membran gebildet. Bei Auslenkung der Membran wird der Abstand zwischen den Elektroden und damit die Kapazität des Kondensators verändert. Abb. 3.5 zeigt das Prinzip dieser Anordnung. Man unterscheidet Sensoren mit metalli-

schen und solche mit keramischen Membranen. Der Aufbau beider Typen ist ähnlich und wird an zwei Beispielen in Abb. 3.6 dargestellt. Kapazitäts-Vakuummeter werden von Atmosphärendruck bis  $1 \cdot 10^{-3}$  mbar eingesetzt (Im Bereich  $10^{-4}$  mbar steigt die Meßunsicherheit stark an). Um bei so kleinen Drücken noch ausreichende Durchbiegung der Membranen zu erreichen, werden für die verschiedenen Druckbereiche unterschiedlich steife (dicke) Membranen verwendet. Mit den Sensoren können jeweils 3 Zehnerpotenzen des Druckes gut erfaßt werden:

- 1013 bis 1 mbar
- 100 bis  $10^{-1}$  mbar
- 10 bis  $10^{-2}$  mbar und
- 1 bis  $10^{-3}$  mbar.

Wenn die zu messenden Drücke diese Bereichsgrenzen überschreiten, empfiehlt es

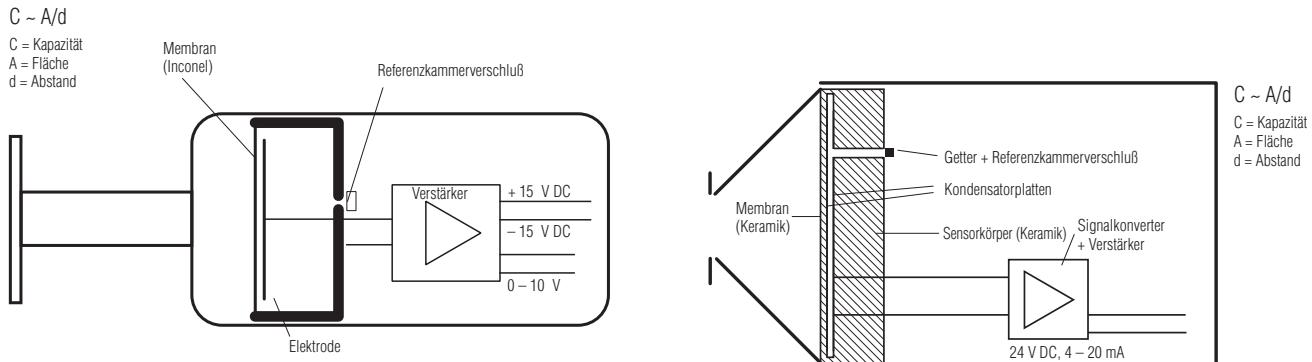


Abb. 3.6

Kapazitive Sensoren (Prinzip)

sich ein Mehrkanalgerät mit zwei oder drei Sensoren, eventuell mit automatischer Kanalumschaltung, einzusetzen. Das Kapazitätsvakuummeter stellt somit praktisch das einzige gasartunabhängige Absolutdruckmeßgerät für Drücke unter 1 mbar dar! Heute stehen zwei Ausführungen von kapazitiven Sensoren zur Verfügung:

- 1) Sensoren DI 200 und DI 2000 mit Aluminiumoxyd-Membranen, die besonders überlastfest sind, mit den Geräten MEMBRANOVAC DM 11 und DM 12
- 2) Sensoren mit Inconel-Membranen CM 1, CM 10, CM 100, CM 1000 mit besonders hoher Auflösung, mit dem Geräten DM 21 und DM 22.

### 3.2.3 Flüssigkeits- (Quecksilber-) Vakuummeter

#### 3.2.3.1 U-Rohr-Vakuummeter

Die mit Quecksilber gefüllten U-Rohr-Vakuummeter sind zugleich die einfachsten und genauesten Druckmeßgeräte im Grobvakuum-Bereich (10<sup>-3</sup> bis einige mbar). Leider ist ihr Einsatz in technischen Betrieben infolge ihrer Größe und Bruchanfälligkeit nur beschränkt möglich (siehe jedoch 3.4.1a).

In dem evakuierten Schenkel des U-förmigen Vakuummeters wird ein konstanter Druck aufrechterhalten, der dem Dampfdruck des Quecksilbers bei Zimmertemperatur entspricht (etwa 10<sup>-3</sup> mbar). Der

andere Schenkel wird mit dem Volumen verbunden, in dem der Gasdruck zu messen ist. Aus der Differenz der beiden Flüssigkeitsniveaus kann der zu messende Druck an der angebrachten mbar-Skala bestimmt werden. Die Anzeige ist unabhängig vom Atmosphärendruck.

#### 3.2.3.2 Kompressions-Vakuummeter (nach McLeod)

Ein heute nur mehr selten benutztes Vakuummeter ist das von McLeod bereits 1874 entwickelte Kompressions-Vakuummeter. In seiner verfeinerten Bauart kann das Gerät zur absoluten Druckmessung im Hochvakuum-Bereich bis herab zu 10<sup>-5</sup> mbar verwendet werden. Es wurde früher als Bezugsgerät häufig zum Kalibrieren von Feinvakuum-Meßgeräten, manchmal auch von Hochvakuum-Meßgeräten, verwendet. Allerdings waren bei derartigen Messungen zahlreiche Vorsichtsmaßregeln zu beachten, da sonst keine Aussage über die Meßgenauigkeit möglich war. Die Druckmessung erfolgt dadurch, daß eine Gasmenge, die zunächst ein großes Volumen einnimmt, durch Heben eines Quecksilberspiegels auf ein kleineres Volumen zusammengedrückt wird. Der auf diese Weise erhöhte Druck kann – nach Art des U-Rohr-Manometers – gemessen und aus ihm der ursprüngliche Druck berechnet werden (siehe nachstehende Gleichungen).

Nach der Art der Skaleneinteilung unterscheidet man zwei Formen von Kompressions-Vakuummetern: Solche mit linearer

Skala (siehe Abb. 3.7) und solche mit quadratischer Skala (siehe Abb. 3.8). Bei den Kompressions-Vakuummetern nach McLeod mit linearer Skala muß für jede Steighöhe des Quecksilbers in der Meßkapillare das Verhältnis des verbleibenden Restvolumens  $V_c$  zum Gesamtvolumen  $V$  bekannt sein; dieses Verhältnis ist auf der mitgelieferten Skala aufgetragen. Bei den Kompressions-Vakuummetern mit quadratischer Skala müssen das Gesamtvolumen und der Kapillardurchmesser  $d$  bekannt sein.

Heute wird manchmal ein »verkürztes« McLeod-Kompressions-Vakuummeter nach Kammerer zur Messung des »Partial-Enddruckes« von mechanisch verdichtenden Pumpen verwendet. Durch die hohe Kompression werden die kondensierbaren Gasanteile (Dämpfe) als Flüssigkeit ausgeschieden (das Volumen der gleichen Masse ist dann etwa um den Faktor 10<sup>5</sup> kleiner und kann bei der Messung vernachlässigt werden), so daß nur der Druck der permanent gasförmigen Anteile gemessen wird (daher auch der Ausdruck Permanentgase).

#### Meßprinzip der Kompressions-Vakuummeter

Wenn  $h$  der Niveauunterschied des Quecksilbers zwischen der Meß- und der Vergleichskapillare (in mm gemessen) ist, dann gilt nach dem Boyle-Mariotte Gesetz:

$$p \cdot V = (p + h) \cdot V_c \quad (3.1)$$

$$p = h \cdot \frac{V_c}{V - V_c} \quad (3.1a)$$

$p$  gemessen in mm Quecksilbersäule (=Torr). Ist  $V_c \ll V$ , so gilt:

$$p = h \cdot \frac{V_c}{V} \quad (3.1b)$$

$V_c$  und  $V$  müssen bekannt sein,  $h$  wird abgelesen (lineare Skala).

An diesen Beziehungen ändert sich nichts, wenn der Niveauunterschied an einer in mbar geteilten Skala abgelesen wird. Man erhält dann  $p$  in mbar:

$$p = \frac{4}{3} \cdot h \cdot \frac{V_c}{V} \quad h \text{ in mm} \quad (3.1c)$$

Wird beim Messen das Quecksilberniveau in der Meßkapillare immer so eingestellt, daß das Hg-Niveau in der Vergleichskapillare dem oberen Ende der Meßkapillare entspricht (s. Abb. 3.7 u. 3.8), so ist das Volumen  $V_c$  immer gegeben durch:

$$V_c = h \cdot \frac{\pi}{4} \cdot d^2 \quad (3.1d)$$

$h$  ....Niveauunterschied siehe Abb. 3.5  
 $d$  ....Innendurchmesser der Meßkapillare

Setzt man diesen Ausdruck für  $V_c$  in (3.1b), ein so ergibt sich

$$p = h^2 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot \frac{d^2}{V} \quad (3.1e)$$

also eine quadratische Skala, und zwar in mm (Torr), wenn  $d$  und  $V$  in mm bzw.  $\text{mm}^3$  gemessen werden. Will man die Skala in mbar teilen, dann lautet die Beziehung:

$$p = h^2 \cdot \frac{\pi}{3} \cdot \frac{d^2}{V} \quad (3.1f)$$

wobei  $h$  in mm  
 $d$  in mm  
 $V$  in  $\text{mm}^3$

Kompressions-Vakuummeter gewährleisten eine Anzeige der Summe aller Partialdrücke der Permanentgase, vorausgesetzt, daß keine Dämpfe vorhanden sind, die beim Kompressionsvorgang kondensieren.

Der **Meßbereich** wird nach oben und unten durch das Maximal- bzw. Minimalverhältnis des Kapillarinhalts zum Gesamtvolumen begrenzt (s. Abb. 3.7 u. 3.8). Die **Genauigkeit der Druckmessung** hängt stark von der Ablesegenauigkeit ab. Bei Nonius- und Spiegelablesungen können

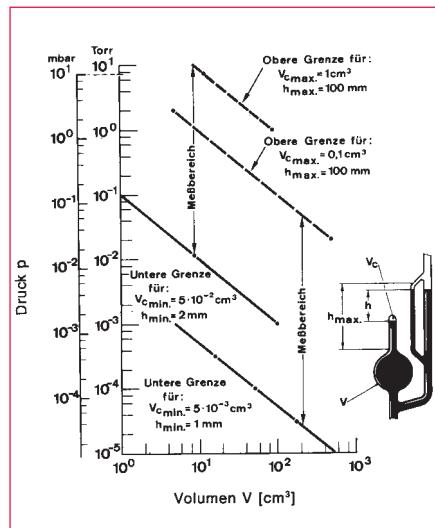


Abb. 3.7  
 McLeod-Kompressions-Vakuummeter mit Lineare Skala (Gleichung 3.1b)

Druckmessungen mit einer Ablese-Genauigkeit von  $\pm 2\%$  durchgeführt werden. Im Bereich niedriger Drücke, wo  $h$  sehr klein wird, ist diese Genauigkeit nicht mehr erreichbar, vor allem weil sich am Kapillarenabschluß geringe geometrische Abweichungen sehr stark bemerkbar machen (systematischer Fehler).

Die Anwesenheit von Dämpfen, die beim Kompressionsvorgang kondensieren können, beeinflußt die Messung in oft undefinierter Weise. Man kann leicht kontrollieren, ob Dämpfe mit nicht vernachlässigbarem Dampfdruck vorhanden sind. Dies geschieht, indem man bei gleichbleibendem Druck unter Anwendung der linearen Skala verschiedene Höhen  $h$  in der Meßkapillare einstellt und danach  $p$  gemäß Gleichung 3.1b berechnet. Dabei muß sich, wenn keine Dämpfe vorhanden sind, oder nur solche, deren Dampfdruck bei Zimmertemperatur vernachlässigbar gering ist (wie z. B. Hg), für jedes  $h$  der gleiche Wert  $p$  ergeben.

Die Druckanzeige der Kompressions-Vakuummeter läßt sich aus den geometrischen Abmessungen berechnen. Sie wurden daher früher von amtlichen Kalibrierstellen als Drucknormale benutzt (siehe Gleichung 3.4.1a).

### 3.3 Vakuummeter mit gasartabhängiger Druckanzeige

Diese Art von Vakuummetern mißt den Druck nicht direkt als flächenbezogene Kraft, sondern indirekt über andere physi-

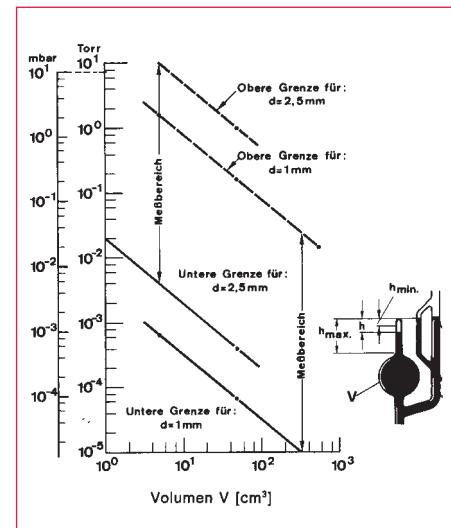


Abb. 3.8  
 McLeod-Kompressionsvakuums mit Quadratischer Skala (Gleichung 3.1f)

kalische Größen, die der Teilchenanzahl dichte und damit dem Druck proportional sind. Zu den Vakuummetern mit gasartabhängiger Druckanzeige gehören: Das Reibungs-Vakuummeter (3.3.1), das Wärmeleitungs-Vakuummeter (3.3.2) und die Ionisations-Vakuummeter verschiedener Bauarten (3.3.3).

Die Geräte bestehen aus dem eigentlichen Meßwertaufnehmer (Meßkopf, Sensor) und dem zu dessen Betrieb erforderlichen Betriebsgerät. Die Druckskalen oder digitalen Anzeigen sind gewöhnlich auf Stickstoffdrücke bezogen; wenn der wahre Druck  $p_w$  eines Gases (oder Dampfes) bestimmt werden soll, muß der angezeigte Druck  $p_A$  mit einem für dieses Gas charakteristischen Faktor multipliziert werden. Diese Faktoren sind je nach Art der Geräte verschieden und werden entweder als druckunabhängige Faktoren tabellarisch angegeben (siehe Tab. 3.2) oder sind im Falle der Druckabhängigkeit aus einem Diagramm zu ermitteln (siehe Abb. 3.11).

Allgemein gilt :

Wahrer Druck  $p_w =$   
 $=$  Angezeigter Druck  $p_A \cdot$  Korrekturfaktor.

Wenn der Druck auf einer „Stickstoffskala“ abgelesen aber nicht korrigiert wird, spricht man von „Stickstoffäquivalent“-Angaben.

Bei allen elektrischen Vakuummetern (dazu gehören auch die gastartabhängigen Vakuummeter) hat die zunehmende Anwendung von Computern zu dem Wunsch geführt, die Druckanzeige unmittelbar auf dem Bildschirm, z.B. an passender Stelle in einem Prozeß-Flußdiagramm einzublenden.

den. Um möglichst einheitliche Computerschnittstellen verwenden zu können, werden sogenannte **Transmitter** (Signalwandler mit genormten Stromausgängen) anstelle von Sensor und Anzeigegerät gebaut. (z. B.: THERMOVAC-Transmitter, Penning-Transmitter, IONIVAC-Transmitter). Transmitter benötigen eine Versorgungsspannung (z.B. + 24 Volt) und liefern ein druckabhängiges, über den gesamten Meßbereich lineares Stromsignal von 4 bis 20 mA bzw. 0 – 10 V. Die Druckanzeige kommt erst nach Einspeisung dieses Signales in den Computer und Verarbeitung durch die entsprechende Software zustande und wird dann direkt auf dem Bildschirm angezeigt.

### 3.3.1 Reibungs-Vakuummeter (VISCOVAC)

Die bei niedrigen Gasdrücken druckabhängige Gasreibung kann zum Messen von Drücken im Fein- und Hochvakuum genutzt werden. In technischen Geräten dieser Art wird als Meßelement eine Stahlkugel von einigen Millimetern Durchmesser verwendet, die in einem Magnetfeld berührungslos aufgehängt ist (siehe Abb. 3.9). Die Kugel wird durch einen elektromagnetischen Drehfeld in Rotation versetzt: nach Erreichen einer Start-Drehzahl (etwa 425 Hz) wird die Kugel sich selbst überlassen. Dabei fällt die Drehzahl unter dem Einfluß der druckabhängigen Gasreibung je nach dem herrschenden Druck mehr oder weniger rasch ab. Der Gasdruck wird aus der relativen Abnahme der Drehzahl  $f$  (Abbremsung) aus folgender Gleichung abgeleitet:

$$-f \cdot \frac{df}{dt} = \frac{10}{\pi} \cdot \frac{p \cdot \sigma}{\bar{c} \cdot r \cdot \rho} \quad (3.2)$$

$p$  = Gasdruck

$r$  = Radius der Kugel

$\rho$  = Dichte des Kugelmaterials

$\bar{c}$  = mittlere Geschwindigkeit der Gasteilchen, gasartabhängig

$\sigma$  = Reibungskoeffizient der Kugel, gasartunabhängig, nahezu 1.

Solange man sich mit einer Meßunsicherheit von 3% begnügt, was in den meisten praktischen Fällen durchaus ausreichend ist, kann man  $\sigma = 1$  setzen, so daß die Empfindlichkeit des Reibungs-Vakuummeters mit rotierender Stahlkugel lediglich

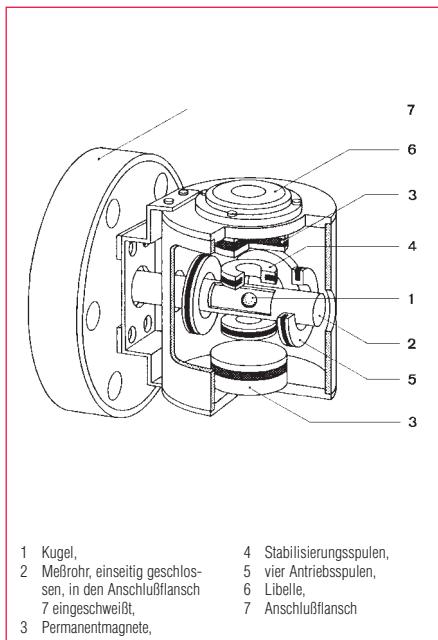


Abb. 3.9  
Schnitt durch den Meßkopf des Reibungs-Vakuummeters VISCOVAC VM 212.

durch die fundamental bestimmbare physikalische Größe der Kugel, nämlich durch das Produkt  $\text{Radius} \times \text{Dichte } r \cdot \rho$  (siehe Gleichung 3.2), gegeben ist. Eine einmal »kalibrierte« Kugel ist als »Transferstandard« – also als Bezugsgerät zum Kalibrieren anderer Vakuummeter durch Vergleich – geeignet und durch eine hohe Langzeitstabilität ausgezeichnet. Messungen mit dem VISCOVAC sind aber durchaus nicht auf die Messung des Druckes beschränkt. Auch andere Größen der kinetischen Gastheorie wie mittlere freie Weglänge, Bedeckungszeit, Teilchenanzahl dichte oder Flächenstoßrate können gemessen werden. Das Gerät erlaubt die Speicherung von 10 Programmen, zwischen denen man leicht umschalten kann. Die Meßzeit pro Abbremsungsvorgang liegt zwischen 5 Sekunden bei hohen Drücken und etwa 40 Sekunden bei niedrigen Drücken. Der Meßablauf des Gerätes wird vollautomatisch durch einen Mikroprozessor gesteuert, so daß nach jeder Messung (Abbremsung) ein neuer Wert angezeigt wird. Die Programme erlauben darüber hinaus nach einer vorher festgelegten Anzahl von Messungen eine Reihe von statistischen Größen (arithmetischer Mittelwert, Standardabweichung) zu berechnen.

Während beim VISCOVAC die kinetische Gastheorie das Abzählen der Teilchen di-

rekt das Meßprinzip darstellt (Übertragen der Teilchenimpulse auf die rotierende Kugel, die dadurch abgebremst wird), wird bei anderen gasartabhängigen, elektrischen Meßmethoden die Teilchenanzahl dichte indirekt über die von den Teilchen abtransportierte Wärmemenge (Wärmeleitungs-Vakuummeter) oder über die Anzahl der gebildeten Ionen (Ionisations-Vakuummeter) gemessen.

### 3.3.2 Wärmeleitungs-Vakuummeter

Die klassische Physik lehrt und bestätigt experimentell, daß die Wärmeleitfähigkeit eines ruhenden Gases bei höheren Drücken (Teilchenanzahldichten)  $p > 1 \text{ mbar}$  unabhängig von Druck ist. Bei niedrigeren Drücken  $p < 1 \text{ mbar}$  ist die Wärmeleitfähigkeit aber druckabhängig (ungefähr proportional  $1/\sqrt{M}$ ); sie nimmt im Druckgebiet des Feinvakuums von ca. 1 mbar ausgehend druckproportional ab und erreicht im Hochvakuum den Wert Null. Diese Druckabhängigkeit wird im Wärmeleitungs-Vakuummeter genutzt und ermöglicht das genaue, allerdings gasartabhängige Messen von Drücken im Feinvakuum.

Das meistverbreitete Meßgerät dieser Art ist das Vakuummeter nach **Pirani**. Ein stromdurchflossener, auf etwa 100 bis 150°C erhitzter, sehr dünner Draht (Abb. 3.10) mit dem Radius  $r_1$ , gibt die in ihm erzeugte Wärme durch Strahlung und durch Wärmeleitung an das den Draht umgebende Gas ab (außerdem natürlich auch an die Befestigungsvorrichtungen an den Drahtenden). Im Grobvakuum ist die Wärmeleitung durch die Gaskonvektion nahezu druckunabhängig (siehe Abb. 3.10). Kommt aber bei einigen mbar die mittlere freie Weglänge des Gases in die Größenordnung des Drahtdurchmessers, geht diese Art der Wärmeabfuhr mehr und mehr, und zwar dichte- und damit druckabhängig, zurück. Unterhalb  $10^{-3} \text{ mbar}$  liegt die mittlere freie Weglänge eines Gases bereits in der Größe des Radius  $r_2$  der Meßröhre. Der Meßdraht in der Meßzelle bildet den Zweig einer Wheatstoneschen Brücke. Bei den früher üblichen **unge Regelten Wärmeleitungs-Vakuummetern** THERMOTRON wurde der Meßdraht mit konstantem Strom geheizt. Mit zunehmendem Gasdruck nimmt die Temperatur des Meßdrahtes infolge der höheren Wär-

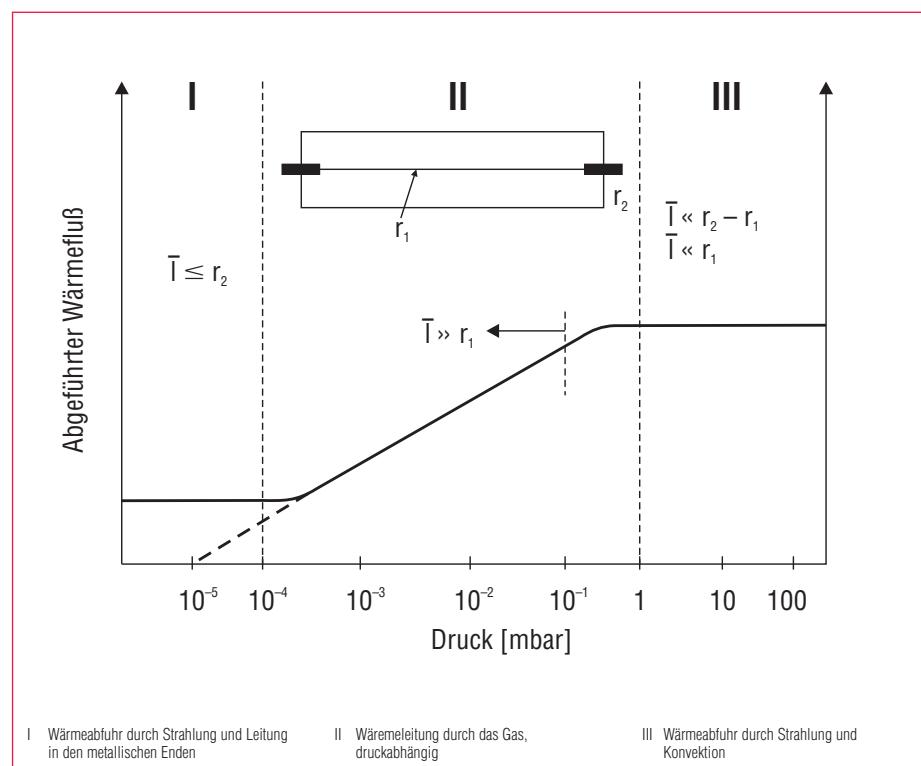


Abb. 3.10  
Abhängigkeit des in einer Röhre (Radius  $r_2$ ) von einem geheizten Draht (Radius  $r_1$ ) bei konstanter Temperaturdifferenz abgeführten Wärmemengen vom Gasdruck (schematisch).

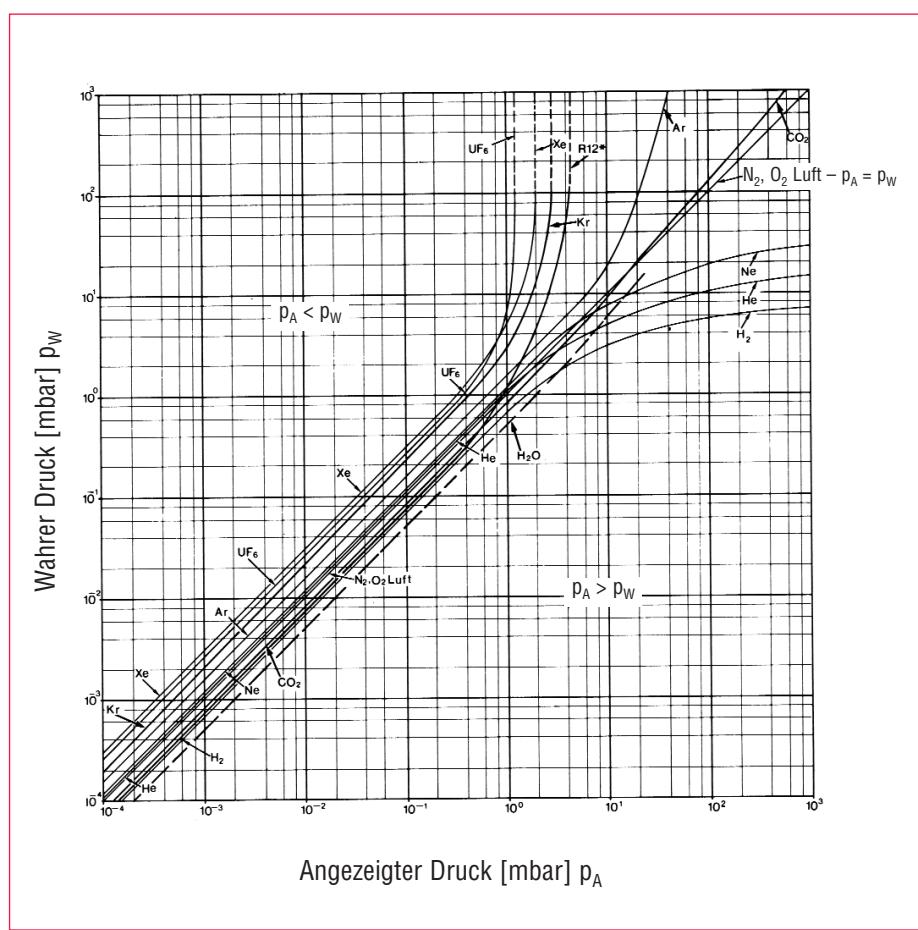


Abb. 3.11  
Korrekturkurven von THERMOVAC-Meßgeräten für verschiedene Gase bezogen auf Stickstoffäquivalent-Anzeige

meableitung durch das Gas ab, so daß die Brücke nicht mehr abgeglichen bleibt, sondern verstimmt wird. Der Brückenstrom dient als Maß für den Gasdruck, der auf einer Meßskala angezeigt wird. Auch bei den heute fast ausschließlich gebauten **ge-regelten Wärmeleitungs-Vakuummetern** der THERMOVAC-Serie ist der Meßdraht ein Zweig einer Wheatstoneschen Brücke. Die an dieser Brücke liegende Heizspannung aber wird so geregt, daß der Widerstand und damit die Temperatur des Meßdrahtes unabhängig von der Wärmeabgabe konstant bleibt. Das bedeutet, daß die Brücke immer abgeglichen ist. Diese Regelung hat eine Zeitkonstante von wenigen Millisekunden, so daß die Geräte – im Gegensatz zu den ungeregelten – sehr schnell auf Druckänderungen reagieren. Die an der Brücke anliegende Spannung ist ein Maß für den Druck. Die Meßspannung wird elektronisch so korrigiert, daß sich eine annähernd logarithmische Skala über den ganzen Meßbereich ergibt. Geregelte Wärmeleitungs-Vakuummeter haben einen Anzeigebereich von  $10^{-4}$  bis  $10^{13}$  mbar. Durch die sehr kleine Einstellzeit eignen sie sich besonders zur Steuerung und für Drucküberwachungsaufgaben (siehe Abschnitt 3.5). Die Meßgenauigkeit ist in den verschiedenen Druckbereichen unterschiedlich. Der maximale Fehler beträgt, bezogen auf den Vollausschlag des Gerätes, etwa 1 bis 2 %. Das entspricht im empfindlichsten Anzeigebereich, also zwischen  $10^{-3}$  und  $1$  mbar etwa  $\pm 10\%$  der Druckanzeige. Außerhalb dieses Bereiches ist die Meßunsicherheit deutlich größer.

Wie bei allen gasartabhangigen Vakuummetern gelten auch bei Wärmeleitungs-Vakuummetern die Skalenangaben der Anzeigegeräte und Digitalanzeigen für Stickstoff und für Luft. Innerhalb der Fehlergrenzen kann bei der Druckmessung von Gasen mit ähnlicher molarer Masse, d. h. also von O<sub>2</sub>, CO oder anderen, direkt abgelesen werden. Korrekturkurven für eine Reihe von Gasen sind in Abb. 3.11 angegeben.

Ein extremes Beispiel für die Diskrepanz zwischen wahren Druck  $p_w$  und angezeigtem Druck  $p_a$  bei der Druckmessung wäre das Belüften einer Vakuumanlage mit Argon aus einem Druckzylinder zur Vermeidung von Feuchtigkeit (Pumpzeit!). Mit einem THERMOVAC als Druckmeßgerät würde man bei Erreichen von »Ar-Atmo-

„sphärendruck“  $p_w$  gemäß Abb. 3.11 eine  $p_A$ -Anzeige von nur 40 mbar erhalten! – Argon würde u.U. aus dem Behälter entweichen (Deckel öffnet, Glocke hebt ab). Für solche und ähnliche Anwendungen sind gasartunabhängiger Druckschalter oder Vakuummeter (siehe Abschnitt 3.2) zu verwenden.

### 3.3.3 Ionisations-Vakuummeter

Ionisations-Vakuummeter sind die wichtigsten Meßgeräte zum Messen von Gasdrücken in den Bereichen Hoch- und Ultrahochvakuum. Sie messen den Druck über die druckproportionale Teilchenanzahl dichte. In den Meßköpfen der Geräte wird das darin befindliche Gas, dessen Druck gemessen werden soll, mit Hilfe eines elektrischen Feldes teilweise ionisiert. Die Ionisation erfolgt durch Elektronen, die im elektrischen Feld beschleunigt werden und dabei genügend Energie erreichen, um bei einem Zusammenstoß mit Gasmolekülen positive Ionen zu bilden. Diese Ionen geben ihre Ladung an einer Meßelekrode (Ionenfänger, Kollektor) des Meßsystems wieder ab. Der so erzeugte Ionenstrom (genauer: der zur Neutralisierung dieser Ionen nötige Elektronenstrom in der Zuleitung der Meßelekrode) ist ein Maß für den Druck, denn die Ionenausbeute ist proportional der Teilchenanzahl dichte und damit dem Druck.

Die Bildung der Ionen erfolgt entweder in einer Entladung bei hoher elektrischer Feldstärke (sogenannte Kaltkathoden-Entladung oder Penning-Entladung, siehe 3.3.3.1) oder durch Stoß mit Elektronen, die von einer Glühkathode emittiert werden (siehe 3.3.3.2).

Bei sonst gleichbleibenden Bedingungen hängt die Ionenausbeute und damit der Ionenstrom von der Gasart ab, da sich manche Gase leichter ionisieren lassen als andere. Wie alle Vakuummeter mit gasartabhängiger Anzeige werden auch Ionisations-Vakuummeter mit Stickstoff als Referenzgas kalibriert (Stickstoffäquivalentdruck, siehe 3.3). Um den wahren Druck für andere Gase als Stickstoff zu erhalten, muß der abgelesene Druck mit dem für das betreffende Gas in Tabelle 3.2 angegebenen Korrekturfaktor multipliziert werden. Die in Tabelle 3.2 angegebenen Faktoren werden als druckunabhängig angenom-

Bei Anwesenheit von vorwiegend (Gasart)	Korrekturfaktor bezogen auf N <sub>2</sub> (Stickstoff = 1)
He	6,9
Ne	4,35
Ar	0,83
Kr	0,59
Xe	0,33
Hg	0,303
H <sub>2</sub>	2,4
CO	0,92
CO <sub>2</sub>	0,69
CH <sub>4</sub>	0,8
höhere Kohlenwasserstoffe	0,1 – 0,4

Tabelle 3.2  
Korrekturfaktoren

men, sind aber etwas von der Geometrie des Elektrodensystems abhängig. Sie sind daher als Mittelwerte für verschiedene Ausführungen von Ionisations-Vakuummetern (siehe Abb. 3.16) anzusehen.

#### 3.3.3.1 Ionisations-Vakuummeter mit kalter Kathode (Penning-Vakuummeter)

Ionisations-Vakuummeter, die mit kalter Entladung arbeiten, nennt man Kaltkathoden- oder Penning-Vakuummeter. Der Entladungsvorgang in einer Meßröhre ist im Prinzip der gleiche wie im System einer Ionen-Zerstäuberpumpe (siehe Abschnitt 2.1.8.3). Allen Ausführungsformen der Kaltkathoden-Ionisations-Vakuummeter ist gemeinsam, daß diese lediglich zwei nicht beheizte Elektroden, Kathode und Anode, enthalten, zwischen denen mittels einer Gleichspannung (Größenordnung 2 kV) eine sogenannte kalte Entladung gezündet und aufrecht erhalten wird, die auch noch bei sehr niedrigen Drücken stationär brennt. Dies wird dadurch erreicht, daß mit Hilfe eines Magnetfeldes der Weg der Elektronen so lang gemacht wird, daß ihre Stoßrate mit Gasmolekülen hinreichend groß wird, um die zur Aufrechterhaltung der Entladung erforderliche Anzahl von Ladungsträgern zu bilden. Das Magnetfeld ist (siehe Abb. 3.12) so angeordnet, daß die magnetischen Kraftlinien den elektrischen Kraftlinien überlagert sind. Dadurch wer-

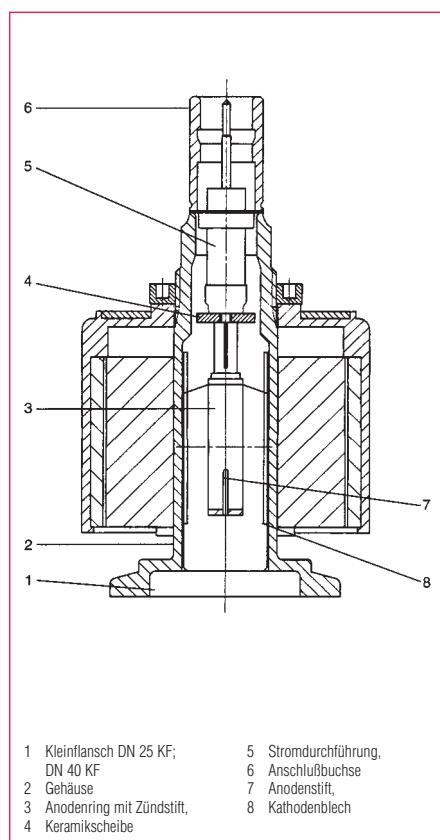


Abb. 3.12  
Schnitzeichnung der PENNINGVAC-Meßröhre PR 35

den die Elektronen auf ihrem Weg zur Kathode auf eine schraubenförmige Bahn gezwungen. Die hierbei durch Stoß erzeugten positiven und negativen Ladungsträger wandern zu den entsprechenden Elektroden und bilden den druckabhängigen Entladungsstrom, der auf einer Meßskala angezeigt wird. Die Anzeige (in mbar) ist von der Gasart abhängig. Die obere Grenze des Meßbereiches ist dadurch gegeben, daß bei Drücken oberhalb von einigen 10<sup>-2</sup> mbar die Penning-Entladung in eine mit intensivem Leuchten verbundene Glimmentladung übergeht, deren Stromstärke – bei konstant gehaltener Spannung – vom Druck nur in geringem Maße abhängt und daher meßtechnisch nicht ausnutzbar ist. In allen Penning-Meßröhren ist die Gasaufzehrung – verglichen mit Ionisations-Vakuummetern, die mit heißer Kathode arbeiten – erheblich. Eine Penning-Meßröhre pumpt demnach Gase, ähnlich wie eine Ionen-Zerstäuberpumpe mit  $S \approx 10^{-2}$  l/s. Auch hier werden die in der Entladung erzeugten Ionen auf die Kathode hin beschleunigt, wo sie teilweise festgehalten werden, zum Teil aber auch eine Zerstäu-

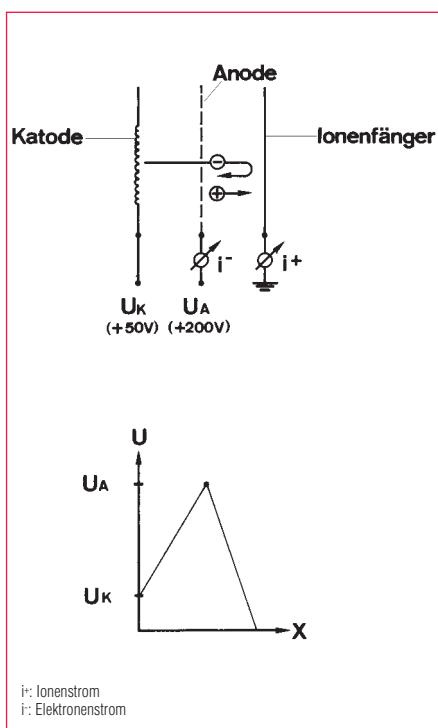


Abb. 3.13  
Schematischer Aufbau und Potentialverlauf in einem Ionisations-Vakuummeter mit Glühkathode

bung des Kathodenmaterials hervorrufen. Das zerstäubte Kathodenmaterial wiederum bildet eine getternde Oberfläche auf den Wänden der Meßröhre. Trotz dieser Nachteile, die eine relativ hohe Ungenauigkeit der Druckanzeige (bis zu etwa  $\pm 50\%$ ) verursachen, hat das Kaltkathoden-Ionisations-Vakuummeter drei besonders hervorstechende Vorteile: Erstens ist es das preiswerteste aller Hochvakuum-Meßgeräte. Zweitens ist das Meßsystem unempfindlich gegen Lufteinbrüche und Erschütterungen und drittens ist das Gerät sehr einfach zu bedienen.

### 3.3.3.2 Ionisations-Vakuummeter mit Glühkathode

Darunter versteht man – im üblichen Sprachgebrauch – Meßsysteme die aus drei Elektroden (Kathode, Anode und Ionenfänger) bestehen, wobei die Kathode eine Glühkathode ist. Die Kathoden waren früher aus Wolfram und werden heute meist aus oxydbeschichtetem Iridium ( $\text{Th}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Yt}_2\text{O}_3$ ) gefertigt, um die Elektronenaustrittsarbeiten herabzusetzen und sie gegen Sauerstoff widerstandsfähiger zu machen. Ionisations-Vakuummeter dieser Art arbeiten bei niedrigen Spannungen und ohne äußeres Magnetfeld. Die Glühkathode ist eine sehr ergiebige Elektronenquelle.

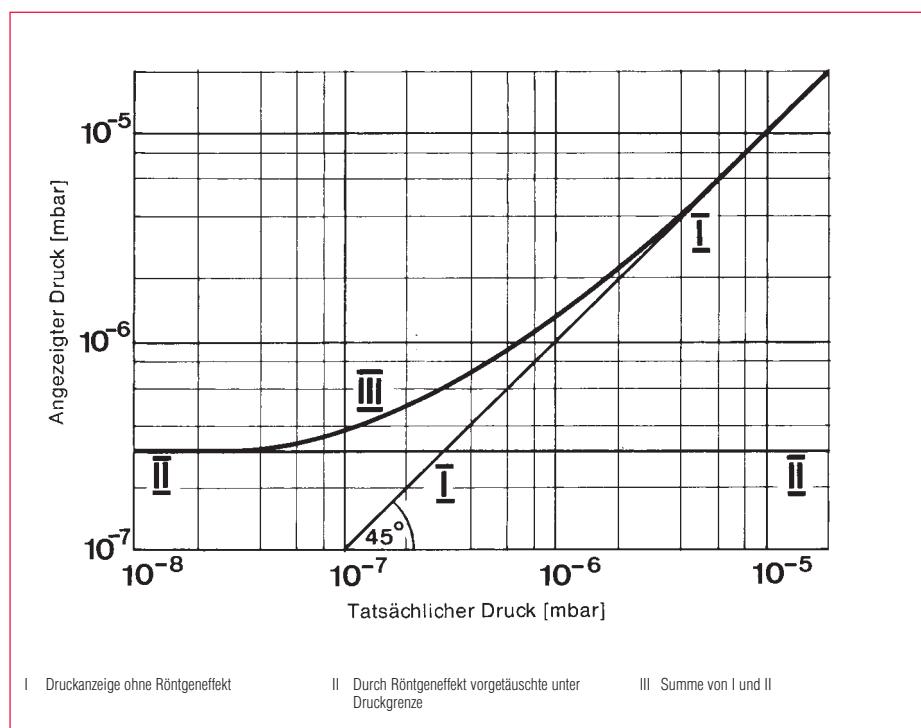


Abb. 3.14  
Durch den Röntgeneffekt bei einer normalen Ionisations-Vakuummeterröhre vorgetäuschte untere Druckmeßgrenze.

le. Die Elektronen werden im elektrischen Feld (siehe Abb. 3.13) beschleunigt und nehmen aus dem Feld genügend Energie auf, um das Gas, in dem sich das Elektrodensystem befindet, zu ionisieren. Die gebildeten positiven Gasionen gelangen auf den bezüglich der Kathode negativen Ionenfänger und geben hier ihre Ladung ab. Der dadurch entstehende Ionenstrom ist ein Maß für die Gasdichte und damit für den Gasdruck. Ist  $i^-$  der aus der Glühkathode emittierte Elektronenstrom, so ist der im Meßsystem gebildete druckproportionale Ionenstrom  $i^+$  gegeben durch:

$$i^+ = C \cdot i^- \cdot p \quad (3.3)$$

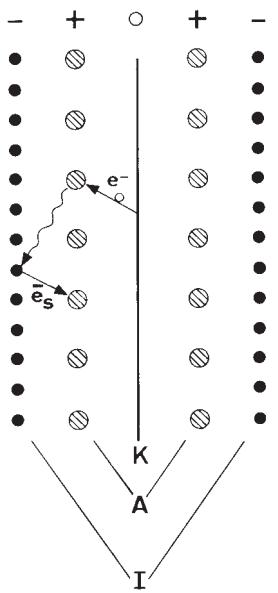
$$p = \frac{i^+}{i^- \cdot C} \quad (3.3a)$$

Die Größe  $C$  ist dabei die Vakuummeterkonstante des Meßsystems. Im allgemeinen beträgt diese für Stickstoff etwa  $10 \text{ mbar}^{-1}$ . Bei konstantem Elektronenstrom wird die Empfindlichkeit  $E$  einer Meßröhre als Quotient aus Ionenstrom und Druck angegeben. Bei einem Elektronenstrom von 1 mA und für  $C = 10 \text{ mbar}^{-1}$  beträgt demnach die Empfindlichkeit  $E$  der Meßröhre:

$$E = i^+ / p = C \cdot i^- = 10 \text{ mbar}^{-1} \cdot 1 \text{ mA} = 10 \text{ mbar}^{-1} \cdot 10^{-3} \text{ A} = 1 \cdot 10^{-2} \text{ A/mbar}$$

Auch Ionisations-Vakuummeter mit Glühkathode zeigen Gasaufzehrung (Pumpwirkung), die allerdings beträchtlich geringer ist als bei Penning-Systemen und etwa  $10^{-3} \text{ s}$  beträgt. Diese Gasaufzehrung erfolgt im wesentlichen an der Glaswand der Meßröhre, in geringerem Maße am Ionenfänger. Hier nutzt die Verwendung von Einbaumeßsystemen, die sich leicht ausführen lassen, da man auf einen äußeren Magneten keine Rücksicht zu nehmen braucht. Die obere Grenze des Meßbereichs der Ionisations-Vakuummeter liegt (von Sonderausführungen abgesehen) bei etwa  $10^{-2} \text{ mbar}$ . Sie wird im wesentlichen durch die bei höheren Drücken kürzere freie Weglänge bedingten Streuprozesse der Ionen an Gasmolekülen bestimmt (Die Ionen erreichen den Ionenfänger nicht mehr = geringere Ionenausbeute). Außerdem können sich bei höheren Drücken unkontrollierbare Glimm- oder auch Bogenentladungen bilden und bei Glaskröpfchen kann es zu elektrostatischen Aufladungen kommen. In diesen Fällen kann der angezeigte Druck  $p_a$  erheblich vom wahren Druck  $p_w$  abweichen.

Bei niedrigen Drücken wird der Meßbereich durch zwei Effekte begrenzt: durch den Röntgen- und den Ionendesorptions-Effekt. Diese Effekte haben zur Folge, daß die



K Kathode  
A Anode  
I Ionenfänger

Abb. 3.15

Zur Erklärung des Röntgeneffektes in einer normalen Ionisations-Vakuummeterröhre. Die von der Kathode K emittierten Elektronen  $e^-$  prallen auf die Anode A und lösen dort eine weiche Röntgenstrahlung (Photonen) aus. Diese trifft zum Teil auf den Ionenfänger I und erzeugt dort Photoelektronen aus  $e^-_s$

streng lineare Proportionalität zwischen Druck und Ionenstrom verloren geht und eine scheinbar nicht unterschreitbare Druckgrenze vorgetäuscht wird (siehe Abb. 3.14).

### Der Röntgeneffekt (siehe Abb. 3.15)

Die von der Kathode emittierten und auf die Anode treffenden Elektronen lösen dort Photonen (weiche Röntgenstrahlen) aus. Diese Photonen wiederum lösen ihrerseits beim Auftreffen auf Oberflächen Photoelektronen aus. Die am Ionenfänger ausgelösten Photoelektronen fließen zur Anode, d. h. der Ionenfänger emittiert einen Elektronenstrom, der in gleicher Weise angezeigt wird wie ein zum Ionenfänger fließender positiver Ionenstrom. Dieser Photostrom täuscht einen Druck vor. Wir wollen diesen Effekt den positiven Röntgeneffekt nennen. Er ist von der Anodenspannung und von der Größe der Oberfläche des Ionenfängers abhängig.

Es gibt aber unter gewissen Voraussetzungen auch einen negativen Röntgeneffekt. Photonen, die auf die das Meßsystem umgebende Wand treffen, lösen dort Photoelektronen aus, die ebenfalls in Rich-

tung zur Anode fliegen, und – da die Anode gitterförmig ist – auch in den Raum innerhalb der Anode. Befindet sich nun die umgebende Wand auf demselben Potential wie der Ionenfänger, z. B. auf Erdpotential, so kann ein Teil dieser an der Wand ausgelösten Elektronen den Ionenfänger erreichen. Das hat zur Folge, daß ein Elektronenstrom zum Ionenfänger fließt, d. h. es fließt ein negativer Strom, der einen positiven Strom kompensieren kann. Dieser negative Röntgeneffekt hängt von dem Potential ab, auf dem sich die äußere Wand des Systems befindet.

### Der Ionendesorptionseffekt

Adsorbierte Gase können durch Elektronenstoß von einer Oberfläche als Ionen desorbiert werden. Für ein Ionisations-Vakuummettersystem bedeutet das: Wenn auf der Anode eine Schicht adsorbierter Gase vorhanden ist, so werden diese Gase durch die auftreffenden Elektronen zum Teil als Ionen desorbiert. Die Ionen gelangen zum Ionenfänger und führen zu einer Druckanzeige, die zunächst unabhängig vom Druck ist, aber mit Erhöhung des Elektronenstromes zunimmt. Stellt man einen so kleinen Elektronenstrom ein, daß die Anzahl der auf die Oberfläche treffenden Elektronen klein gegen die Anzahl der adsorbierten Gasteilchen ist, so wird jedes Elektron die Möglichkeit haben, positive Ionen zu desorbieren. Erhöht man dann den Elektronenstrom, so wird die Desorption von Ionen zunächst zunehmen, weil mehr Elektronen auf die Oberfläche auftreffen. Das führt schließlich zu einer Verarmung der Oberfläche an adsorbierten Gasteilchen. Die Anzeige wird wieder sinken und erreicht dann im allgemeinen Werte, die zum Teil beträchtlich unter der Druckanzeige liegen können, die bei einem kleinen Elektronenstrom beobachtet worden ist. Für die Praxis hat dieser Effekt zur Folge, daß man sich vergewissern muß, ob die Druckanzeige durch einen Desorptionsstrom beeinflußt worden ist. Das geschieht am einfachsten in der Weise, daß man den Elektronenstrom vorübergehend um den Faktor 10 oder 100 ändert. Dabei ist der genauere Druckwert derjenige, der bei den größeren Elektronenströmen gefunden wird.

Neben dem konventionellen sogenannten normalen Ionisations-Vakuummettersystem, dessen Elektrodenaufbau etwa dem einer gewöhnlichen Triode gleicht, gibt es verschiedene Ionisations-Vakuummettersyste-

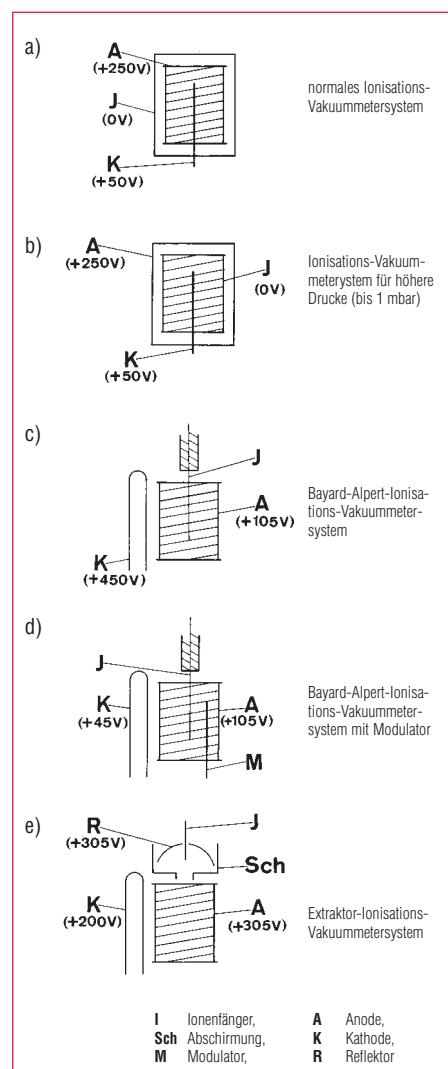


Abb. 3.16

Schematische Darstellung des Elektrodenaufbaues verschiedener Ionisations-Vakuummeter-Meßsysteme

me (Bayard-Alpert-System, Bayard-Alpert-System mit Modulator, Extraktor-System), die je nach Bauart die beiden oben beschriebenen Effekte mehr oder weniger unterdrücken und deshalb bevorzugt für Meßzwecke im Hoch- und Ultrahochvakuumbereich eingesetzt werden. Als Standardsystem für diesen Bereich ist heute das Bayard-Alpert-System üblich.

### a) Das normale Ionisations-Vakuummeter

Als Meßröhre wird eine Triode konventioneller Bauart (siehe Abb. 3.16 Punkt a), jedoch insofern etwas abgeändert, daß die äußere Elektrode als Ionenfänger, das weiter innen liegende Gitter als Anode dient. Die Elektronen werden bei dieser Schaltung auf lange Wege gezwungen (Pendeln um die Gitterdrähte der Anode), so daß die Wahrscheinlichkeit für ionisierende Zusammenstöße und damit die Empfindlich-

keit der Meßröhre relativ hoch ist. Da die Trioden-Systeme wegen ihres starken Röntgeneffektes gewöhnlich nur im Hochvakumbereich zur Druckmessung verwendet werden, haben Gasaufzehrungs-(Pump-)effekte und der Gasgehalt des Elektrodensystems nur geringen Einfluß auf die Druckmessung.

### b) Das Ionisations-Vakuummeter für höhere Drücke (bis 1 mbar)

Als Meßsystem wird ebenfalls eine Triode konventioneller Bauart (siehe Abb. 3.16 b), jedoch nun in konventioneller Trioden-Schaltung verwendet. Da das Meßsystem die Messung von Drücken bis zu 1 mbar ermöglichen soll, muß die Kathode gegen relativ hohen Sauerstoffdruck resistent sein. Sie ist daher als sog. „non-burn-out“ Kathode ausgebildet und besteht aus einem Iridiumbändchen, das mit Yttriumoxyd überzogen ist. Um bis zu Drücken von 1 mbar eine geradlinige Charakteristik (lineare Abhängigkeit des Ionenstromes vom Druck) zu erreichen, ist in den Anodenkreis ein hochohmiger Widerstand von einigen  $M\Omega$  eingebaut.

### c) Das Bayard-Alpert-Ionisations-Vakuummeter (das heute übliche Standardmeßsystem)

Um Linearität zwischen Gasdruck und Ionenstrom über einen möglichst großen Druckbereich zu gewährleisten, muß der Röntgeneffekt soweit wie möglich unterdrückt werden. Dies geschieht in der Elektrodenanordnung nach Bayard-Alpert dadurch, daß die Glühkathode außerhalb der Anode liegt und der Ionenfänger als dünner Draht die Achse des Elektrodensystems bildet (siehe Abb. 3.16c). Der Röntgeneffekt wird durch die Verkleinerung der Oberfläche des Ionenfängers um zwei bis drei Zehnerpotenzen verringert. Bei der Messung von Drücken im Ultrahochvakuum-Bereich beeinflussen die Oberflächen der Meßröhren und ihrer Anschlußleitungen an den Rezipienten die Druckmessung. Auf die verschiedenen Adsorptions-, Desorptions-, Dissoziations und Strömungseffekte kann in diesem Zusammenhang nicht eingegangen werden. Bei Verwendung der Bayard-Alpert-Systeme als Einbaumeßsysteme, die sich direkt im Rezipienten befinden, werden Fehlmessungen auf Grund der genannten Effekte weitgehend vermieden.

### d) Das Bayard-Alpert-Ionisations-Vakuummeter mit Modulator

Eine Druckmessung, bei der Fehler durch den Röntgen- und den Ionendesorptions-Effekt quantitativ berücksichtigt werden können, bietet das Bayard-Alpert-System mit Modulator (Abb. 3.16 d), das von Redhead eingeführt wurde. In diesem System befindet sich neben dem Ionenfänger innerhalb der Anode noch ein zweiter dünner Draht – der Modulator – in der Nähe der Anode. Liegt dieser auf Anodenpotential, so hat er auf die Messung keinen Einfluß. Legt man dagegen an den Modulator das selbe Potential an wie an den Ionenfänger, so fließt ein Teil des gebildeten Ionenstromes auf den Modulator und der Strom, der zum Ionenfänger fließt, wird kleiner. Der angezeigte Druck  $p_A$  des Ionisations-Vakuummeters mit Modulator auf Anodenpotential setzt sich zusammen aus dem Anteil des Gasdruckes  $p_g$  und des Röntgeneffektes  $p_\gamma$ .

$$p_A = p_g + p_\gamma \quad (3.4)$$

Nach dem Umschalten des Modulators von Anodenpotential auf Ionenfängerpotential ist die modulierte Druck-Anzeige  $p_M$  geringer als die Anzeige  $p_A$ , da ein Teil der Ionen nunmehr auf den Modulator gelangt. Es gilt also

$$p_M = \alpha \cdot p_g + p_\gamma \quad (3.5)$$

mit  $\alpha < 1$ .

Der Anteil  $p_\gamma$  des Röntgeneffektes ist in bei den Fällen gleich. Nach Bildung der Differenz von (3.4) und (3.5) ergibt sich für den Gasdruck  $p_g$  der Ausdruck:

$$p_g = \frac{p_A - p_M}{1 - \alpha} \quad (3.6)$$

$\alpha$  läßt sich bei einem höheren Druck (etwa  $10^{-6}$  mbar), bei dem der Röntgeneffekt und damit  $p_\gamma$  vernachlässigbar ist, experimentell sofort bestimmen, indem man die zu den beiden Modulatorpotentialen gehörigen Drücke abliest und deren Verhältnis bildet. Dieses Modulationsverfahren hat weiterhin den Vorteil, daß damit auch der Ionendesorptionseffekt erfaßt wird. Es erlaubt mit verhältnismäßig geringem Aufwand Druckmessungen bis in den  $10^{-11}$  mbar Bereich.

### e) Das Extraktor-Ionisations-Vakuummeter

Die Druckmessung beeinflussende, störende Effekte können auch durch ein ionenoptisches System, wie es erstmals von Redhead angegeben wurde, weitgehend eliminiert werden. Bei diesem Extraktor-System (Abb. 3.16 e) werden die Ionen aus dem Anodenzyylinder auf einen sehr dünnen und kurzen Ionenfänger fokussiert. Der Ionenfänger befindet sich in einem Raum, dessen Rückwand von einer kalottenförmigen Elektrode gebildet ist, die sich auf Anodenpotential befindet, so daß sie von Ionen, die aus dem Gasraum stammen, nicht erreicht werden kann. Durch die Geometrie des Systems sowie durch die Potentiale der einzelnen Elektroden werden die störenden Einflüsse durch Röntgeneffekte und Ionendesorption fast vollkommen ausgeschlossen, ohne daß ein Modulator benötigt wird. Das Extraktor-System mißt Drücke zwischen  $10^{-4}$  und  $10^{-12}$  mbar. Ein weiterer Vorteil ist, daß das Meßsystem als Einbaumeßsystem mit einem Durchmesser von nur 35 mm gebaut und damit auch in kleine Apparaturen eingebaut werden kann.

## 3.4 Justieren, Eichen und Kalibrieren; DKD, PTB, Nationale Standards.

Begriffsbestimmungen: Da im täglichen Gebrauch diese Begriffe oft vermischt werden, soll zunächst eine klare Begriffsbestimmung erfolgen:

**Justieren** oder Abstimmen (englisch: tuning) ist das korrekte Einstellen eines Gerätes. Beispielsweise das Einstellen von 0 und 100% bei THERMOVAC's oder das Einstellen des Massenspektrometers auf Masse 4 im Helium-Leckdetektor.

**Eichen** ist das Vergleichen mit einem Normal gemäß bestimmten gesetzlichen Regelungen durch besonders befugtes Personal (Eichamt). Bei positivem Ausgang dieser wiederkehrenden Überprüfung ist eine weitere Betriebserlaubnis für die nächste Betriebsperiode (z.B. drei Jahre) für Außenstehende durch einen Aufkleber oder eine Plombe zu erkennen. Bei negativem Ausgang wird das Gerät eingezogen.

**Kalibrieren** ist das Vergleichen mit einem Normal gemäß bestimmten gesetzlichen

Regelungen durch besonders befugtes Personal (Kalibrierstelle). Das Ergebnis dieses Vorganges ist ein Kalibrierschein, in dem die Abweichungen der Anzeigen von Normal und zu kalibrierendem Gerät festgestellt werden.

Kalibrierstellen führen diese Arbeit des Kalibrierens aus. Es ergibt sich dabei das Problem, wie gut sind die Normale bzw. wo werden diese kalibriert? Solche Normale werden in Kalibrierstellen des **Deutschen Kalibrierdienstes (DKD)** kalibriert. Der Deutsche Kalibrierdienst steht unter der Leitung der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB). Seine Aufgabe besteht darin, den Anschluß der Meß- und Prüfeinrichtungen des industriellen Meßwesens an staatliche Normen sicherzustellen. Das Kalibrieren von Vakuummetern und von Testlecks im Rahmen des DKD wurde von der PTB unter anderen auch der Firma LEYBOLD übertragen. Der erforderliche Kalibrierpumpstand wurde nach DIN 28418 (siehe Tab. 11.1) aufgebaut, von der PTB überprüft und abgenommen. Die Normale der DKD-Stellen, sogenannte **Transfer-Standards** (Bezugsvakuummeter) werden in regelmäßigen Abständen direkt von der PTB kalibriert. Bei LEYBOLD in Köln werden im Kundenauftrag unparteiisch Vakuummeßgeräte aller Fabrikate kalibriert. Über die Kalibrierung wird ein DKD-Kalibrierschein mit allen Kenngrößen ausgestellt. Die „Normale“ der Physikalisch-Technische Bundesanstalt sind die sogenannten **Nationalen Standards**. Um eine entsprechend große Meßgenauigkeit bzw. kleine Meßunsicherheit ihrer Kalibrierungen garantieren zu können, macht die PTB ihre Messungen weitgehend durch **Anwendung fundamentaler Methoden**. Das bedeutet, man versucht die Kalibrierdrücke beispielsweise durch Messung von Kraft und Fläche oder durch eine streng nach physikalischen Gesetzen vorgenommene Verdünnung der Gase darzustellen. Die Kette des einmal jährlichen Rekalibrierens (Wiederkalibrierens) von Normalgeräten bei der nächst höher qualifizierteren Kalibrierstelle bis hin zur PTB wird „Rückführung auf nationale Standards“ genannt. Auch in anderen Ländern werden ähnliche Verfahren von den nationalen Standardinstituten durchgeführt, wie in der Bundesrepublik Deutschland durch die Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB). Abb. 3.17 zeigt die

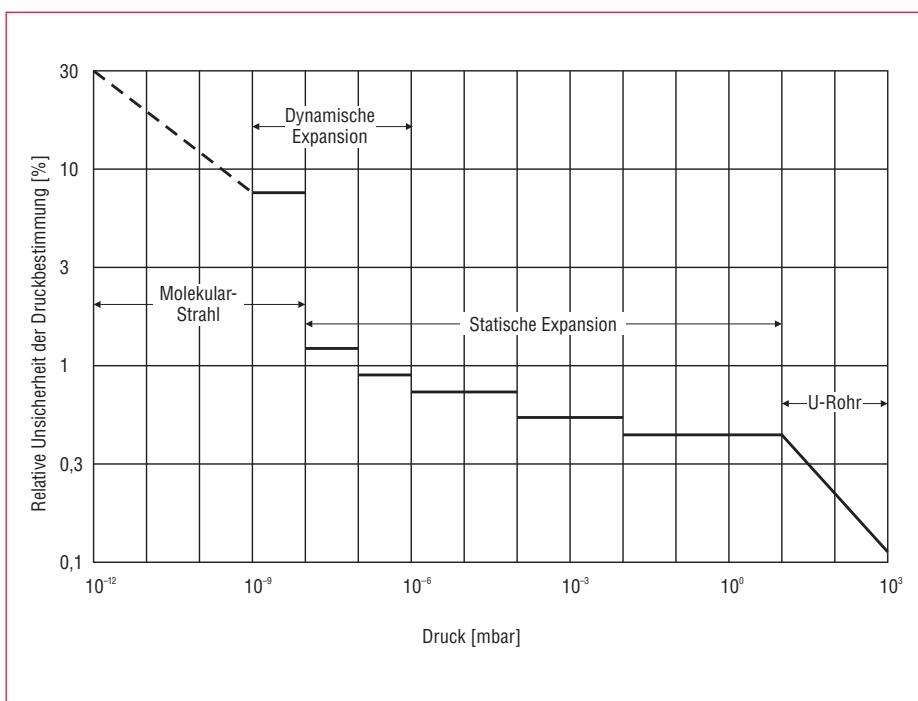


Abb. 3.17  
Druckskala der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB), Berlin, (Stand August 1984) für Edelgase, Stickstoff und Methan

Druckskala der PTB. Richtlinien für das Kalibrieren sind in DIN-Normen (DIN 28416) und ISO-Vorschlägen festgelegt.

### 3.4.1 Beispiele für fundamentale Druckmeßmethoden (als Standard-Verfahren zum Kalibrieren von Vakuummetern)

#### a) Messung des Druckes mit einem fundamentalen Vakuummeter

Als Beispiel hierfür sei das U-Rohr-Vakuummeter genannt, bei dem die Messung des Druckes in der Meßkapillare auf eine Messung des Gewichtes über die Länge der Quecksilbersäule zurückgeführt wird.

Früher wurde auch das McLeod-Vakuummeter zum Kalibrieren herangezogen. Mit einer Präzisionsausführung des McLeod's und sorgfältig ausgeführten Messungen unter Beachtung aller Fehlermöglichkeiten läßt sich der Druck mit einem solchen Gerät noch bis auf  $10^{-4}$  mbar mit großer Genauigkeit ermitteln.

Ein weiteres fundamentales Vakuummeter ist das Reibungs-Vakuummeter VISCOVAC mit rotierender Kugel (siehe 3.3.1), sowie das Kapazitäts-Vakuummeter (siehe 3.2.2.4).

#### b) Herstellung eines bekannten Druckes. Statische Expansionsmethode

Ausgehend von einer bestimmten Gasmenge, deren Zustandsgrößen  $p$ ,  $V$  und  $T$  genau bekannt sind –  $p$  liegt dabei im Meßbereich eines absoluten Vakuummeters wie U-Rohr- oder McLeod-Vakuummeter –, erreicht man über eine mehrfache Expansion einen niedrigeren Druck, der im Arbeitsbereich von Ionisations-Vakuummetern liegt.

Expandiert man die Gasmenge vom Volumen  $V_1$  zum Volumen  $(V_1 + V_2)$ , von  $V_2$  nach  $(V_2 + V_3)$  usw., so erhält man nach  $n$  Expansions-Schritten:

$$p_n = p_1 \cdot \frac{V_1}{V_1 + V_2} \cdot \frac{V_2}{V_2 + V_3} \cdots \frac{V_{n-1}}{V_{n-1} + V_n} \quad (3.7)$$

$p_1$  = Ausgangsdruck in mbar, unmittelbar (direkt) gemessen

$p_n$  = Kalibrierdruck

Dabei müssen die Volumina möglichst genau bekannt sein (siehe Abb. 3.18) und die Temperatur muß konstant bleiben. Diese Methode erfordert große Sauberkeit der verwendeten Apparaturen und findet ihre Grenzen in den Druckgebieten, in denen die Menge des Gases durch Desorptions- oder Adsorptionseffekte über die zulässigen Feh-

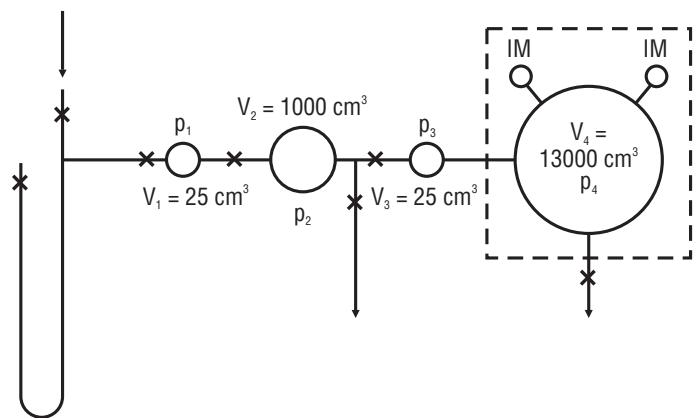


Abb. 3.18  
Erzeugung von niedrigen Drücken durch Statische Expansion

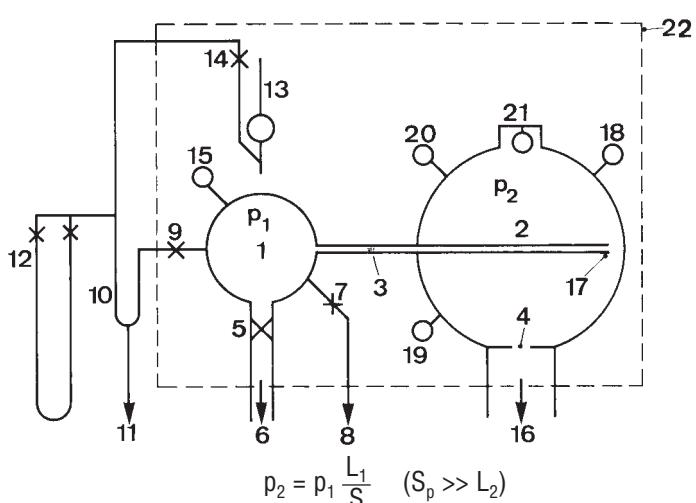


Abb. 3.19  
Schema zum Kalibrieren nach der Dynamischen Expansionsmethode.

1 Volumen 1,  
2 Volumen 2,  
3 Einlaßventil (Leitwert  $L_1$ ),  
4 Öffnung mit Leitwert  $L_2$ ,  
5 Ventil,  
6 zum Pumpensystem,  
7 Ventil,

8 zum Gasvorrat,  
9 Ventil,  
10 LN<sub>2</sub>-Kühlfalle,  
11 zum Pumpensystem,  
12 U-Rohr-Vakuummeter,  
13 McLeod-Vakuummeter,  
14 Ventil,

15 kalibrierte Ionisations-Vakuummeter-Röhre,  
16 zur Pumpe (Saugvermögen  $S_p$ ),  
17 Gaseinlaß,  
18 Massenspektrometer,  
19,20 zu kalibrierende Meßröhren,  
21 zu kalibrierendes Einbaumeßsystem,  
22 Ausheizofen

lergrenzen hinaus verändert werden kann. Diese untere Grenze liegt erfahrungsgemäß bei ca.  $5 \cdot 10^{-7}$  mbar. Die Methode heißt statische Expansionsmethode, weil Druck und Volumen ruhender Gasmengen die entscheidenden Größen sind.

### c) Dynamische Expansionsmethode

(siehe Abb. 3.19)

Bei diesem Verfahren wird der Kalibrierdruck  $p$  dadurch hergestellt, daß man Gas mit einer konstanten Durchflußleistung  $Q$  in einen Vakuumbehälter einströmen läßt, während gleichzeitig durch eine Pumpvorrichtung mit konstantem Saugvermögen  $S$  Gas aus dem Behälter abgepumpt wird. Im

Gleichgewicht gilt gemäß Gleichung 1.10 a:  

$$p = Q / S$$

$Q$  wird entweder durch die vom Vorratsgefäß, in dem ein konstanter Druck herrscht in das Kalibiergefäß abströmende Gasmenge bestimmt oder durch die durch einen bekannten Leitwert mit gemessenem Druck in das Kalibiergefäß einströmende Gasmenge. Der Druck vor dem Einlaßventil muß so hoch sein, daß man ihn mit einem absoluten Meßgerät ermitteln kann. Die Einlaßöffnungen des Ventils (enge Kapillare, Sinterkörper) müssen so eng sein, daß die Bedingung  $d \ll \lambda$  erfüllt ist, also eine Molekularströmung und damit ein konstanter Leitwert des Eingangsventils

vorliegt (siehe Abschnitt 1.5). Die Gasmenge ist dann durch  $p_1 \cdot L_1$  bestimmt, wobei  $p_1$  = Druck vor dem Einlaßventil und  $L_1$  = Leitwert des Ventils ist. Die Pumpanordnung besteht aus einer genau ausgemessenen Öffnung mit dem Leitwert  $L_2$  in einer möglichst dünnen Wand (Blendenleitwert) und einer Pumpe mit einem Saugvermögen  $S_p$ :

$$S = \frac{L_2 \cdot S_p}{L_2 + S_p} = \frac{L_2}{1 + \frac{L_2}{S_p}} \quad (3.8)$$

und damit

$$p_2 = p_1 \cdot \frac{L_1}{S} = p_1 \cdot \frac{L_1}{L_2} \cdot (1 + \frac{L_2}{S_p}) \quad (3.9)$$

Die Methode hat den Vorteil, daß nach der Einstellung eines Gleichgewichtszustandes die Sorptionseffekte keine Rolle mehr spielen und man daher mit diesem Verfahren in sehr niedrige Druckbereiche vordringen kann.

## 3.5 Drucküberwachung, -steuerung und -regelung in Vakuumbehältern

### 3.5.1 Grundsätzliches zur Drucküberwachung und -steuerung

Bei allen Vakuumprozessen muß der Druck in der Anlage laufend kontrolliert und – sofern erforderlich – auch geregelt werden. Die moderne Betriebskontrolle verlangt darüber hinaus, daß alle für die Überwachung einer Anlage wichtigen Meßwerte in oft weit entfernte Zentralen, Kontroll- und Schaltwarten übertragen und in übersichtlicher Weise zusammengefaßt werden. Dabei werden häufig Druckveränderungen in ihrem zeitlichen Verlauf von Schreibern aufgezeichnet und registriert. Dem zufolge werden an die Vakuummeter zusätzliche Forderungen gestellt:

- kontinuierliche Meßwertanzeige, möglichst analog und digital
- übersichtliche und bequeme Ablesbarkeit des Meßwertes
- Schreiberausgang zum Anschluß eines Schreibers oder von Steuer- oder Regelgeräten
- eingebaute Computerschnittstelle (z.B. RS 232)
- Möglichkeit Schaltvorgänge durch eingebaute „Trigger-Punkte“ auszulösen

Diese Forderungen werden mit Ausnahme der Feder-, Präzisionsmembran- und Flüssigkeits-Vakuummeter im allgemeinen von allen Vakuummetern erfüllt, die eine elektrische Meßwertanzeige haben. Die Netzeräte sind hierzu mit Schreiberausgängen ausgerüstet, die je nach Druckanzeige, auf der Meßwertskala kontinuierliche Spannungen zwischen 0 und 10 V liefern, so daß die Druckwerte mit Hilfe eines Schreibers zeitlich registriert werden können. Wird an den Schreiberausgang des Meßgerätes ein Druckschaltgerät angeschlossen, so können bei Über- oder Unterschreiten vorgegebener Sollwerte Schaltvorgänge ausgelöst werden. Die Sollwerte oder Schaltschwellenwerte zum Auslösen von Schaltvorgängen direkt in den Meßgeräten werden Trigger-Werte genannt. Neben den Vakuummetern gibt es Membran-Druckschalter, die (ohne Anzeige eines Meßwertes) bei Erreichen eines bestimmten Druckes über einen Kontaktverstärker einen Schaltvorgang auslösen. Auch durch solche Schaltvorgänge können dann beispielsweise Ventile gesteuert werden.

## 3.5.2 Automatische Sicherung, Überwachung und Steuerung von Vakumanlagen

Die Sicherung einer Vakumanlage gegen Störungen ist von größter Bedeutung. Bei einem Ausfall können unter Umständen sehr hohe materielle Werte auf dem Spiel stehen, sei es durch Verlust der gesamten Anlage oder wichtiger Teile davon, durch Verlust der Charge des zu bearbeitenden Materials oder durch weiteren Produktionsausfall. Eine ausreichende Betriebskontrolle und Sicherung, vor allem größerer Produktionsanlagen, sollte daher durchgeführt werden. Die einzelnen bei dieser Aufgabe zu berücksichtigenden Faktoren werden am besten an Hand eines Beispiels verdeutlicht: Abb. 3.20 zeigt das Schema eines Hochvakuum-Pumpstandes. Für die Evakuierung eines Rezipienten (11) stehen wahlweise eine Wälzkolben- (14) oder eine Diffusionspumpe (15) zur Verfügung, die beide gegen eine Vorpumpe (1) arbeiten. Im Bereich des Feinvakuums wird die Wälzkolben- und im Hochvakuum die Diffusionspumpe eingesetzt. Die Ventile (3), (8), (16) sind elektropneumatisch betrieben. Die einzelnen Elemente werden von

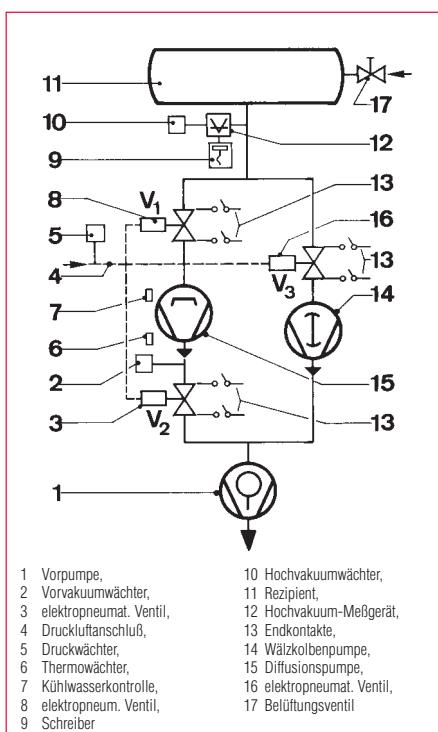


Abb. 3.20  
Schema eines Hochvakuum-Pumpstandes mit wahlweisem Betrieb einer Wälzkolben- oder einer Diffusionspumpe.

einem Schaltpult aus durch Druckknopfschalter betätigt. Der Pumpstand soll gegen folgende Störungen gesichert werden:

- a) Stromausfall
- b) Absinken des Druckes im Druckluftnetz
- c) Ausfall des Kühlwassers der Diffusionspumpe
- d) Fehler an der Diffusionspumpenheizung
- e) Ausfall der Vorpumpe
- f) Druckanstieg über einen höchstzulässigen Wert im Rezipienten
- g) Druckanstieg über einen Höchstwert des Vorvakums (Vorvakumbeständigkeit der Diffusionspumpe)

Die gegen derartige Störungen zu ergreifenden Maßnahmen sollen in der gleichen Reihenfolge besprochen werden:

- a) Maßnahmen bei Stromausfall: Alle Ventile werden geschlossen, dadurch wird das Belüften des Kessels verhindert und die Diffusionspumpe vor Schaden geschützt.
- b) Sicherung bei Absinken des Druckes im Druckluftnetz: Die Druckluft wird von einem Druckwächter (5) überwacht. Bei Absinken unter einen vorgegebenen Druck kann zunächst ein Signal gegeben, oder die Ventile können automatisch geschlossen werden. Hierfür ist es notwendig, daß ein genügend großes Vorratsvolumen der Druckluft vorhanden ist (in Abb. 3.20 nicht gezeichnet), das für die einmalige Betätigung sämtlicher Ventile ausreicht.

den ist (in Abb. 3.20 nicht gezeichnet), das für die einmalige Betätigung sämtlicher Ventile ausreicht.

- c) Maßnahmen bei Ausfall des Kühlwassers der Diffusionspumpe: Das Kühlwasser wird von einem Durchfluß- oder Temperaturwächter überwacht (6) und (7). Bei zu geringem Kühlwasserabfluß wird die Heizung der Diffusionspumpe abgeschaltet und ein Signal gegeben; das Ventil (8) schließt.
- d) Sicherung bei Fehlern an der Heizung der Diffusionspumpe: Eine Unterbrechung der Diffusionspumpenheizung kann von einem Relais überwacht werden. Beim Ansteigen der Temperatur über einen höchstzulässigen Wert spricht ein Temperaturwächter (6) an. In beiden Fällen schließt das Ventil (8) und ein Signal wird gegeben.
- e) Sicherung bei Ausfall der Vorpumpe: Vorpumpen mit Keilriemenantrieb müssen einen Fliehkraftschalter haben, der im Fall eines Riemenbruches oder einer sonstigen Störung die ganze Anlage außer Betrieb setzt. Einblockpumpen, bei denen der Antrieb unmittelbar auf die Welle übertragen wird, können durch Stromrelais und dergleichen überwacht werden.
- f) Sicherung gegen Druckanstieg im Rezipienten über einen bestimmten Grenzwert: Der Hochvakuumwächter (10) gibt bei Überschreiten eines vorgeschriebenen Druckes ein Signal.
- g) Sicherung der Vorvakumbeständigkeit der Diffusionspumpe: Bei Überschreiten eines bestimmten Vorvakuumdruckes werden vom Vorvakuumwächter (2) sämtliche Ventile geschlossen, die Pumpen abgeschaltet und ebenfalls ein Signal gegeben. Die Stellung der Ventile (3), (8), (16) wird mittels Endkontakten (13) an der Bedienungstafel angezeigt. Der Druck wird am Rezipienten mit einem Hochvakuum-Meßgerät (12) gemessen und mit einem Schreiber (9) registriert. Gegen Bedienungsfehler kann man sich sichern, indem man die einzelnen Schaltelemente gegeneinander so verriegelt, daß sie nur in voraus bestimmter Reihenfolge betätigt werden können. So darf z. B. die Diffusionspumpe nicht eingeschaltet werden, wenn die Vorpumpe nicht läuft bzw. der erforderliche Vorvakuumdruck nicht vorhanden ist oder der Kühlwasserumlauf nicht funktioniert.

Der Schritt von der gegen alle Störungen gesicherten zur vollautomatisch arbeitenden, programmgesteuerten Anlage ist prinzipiell nicht groß, wenn auch natürlich der elektrische Aufwand in der Schaltung und Verdrahtung erheblich zunimmt.

### 3.5.3 Druckregelung und -Steuerung in Grob- und Feinvakuum-anlagen

Steuerung und Regelung haben die Aufgabe, einer physikalischen Größe – hier des Druckes in der Vakuumanlage – einen bestimmten Wert zu verleihen. Gemeinsames Merkmal ist das Stellglied, das die Energiezufuhr zur physikalischen Größe und damit die Größe selbst verändert. Als Steuerung bezeichnet man das Beeinflussen eines Systems oder Gerätes durch Befehle. Dabei wird mit einer Stellgröße unmittelbar das Stellglied und damit der Istwert der physikalischen Größe verändert. Beispiel: Betätigen eines Ventiles durch einen druckabhängigen Schalter. Der Istwert kann sich durch zusätzliche äußere Einflüsse unerwünschter Weise ändern. Das gesteuerte Gerät kann auf den Befehlgeber nicht zurückwirken. Man sagt deshalb Steuerungen haben einen offenen Wirkungsablauf. Bei einer Regelung wird der Istwert der physikalischen Größe fortlaufend mit dem vorgegebenen Sollwert verglichen und bei Abweichung so ausgeglichen, daß er sich dem Sollwert möglichst vollständig nähert. Praktisch setzt eine Regelung immer eine Steuerung voraus. Der wesentliche Unterschied ist der Regler in dem der Soll-/Istwert-Vergleich erfolgt. Die Gesamtheit aller am Regelvorgang beteiligten Glieder bildet den Regelkreis. Die Begriffe und Kenngrößen zur Beschreibung von Regelvorgängen sind in DIN 19226 festgelegt.

Man unterscheidet allgemein zwischen unstetigen Regelungen (z.B. Zweipunkt- oder Dreipunktregelung) mit Vorgabe eines Druckfensters, in dem sich der Druck bewegen darf und stetigen Regelungen (z.B. PID-Regelung) mit einem vorgegebenen Sollwert des Druckes, der möglichst genau eingehalten werden soll. Zum Einstellen des Druckes in einer Vakuumanlage haben wir zwei Möglichkeiten: erstens durch Verändern des Saugvermögens (Drehzahländerung der Pumpe oder Drosselung durch Schließen eines Ventiles) und zweitens

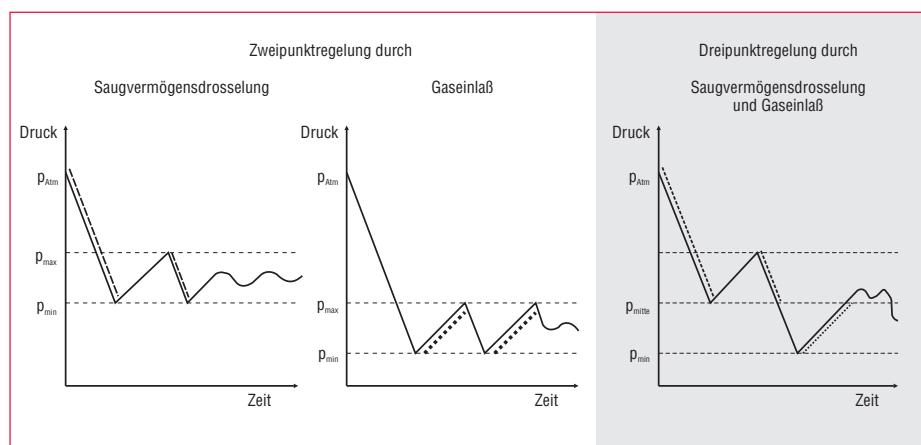


Abb. 3.21  
Schema von Zweipunkt- und Dreipunktregelung

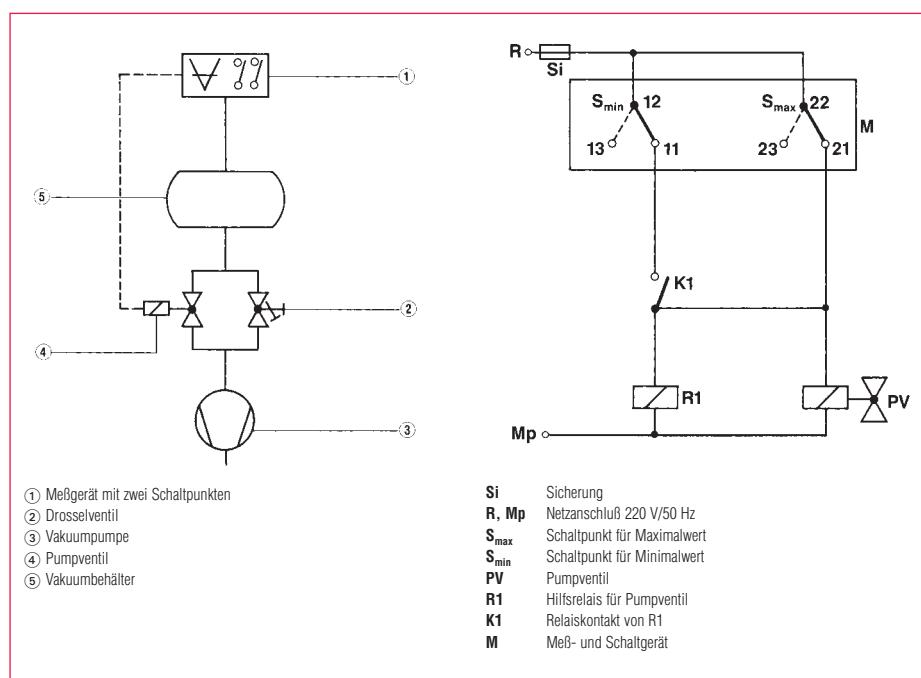


Abb. 3.22  
Zweipunktregelung durch Saugvermögensdrosselung

durch Gaseinlaß (Öffnen eines Ventiles). Daraus ergeben sich insgesamt 4 Vorgehensweisen.

#### Unstetige Druckregelung

Obwohl eine stetige Regelung zweifellos das elegantere Verfahren darstellt, ist in allen Vakumbereichen vielfach eine Zweipunktregelung völlig ausreichend. Zur Festlegung des Druckfensters sind dazu zwei bzw. drei variable, druckabhängige Schaltkontakte erforderlich. Dabei ist es egal, ob die Schaltkontakte in einem Meßgerät mit Anzeige oder in einem nachgeschalteten Gerät eingebaut sind oder ob

es sich um Druckschalter ohne Anzeige handelt. Abb. 3.21 soll den Unterschied zwischen einer Zweipunktregelung durch Saugvermögensdrosselung, einer Zweipunktregelung durch Gaseinlaß und einer Dreipunktregelung durch Kombination von Saugvermögensdrosselung und Gaseinlaß verdeutlichen. Die Abbildungen 3.22 und 3.23 zeigen Schaltung und Aufbau der beiden Zweipunktregelungen. Bei der Zweipunktregelung durch Saugvermögensdrosselung (Abb. 3.22) ist im Ruhezustand der Relais-Kontakte das Pumpventil 4 mit Spannung versorgt, also geöffnet. Bei Unterschreiten des oberen Schaltpunktes

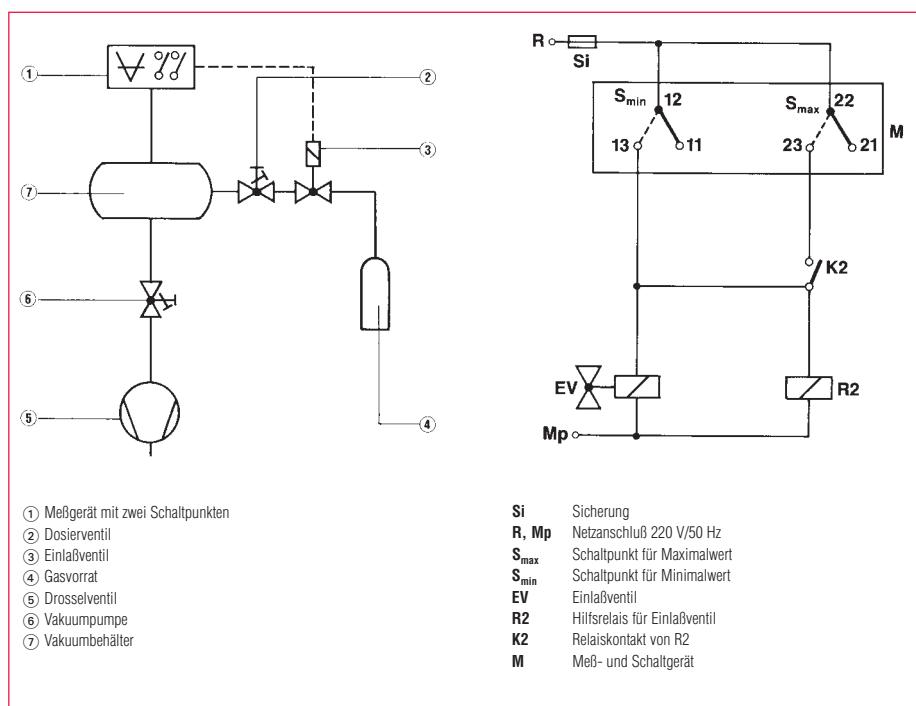


Abb. 3.23  
Zweipunktregelung durch Gaseinlaß

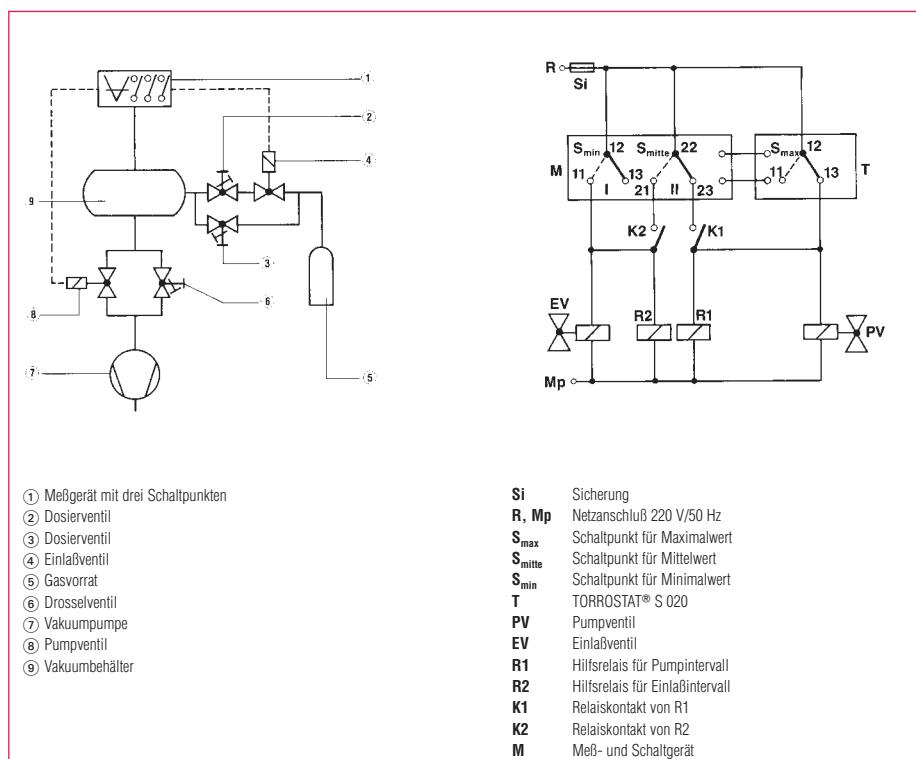


Abb. 3.24  
Drei-Punktregelung

bleibt das Ventil wegen der Selbsthaltefunktion des Hilfsrelais geöffnet. Erst durch Unterschreiten des unteren Schaltpunktes wird die Relais-Selbsthaltung wieder gelöst. Bei einem nachfolgenden Druckanstieg wird das Ventil erst beim oberen Schaltpunkt erneut geöffnet.

Bei der Zwei-Punktregelung durch Gaseinlaß ist das Einlaßventil zunächst geschlossen. Bei Unterschreiten des oberen Druckschaltpunktes verändert sich nichts, erst bei Unterschreiten des unteren Schaltpunktes werden durch die »Schließer-Kontakte« gleichzeitig das Gaseinlaßventil

geöffnet und das Hilfsrelais mit Selbsthaltefunktion betätigt. Eine Rückkehr in den Ruhezustand mit Schließen des Gaseinlaßventils wird erst nach Überschreiten des oberen Schaltpunktes durch den Abfall der Relais-Selbsthaltung wieder erreicht.

Abb. 3.24 zeigt die entsprechende Dreipunktregelung, die aus den beiden eben besprochenen Komponenten zusammengesetzt wurde. Wie schon der Name sagt wurden dabei zwei Schaltpunkte, der untere Schaltpunkt der Regelung durch Saugvermögensdrosselung und der obere Schaltpunkt der Gaseinlaßregelung, zusammengelegt.

Zur Vermeidung der umständlichen Installation mit Hilfsrelais bieten viele Geräte die Möglichkeit die Funktionsart der eingebauten Trigger-Werte über die Software zu verändern. Dabei kann zunächst zwischen Einzelschaltpunkten (sogenannten »Level-Triggern«) und verketteten Schaltpunkten (»Intervall-Triggern«) gewählt werden. Diese Funktionen sind in Abb. 3.25 erklärt. Bei Intervall-Triggern kann außerdem die Größe der Hysterese und die Art der Sollwertvorgabe gewählt werden, nämlich entweder feste Einstellung im Gerät oder Vorgabe durch eine externe Spannung z.B. von 0 – 10 Volt. So kann beispielsweise mit dem LEYBOLD MEMBRANOVAC der A-Serie unmittelbar eine Dreipunktregelung (ohne Hilfsrelais) aufgebaut werden. Abb. 3.26 zeigt verschiedene Geräte der neuen LEYBOLD-A-Serie, die obwohl sie nach verschiedenen Meßverfahren arbeiten, alle ein einheitliches Aussehen zeigen.

## Stetige Druckregelung

Wir haben hier zwischen **Elektrischen Reglern** (z.B. PID-Regler) mit einem Proportionalventil als Stellglied und mechanischen Membranreglern zu unterscheiden. Bei Regelung mit elektrischen Reglern ist die Abstimmung von Regler und Stellglied (piezoelektrisches Gaseinlaßventil, Einlaßventil mit Motorantrieb, Drosselklappe, Drosselventil) wegen der sehr unterschiedlichen Randbedingungen (Volumen des Rezipienten, effektives Saugvermögen am Rezipienten, Druck-Regelbereich) schwierig. Solche Regelkreise neigen bei Prozeß-Störungen leicht zum Schwingen. Allgemein gültige Richtwerte lassen sich kaum angeben.

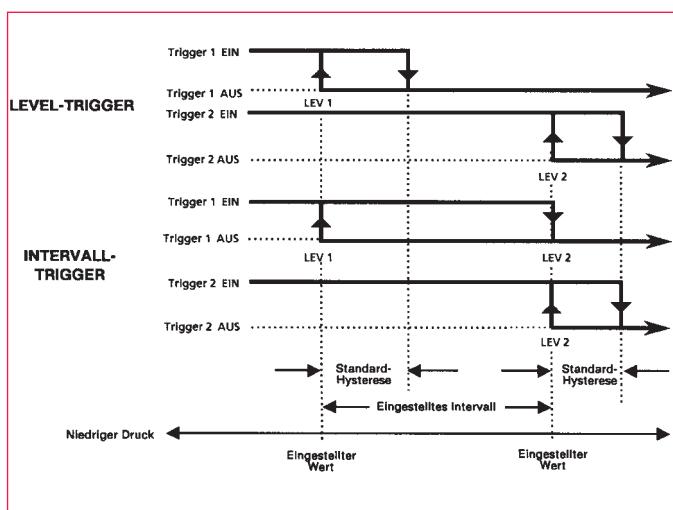


Abb. 3.25  
Darstellung der Level-Trigger und Intervall-Trigger

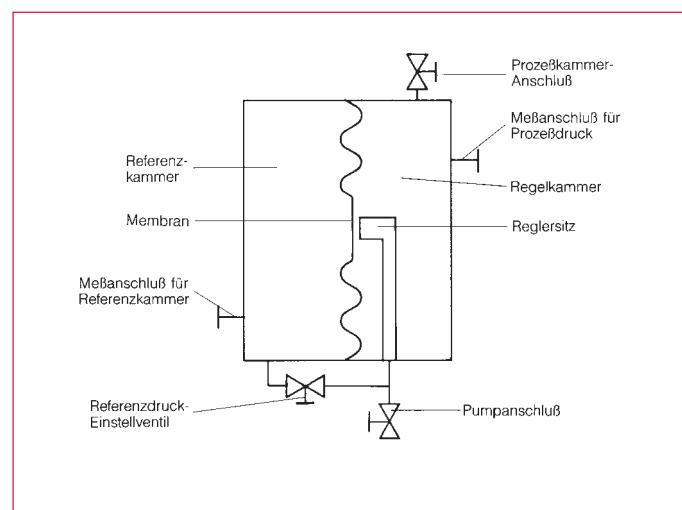


Abb. 3.27  
Prinzip des Membranreglers



Abb. 3.26  
LEYBOLD-A-Serie, Geräte mit Level- und Intervall-Triggern

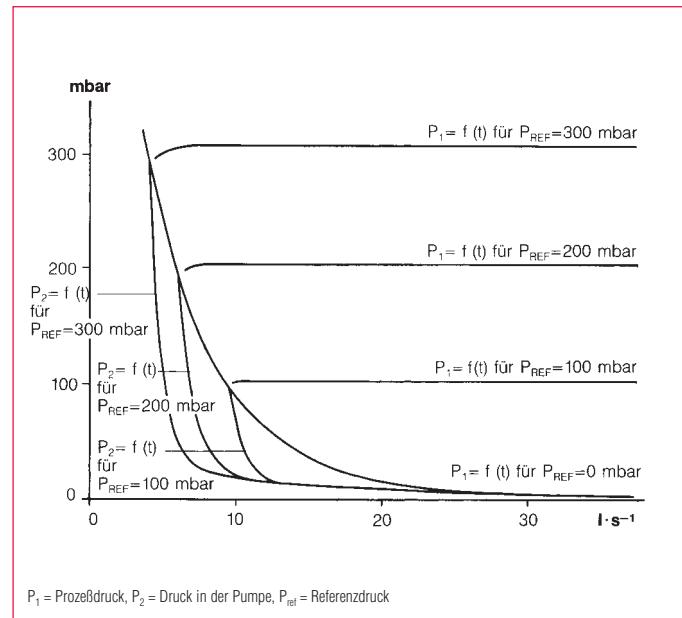


Abb. 3.28  
Regelverhalten eines Membranreglers

Viele Regelprobleme lassen sich besser mit einem **Membranregler** lösen. Die Funktion des Membranreglers (siehe Abb. 3.27) läßt sich einfach aus der eines Membran-Vakuummeters ableiten: Durch eine gummielastische Membran wird ein stumpfes Rohrende verschlossen (für Referenzdruck > Prozeßdruck) oder freigegeben (für Referenzdruck < Prozeßdruck), so daß im letzteren Fall die Verbindung zwischen Prozeßseite und Vakuumpumpe hergestellt ist. Diese elegante und quasi »eigenautomatische« Regelung hat ein ausgezeichnetes Regelverhalten (siehe Abb. 3.28).

Zur Erzielung großer Durchflußraten können mehrere Membranregler parallel geschaltet werden. Dazu werden sowohl die Prozeßkammern als auch die Referenzkammern der einzelnen Regler parallel geschaltet. Abb. 3.29 zeigt eine derartige Schaltung von 3 Membranreglern MR 50.

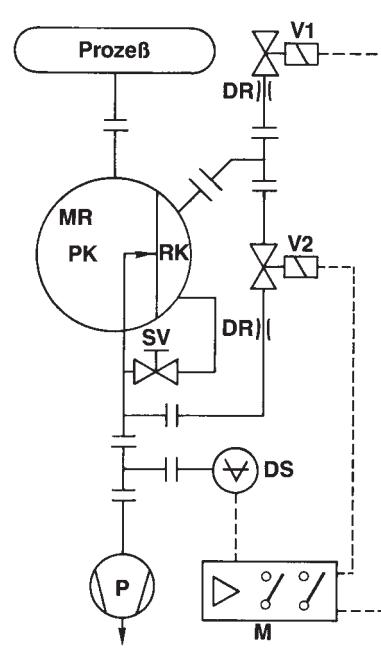
Zur Steuerung eines Vakuumprozesses ist es vielfach erforderlich, den Druck in einzelnen Prozeßschritten zu verändern. Das kann bei einem Membranregler natürgemäß entweder per Hand oder durch elektrische Regelung des Referenzdruckes geschehen.

Die elektrische Regelung des Referenzdrucks von einem Membranregler ist wegen des kleinen, immer gleichbleibenden Referenzvolumens vergleichsweise einfach. Abb. 3.31 zeigt eine derartige Anordnung links als Bild, rechts schematisch; siehe 3.5.5 Anwendungsbeispiele mit Membranreglern.

Um ein Verändern des Referenzdruckes und damit des Prozeßdruckes zu höheren Drucken hin realisieren zu können, muß zusätzlich auch an der Prozeßkammer ein Gaseinlaßventil angebracht werden, das über einen Differenzdruckschalter (in Abb. 3.31 nicht gezeichnet) geöffnet wird, wenn



Abb. 3.29  
Dreifach-Schaltung von Membranreglern



<b>MR</b>	Membranregler
<b>P</b>	Vakuumpumpe
<b>M</b>	Meß- und Schaltgerät
<b>DS</b>	Drucksensor
<b>V1</b>	Pumpventil
<b>V2</b>	Gaseinlaßventil
<b>DR</b>	Drossel
<b>RK</b>	Referenzkammer
<b>PK</b>	Proßkammer
<b>SV</b>	Internes Referenzdruck-Stellventil

*Abb. 3.30  
Steuerung von Vakuumtrocknung des Ansaugdruckes der Wasser dampfverträglichen*

der gewünschte höhere Prozeßdruck den augenblicklichen Prozeßdruck um mehr als die am Differenzdruckschalter eingestellte Druckdifferenz überschreitet.

### **3.5.4 Druckregelung in Hoch- und Ultrahochvakuumanlagen**

Soll der Druck innerhalb bestimmter Toleranzen konstant gehalten werden, so muß mit Hilfe von Ventilen oder Drossel-

strecken ein Gleichgewicht zwischen der in den Vakuumbehälter eingelassenen Gasmenge und der gleichzeitig von der Pumpe abgesaugten Gasmenge hergestellt werden. Das ist in Grob- und Feinvakuumanlagen nicht allzu schwierig, weil die Desorption adsorbiertener Gase von den Wänden gegenüber der durchströmenden Gasmenge im allgemeinen vernachlässigbar gering ist. Die Regelung kann durch Gaseinlaß- oder durch Saugvermögensregelung erfolgen. Der Einsatz von Membranreglern ist allerdings nur zwischen Atmosphärendruck und etwa 10 mbar möglich.

Im Hoch- und Ultrahochvakuum-Bereich dagegen beeinflußt die Gasabgabe der Behälterwände den Druck in entscheidender Weise. Die Einstellung bestimmter Druckwerte ist im Hoch- und Ultrahochvakuum daher nur möglich, wenn die Gasabgabe von den Wänden gegenüber den durch die Druckregelgeräte gesteuerten Gasmengen zu vernachlässigen ist. Regelungen in diesem Bereich werden daher meist als Gaseinlaßregelung mit einem elektrischen PID-Regler ausgeführt. Als Stellglieder werden piezoelektrische oder servomotorgesteuerte Dosierventile eingesetzt. Zur Druckregelung unterhalb von  $10^{-6}$  mbar sollten nur ausheizbare Ganzmetall-Gaseinlaßventile verwendet werden.

### **3.5.5 Anwendungsbeispiele mit Membranreglern**

- 1) Steuerung eines Trocknungs-/ Destillationsprozesses unter Berücksichtigung der maximalen Wasserdampfverträglichkeit der Drehschieberpumpe.

Bei Trocknungsverfahren besteht sehr häufig der Wunsch, die Trocknung ausschließlich mit Hilfe von Vakuumpumpen ohne Zwischenschaltung von Kondensatoren durchzuführen. In Hinblick auf die begrenzte Wasserdampfverträglichkeit der Vakuumpumpen – in der Regel ca. 30 mbar – hätte dies bei nicht gedrosseltem bzw. nicht geregeltem Saugvermögen eine Kondensation der anfallenden Dämpfe innerhalb der Vakuumpumpe zur Folge. Dies kann durch eine prozeßabhängige Fernsteuerung eines Membranreglers mit Zusatzsteuerventilen und ein Meß- und

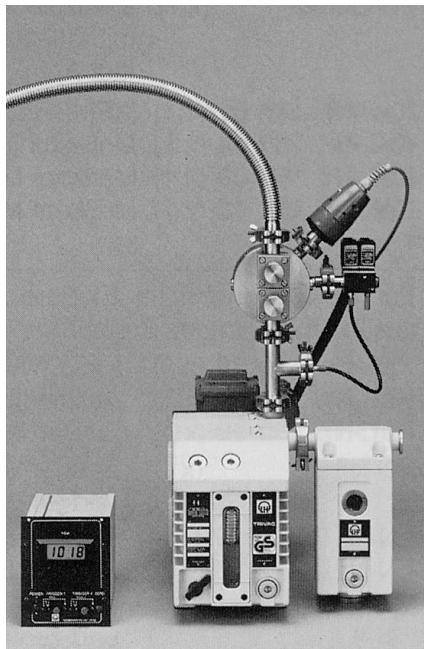
Schaltgerät mit Drucksensor am Saugstutzen der Vakumpumpe vermieden werden, wenn durch automatische Kontrolle des Ansaugdruckes der Vakumpumpe der Ansaugdruck durch Saugvermögensdrosselung der Pumpe an ihre Wasserdampfverträglichkeit angepaßt wird. Abb. 3.30 zeigt das Prinzip dieser Anordnung.

Funktionsweise: Ausgehend vom Atmosphärendruck und nicht eingeschalteter Prozeßheizung ist zunächst das Ventil V1 geöffnet (Maximal-Schaltpunkt überschritten), so daß auch in der Referenzkammer Atmosphärendruck herrscht.

Der Membranregler ist deshalb geschlossen. Bei Inbetriebnahme wird zunächst die Verbindungsleitung zwischen Vakumpumpe und Pumpventil V2 evakuiert. Sobald der Maximal-Schaltpunkt unterschritten wird, schließt das Ventil V1. Bei Unterschreiten des Minimal-Schaltpunktes öffnet das Ventil V2.

Dadurch wird der Druck in der Referenzkammer langsam abgesenkt, die Drosselung des Membranreglers entsprechend reduziert und dadurch der Prozeßdruck so lange abgesenkt, bis die Prozeßgasmenge über der Fördermenge der Pumpe liegt und damit der Minimalschaltpunkt wieder überschritten wird. Das Ventil V2 schließt wieder. Dieses Wechselspiel wiederholt sich solange, bis auch der Druck in der Prozeßkammer unter den Minimalschaltpunkt abgesunken ist. Danach bleibt das Ventil V2 offen, so daß der Prozeß bei vollständig geöffnetem Membranregler auf den erforderlichen Enddruck abgesenkt werden kann.

Zur intensiven und schnellen Trocknung wird das zu trocknende Gut in der Regel beheizt. Bei entsprechendem Wasserdampfanfall steigt der Ansaugdruck über die beiden Schaltpunkte hinaus an. Dadurch schließt zunächst das Ventil V2 und das Ventil V1 öffnet. Durch einströmende Luft oder Schutzgas über das Ventil V1 wird der Druck in der Referenzkammer so lange erhöht und damit der Durchsatz am Membranregler gedrosselt, bis der Ansaugdruck der Vakuumpumpe wieder unter den eingestellten Maximalschaltpunkt abgesunken ist. Danach schließt das Ventil V1.



**MR** Membranregler  
**PS** Prozeßdruck-Sensor  
**RS** Referenzdruck-Sensor  
**V1** Gaseinlaßventil  
**V2** Pumpventil  
**V3** Gaseinlaßdosierventil  
**DR** Drossel  
**M** Meß- und Schaltgerät  
**PP** Prozeßpumpe  
**RK** Referenzkammer  
**PK** Prozeßkammer  
**HP** Hilfspumpe  
**SV** Internes Referenzdruck-Stellventil

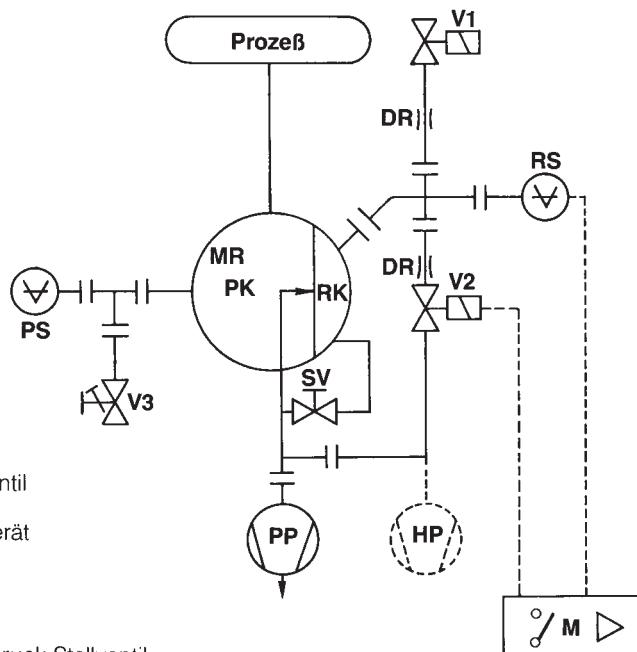


Abb. 3.31  
Membranregler mit externer, automatischer Referenzdruckregelung

In Abhängigkeit von der anfallenden Dampfmenge wird der Durchsatz des Membranreglers durch Erhöhen bzw. Erniedrigen des Referenzdruckes jeweils so eingestellt, daß der maximal zulässige Wasserdampfpartialdruck am Saugstutzen der Vakuumpumpe nie überschritten wird.

Sobald der Druck in der Prozeßkammer gegen Ende des Trocknungsprozesses unter den eingestellten Minimalschaltpunkt absinkt, öffnet das Ventil V2 und bleibt offen. Damit steht wieder der ungedrosselte Querschnitt des Membranreglers für eine rasche Endtrocknung zur Verfügung. Gleichzeitig kann über den Drucksensor DS der Verlauf der Endtrocknung kontrolliert werden.

## 2) Druckregelung durch Membranregler mit externer, automatischer Referenzdruckeinstellung.

Für automatische Vakuumprozesse mit geregeltem Prozeßdruck ist es oft erforderlich, dass auch die Voreinstellung des gewünschten Solldruckes automatisch abläuft und überwacht wird. Bei Verwendung eines Membranreglers ist dies durch Ausstattung der Referenzkammer mit einem Meß- und Schaltgerät und einem Steuerventilblock an der Referenzkammer möglich. Das Prinzip dieser Anordnung ist in Abb. 3.31 dargestellt.

**Funktionsweise:** Ausgehend vom Atmosphärendruck wird bei Start des Prozesses zunächst das Gaseinlaßventil V1 geschlossen. Das Pumpventil V2 öffnet. Die Prozeßkammer wird nun solange evakuiert, bis dort und in der Referenzkammer des Membranreglers, der am Meß- und Schaltgerät vorgewählte Solldruck erreicht ist. Bei unterschreiten der eingestellten Schaltschwelle schließt das Pumpventil V2. Damit ist der erreichte Druckwert als Referenzdruck in der Referenzkammer RK des Membranreglers MR „eingesperrt“. Nun wird der Prozeßdruck über den Membranregler MR automatisch entsprechend dem eingestellten Referenzdruck konstant gehalten. Sollte der Referenzdruck im Prozeßverlauf durch eine Undichtheit ansteigen, so wird dies automatisch über das Meß- und Steuergerät erfasst und durch kurzzeitiges Öffnen des Pumpvents V2 korrigiert. Diese zusätzliche Kontrollfunktion erhöht die Betriebssicherheit und erweitert die Anwendungsmöglichkeiten. Das Nachführen des angestiegenen Referenzdruckes auf den ursprünglich eingestellten Wert ist insbesondere für geregelte Heliumkreisläufe interessant, weil der Druckanstieg in der Referenzkammer RK des Membranreglers infolge der nicht vermeidbaren Helium-Durchlässigkeit der Reglermembran aus FPM sich durch diese Anordnung kompensieren lässt.

Um ein Verändern des Referenzdruckes und damit des Prozeßdruckes zu höheren Drücken hin realisieren zu können, muß zusätzlich auch an der Prozeßkammer ein Gaseinlaßventil angebracht werden, das über einen Differenzdruckschalter (in Abb. 3.31 nicht gezeichnet) geöffnet wird, wenn der gewünschte, höhere Prozeßdruck den augenblicklichen Prozeßdruck um mehr als die am Differenzdruckschalter eingestellte Druckdifferenz überschreitet.

## 4. Massenspektrometrische Gasanalyse bei niedrigen Drücken

### 4.1 Allgemeines

Gasanalysen bei niedrigen Drücken sind nicht nur im spezielleren Gebiet der eigentlichen Vakuumtechnik nützlich, wie etwa bei der Restgasanalyse einer Vakuumpumpe, der Dichtheitsprüfung einer Flanschverbindung oder von Versorgungsleitungen im Vakuum, (Druckluft, Wasser), sondern auch in dem weiten Feld vakuumtechnischer Anwendungen und Verfahren. Als Beispiel sei hier die Prozeßgasanalyse bei der Herstellung dünner Schichten genannt. Die zur qualitativen und/oder quantitativen Gasanalyse verwendeten Geräte sind speziell entwickelte Massenspektrometer mit sehr kleinen Abmessungen, die wie jedes andere Vakuummeter unmittelbar an das Vakuumsystem angeschlossen werden können. Hierdurch unterscheiden sich diese Meßgeräte von anderen Massenspektometern, wie sie beispielsweise für die chemische Gasanalyse benutzt werden. Solche Geräte eignen sich z.B. schlecht als Partialdruck-Meßgeräte, weil sie zu groß sind, eine lange Verbindungsleitung zum Vakuumbehälter erfordern und nicht mit diesem zusammen ausheizbar sind. Auch ist der Aufwand eines analytischen Massenspektrometers unnötig groß, weil zur Partialdruckmessung u. a. geringere Anforderungen an das Auflösungsvermögen gestellt werden. Unter dem Begriff Partialdruck wird der Teildruck verstanden, den eine bestimmte Gasart eines Gasgemisches hat. Die Summe der Teildrücke aller Gasarten ergibt den Totaldruck. Die Gasarten unterscheiden sich im wesentlichen durch ihre molare Masse. Die Analyse soll daher in erster Linie die Gasanteile innerhalb eines Systems qualitativ bezüglich der molaren Masse und quantitativ bezüglich der mengenmäßigen Anteile der einzelnen, den verschiedenen Massenzahlen zuzuschreibenden Gasarten erfassen.

Die gebräuchlichen Partialdruck-Meßgeräte bestehen aus dem eigentlichen Meßsystem (Sensor) und dem zu dessen Betrieb erforderlichen Bedienungsgerät. Der Sensor enthält die Ionenquelle, das Trennsystem und den Ionenfänger. Die Trennung von Ionen unterschiedlicher Masse und



Abb. 4.1 a  
TRANSPECTOR-Sensoren



Abb. 4.1 b  
TRANSPECTOR XPR-Sensor

Ladung erfolgt häufig durch Ausnutzung von Resonanzerscheinungen der Ionen in elektrischen und magnetischen Feldern.

Die Bedienungsgeräte waren am Anfang recht unhandlich und boten unzählige Manipulationsmöglichkeiten, die oft nur von Physikern gehandhabt und genutzt werden konnten. Mit der Einführung der PC's wurden die Anforderungen an die Bedienungsgeräte immer größer. Zunächst wurden sie mit Rechner-Schnittstellen ausgestattet, später versuchte man einen PC mit einer zusätzlichen Meßkarte für den Betrieb des Sensors auszurüsten. Die heutigen Sensoren sind Transmitter, die mit einer unmittelbar atmosphärenseitig angebrachten, elektrischen Versorgungseinheit ausgerüstet sind, von der die Kommunikation über die üblichen Rechnerschnittstellen

(RS 232, RS 485) mit einem PC erfolgt. Der Bedienungskomfort liegt in der Software, die auf dem PC läuft.

### 4.2 Geschichtliches

Seit Thomson's erstem Versuch zur Bestimmung des Verhältnisses von Ladung zu Masse  $e/m$  des Elektrons im Jahre 1897 dauerte es lange Zeit bis in den 50er Jahren eine ganze Reihe verschiedener Analysen-Systeme in der Vakuumtechnik zur Anwendung kam: Omegatron, Topatron und schließlich das von Paul und Steinwedel 1958 vorgeschlagene Quadrupol-Massenspektrometer, das bei Leybold in serienmäßiger Ausführung als TRANSPECTOR zur Verfügung steht (siehe Abb. 4.1). Die ersten prozeßtechnischen Anwendungen der Massenspektrometrie in der Vakuumtechnik stammen vermutlich aus den Jahren 1943/44 von Backus. Er machte damals in den „Radiographic Laboratories der University of California“ Untersuchungen zur Trennung von Uran-Isotopen und verwendete ein  $180^\circ$ -Sektorfeldspektrometer nach Dempster (1918), das er „vacuum analyzer“ nannte. Noch heute wird in den USA und im UK gerne ein ähnlicher Ausdruck nämlich „residual gas analyzer“ (RGA) statt Massenspektrometer verwendet. Die heutige Anwendung in der Prozeßkontrolle ist vor allem in der Produktion von Halbleiterbauteilen gegeben.

### 4.3 Das Quadrupol-Massenspektrometer (TRANSPECTOR)

Der aus der Elektronenstoß-Ionenquelle extrahierte Ionenstrahl wird in ein Quadrupol-Trennsystem mit vier stabförmigen Elektroden gelenkt. Die Querschnitte der vier Stäbe bilden die Krümmungskreise einer Hyperbel, so daß das umgebende elektrische Feld annähernd hyperbolisch ist. Je zwei gegenüberliegende Stäbe haben gleiches Potential und zwar eine Gleichspannung und eine überlagerte, hochfrequente Wechselspannung (Abb. 4.2). Durch die angelegten Spannungen werden die im Zentrum zwischen den Stäben fliegenden Ionen zu Transversalschwingungen angeregt. Die Amplituden fast aller Schwingungen eskalieren, so daß die Ionen auf die Stäbe treffen; nur für die Ionen mit einem bestimmten Verhältnis von Masse zu Ladung  $m/e$  ist die Resonanzbedingung

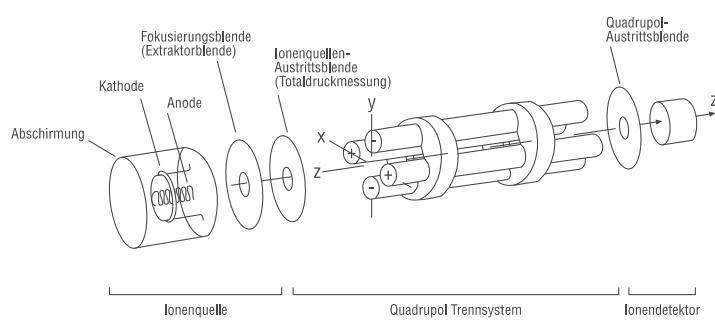


Abb. 4.2  
Schema Quadrupol-Massenspektrometer

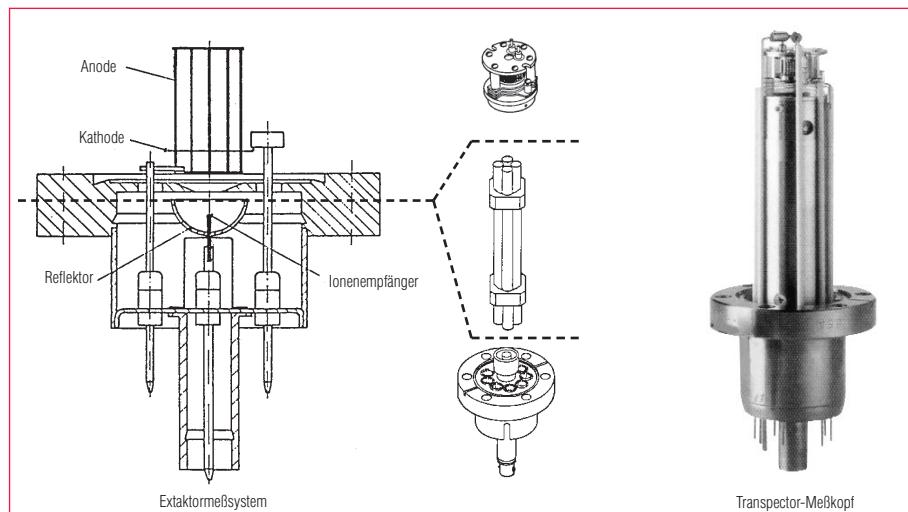


Abb. 4.3  
Quadrupol-Massenspektrometer – Extraktor-Ionisations-Vakuummeter

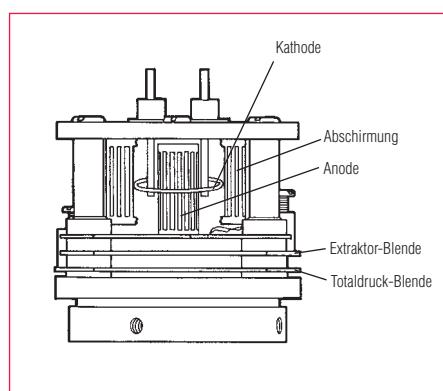


Abb. 4.4  
Offene Ionenquelle

für den Durchlaß erfüllt. Nach Austritt aus dem Trennsystem treffen die Ionen auf den Ionenfänger (Detektor, Faraday-Cup), der auch als Sekundär-Elektronen-Vervielfacher (SEV) ausgebildet sein kann.

Die geometrischen Abmessungen des Sensors bzw. des Trennsystems sind etwa 15 cm. Um zu erreichen, daß die Ionen von der Ionenquelle unbehindert bis zum Ionenfänger fliegen können, muß die mittlere freie Weglänge im Sensor deutlich größer

als 15 cm sein. Für Luft und Stickstoff ist etwa  $p \cdot \lambda = 6 \cdot 10^{-3}$  mbar.cm. Dem entspricht bei  $p = 1 \cdot 10^{-4}$  mbar eine mittlere freie Weglänge von  $\lambda = 60$  cm. Dieser Druck gilt allgemein als Mindest-Vakuum für Massenspektrometer. Die Notabschaltung der Kathode (bei zu hohem Druck) ist fast immer auf etwa  $5 \cdot 10^{-4}$  mbar eingestellt. Der Wunsch, Quadrupolspektrometer auch bei höheren Drücken ohne besondere Druckwandler zu betreiben, hat bei Leybold-Inficon zur Entwicklung des XPR-Sensors geführt (XPR steht für **e**xtended **p**ressure **r**ange). Um den für Sputterprozesse so wichtigen Bereich bis etwa  $2 \cdot 10^{-2}$  mbar direkt messen zu können, wurde das Stab-System von 12 cm auf eine Länge von 2 cm verkleinert. Damit Ionen die zum Erzielen einer sauberen Massentrennung nötige Anzahl von ca. 100 Transversalschwingungen ausführen können, mußte auch die Hochfrequenz des XPR-Sensors von rund 2 MHz auf etwa den 6-fachen Wert, nämlich auf 13 MHz angehoben werden. Trotz der Verkleinerung des Stabsystems gibt es bei so hohen Drücken noch immer eine durch

Streuprozesse verminderde Ionenausbeute, so daß erst eine zusätzliche elektronische Korrektur eine einwandfreie Darstellung des Spektrums ermöglichte. Die Abmessungen des XPR-Sensors sind so klein, daß er vollkommen im Rohransatz des Anschlußflansches (NW 40 CF) verschwindet und damit im eigentlichen Rezipienten keinen Platz beansprucht. Abb. 4.1 zeigt den Größenvergleich der normalen Hochleistungssensoren mit und ohne Channeltron-SEV, den normalen Sensor mit Channelplate-SEV und den XPR-Sensor. Das für den Sensor nötige Hochvakuum wird vielfach mit einer Turbo-Molekularpumpe TURBOVAC 50 und einer Drehschieberpumpe D 1,6 B erzeugt. Die Turbo-Molekularpumpe bietet durch ihr großes Kompressionsvermögen für hochmolekulare Gase auch den Vorteil, den Sensor bzw. seine Kathode vor Verunreinigungen aus Richtung der Vorpumpe ideal zu schützen.

### 4.3.1 Aufbau des Sensors

Man kann sich den Sensor aus einem Extraktor-Meßsystem (siehe Abb. 4.3) entstanden denken, wobei zwischen Ionenquelle und Ionenfänger das Trennsystem eingefügt wurde.

#### 4.3.1.1 Die normale (offene) Ionenquelle

Die Ionenquelle besteht aus einer Anordnung von Kathode und Anode und mehreren Blenden. Der konstant gehaltene Emissionsstrom verursacht die teilweise Ionisation des Restgases, in das die Ionenquelle möglichst gut „eintauchen“ soll. Dabei wird das Vakuum in Umgebung des Sensors naturgemäß durch Ausheizen der Wände oder der Kathode beeinflußt. Die Ionen werden durch die Blenden in Richtung Trennsystem extrahiert. Eine der Blenden ist mit einem separaten Verstärker verbunden und dient – völlig unabhängig von der Ionentrennung – der fortwährenden Totaldruckmessung (siehe Abb. 4.4). Die Kathoden bestehen aus Iridiumdraht und haben eine Thoriumoxidbeschichtung zur Herabsetzung der Elektronenaustrittsarbeit. (Seit einiger Zeit wird das Thoriumoxid nach und nach durch Yttriumoxid ersetzt). Diese Beschichtungen setzen die Elektronenaustrittsarbeit herab, so daß der gewünschte Emissionsstrom schon bei tieferen Ka-

thodentemperaturen erreicht wird. Für Sonderanwendungen sind Wolfram-Kathoden (unempfindlich gegen Kohlenwasserstoffe, empfindlich gegen Sauerstoff) oder Rhenium-Kathoden (unempfindlich gegen Sauerstoff und Kohlenwasserstoffe, verdampft aber wegen seines hohen Dampfdruckes schon während des Betriebes langsam) erhältlich.

### 4.3.1.2 Das Quadrupol-Trennsystem

Hier erfolgt die Trennung der Ionen nach ihrem Masse/Ladung-Verhältnis. Die Physik lehrt, daß die Ablenkung von der Flugbahn von elektrisch geladenen Teilchen (Ionen) nur nach ihrem Verhältnis von Masse zu Ladung möglich ist, weil die Anziehung der Teilchen proportional zur Ladung erfolgt, aber das entgegengesetzt wirkende Beharrungsvermögen proportional ihrer Masse ist. Das Trennsystem besteht aus vier von einander isolierten, parallelen, kreisrunden Metallstäben, von denen je zwei gegenüberliegende Stäbe gleiches Potential haben. Abb. 4.2 zeigt schematisch die Anordnung der Stäbe und ihre Stromversorgung. Das elektrische Feld  $\Phi$  im Inneren des Trennsystems entsteht durch Überlagerung einer Gleichspannung und einer hochfrequenten Wechselspannung:

$$\Phi = (U + V \cdot \cos \omega t) \cdot (x^2 - y^2) / r_0^2$$

$r_0$  = Radius des dem Stabsystem einschreibbaren Zylinders

Auf ein einfache geladenes, achsennah fliegendes Ion im Trennsystem wirken senkrecht zu seiner achsenparallelen Geschwindigkeit die Kräfte

$$F_x = -\frac{2e}{r_0^2} \cdot x \cdot \cos(\omega \cdot t)$$

$$F_y = -\frac{2e}{r_0^2} \cdot y \cdot \cos(\omega \cdot t)$$

$$F_z = 0$$

Die mathematische Behandlung dieser Bewegungsgleichungen führt auf die Mathieu'schen Differentialgleichungen. Es zeigt sich, daß es stabile und instabile Ionenbahnen gibt: Auf stabilen Bahnen bleibt der Abstand von der Trennsystemachse immer kleiner als  $r_0$  (Durchlaßbedingung). Auf instabilen Bahnen wächst der Abstand von der Achse bis das Ion schließlich auf

eine Staboberfläche prallt und entladen wird, also für den Detektor verloren geht (Sperrbedingung).

Auch ohne Lösung der Differentialgleichungen kann eine rein phänomenologische Erklärung gegeben werden, die zum Verstehen der wichtigsten Eigenschaften des Quadrupol-Trennsystems führt:

Zunächst stellen wir uns das Trennsystem aufgeschnitten vor und betrachten die Ablenkung eines einfach ionisierten, positiven Ions mit der Massenzahl  $M$  in zwei aufeinander senkrechten, jeweils durch die Mitte von 2 gegenüberliegenden Stäben und gehenden Ebenen. Wir gehen schrittweise vor und betrachten zuerst die  $xz$ -Ebene (Abb. 4.5, links) und dann die  $yz$ -Ebene (Abb. 4.5, rechts):

1. Nur Gleichspannungspotential  $U$  an den Stäben:

**xz-Ebene (links):** Positives Stabpotential  $+U$ , es wirkt auf das Ion abstoßend und hält es in der Mittelachse, es erreicht den Kollektor ( $\rightarrow$  Durchlaß).

**yz-Ebene (rechts):** Negatives Stabpotential  $-U$ , bei kleinen Abweichungen von der Mittelachse wird das Ion zum näheren Stab gezogen und dort neutralisiert; Es erreicht den Kollektor nicht ( $\rightarrow$  Sperrung).

2. Überlagerung der Gleichspannung  $U$  mit Hochfrequenz  $V \cdot \cos \omega t$ :

**xz-Ebene (links):** Stabpotential  $+U + V \cdot \cos \omega t$ . Mit wachsender Wechselspannungsamplitude  $V$  wird das Ion zu Transversalschwingungen mit größer werdender Amplitude angeregt, bis es auf einen Stab trifft und neutralisiert wird. Für sehr große Werte von  $V$  bleibt das Trennsystem gesperrt.

**yz-Ebene (rechts):** Stabpotential  $-U - V \cdot \cos \omega t$ . Auch hier bewirkt die Überlagerung eine zusätzliche Kraft, so daß ab einem bestimmten Wert von  $V$  die Amplitude der Transversalschwingungen kleiner wird als der Stababstand und das Ion für sehr große  $V$  zum Kollektor passieren kann.

3. Ionenstrom  $i^+ = i^+(V)$ , für eine feste Masse  $M$ :

**xz-Ebene (links):** Für Spannungen  $V < V_1$  ist die zur Eskalation der Schwin-

gungen führende Ablenkung kleiner als für  $V_1$ , also noch Durchlaßverhalten. Für  $V > V_1$  reicht die Ablenkung für eine Eskalation aus, also Sperrung.

**yz-Ebene (rechts):** Für Spannungen  $V < V_1$  ist die zur Dämpfung der Schwingungen führende Ablenkung kleiner als für  $V_1$ , also noch Sperrung. Für  $V > V_1$  reicht die Dämpfung zur Beruhigung der Schwingung aus, also Durchlaß.

4. Ionenstrom  $i^+ = i^+(M)$  für ein festes Verhältnis  $U/V$ :

Hier liegen die Verhältnisse gerade umgekehrt als bei  $i^+ = i^+(V)$ , weil der Einfluß von  $V$  auf leichte Massen größer ist, als auf schwere Massen.

**xz-Ebene:** Für Massen  $M < M_1$  ist die zur Eskalation der Schwingungen führende Ablenkung größer als bei  $M_1$ , also Sperrverhalten. Für  $M > M_1$  reicht die Ablenkung nicht mehr für eine Eskalation, also Durchlaß.

**yz-Ebene:** Für Massen  $M < M_1$  ist die zur Dämpfung der Schwingungen führende Ablenkung größer als bei  $M_1$ , also Durchlaßverhalten. Für  $M > M_1$  reicht die Dämpfung für eine Beruhigung nicht aus, also Sperrung.

5. Zusammenfassung von  $xz$ - und  $yz$ -Ebene. Bei der Überlagerung der Ionenströme  $i^+ = i^+(M)$ , für beide Stabpaare ( $U/V = \text{fest}$ ) gibt es drei wichtige Bereiche:

**Bereich I:** Kein Durchlaß für  $M$  wegen Sperrverhalten des  $xz$ -Stabpaars.

**Bereich II:** Die Durchlässigkeit des Stabsystems für die Masse  $M$  wird durch das Verhältnis  $U/V$  bestimmt (für andere Ionen kein Durchlaß). Wir sehen, daß große Durchlässigkeit (= hohe Empfindlichkeit) mit geringer Trennschärfe (= Auflösung, siehe 4.5) erkauft werden muß. Eine optimale Justierung des Trennsystems verlangt also einen Kompromiß zwischen diesen beiden Eigenschaften. Für konstante Auflösung bleibt das Verhältnis  $U/V$  über den ganzen Meßbereich gleich. Die »Massenzahl«  $M$  (siehe 4.6.1) der Ionen, die das Trennsystem passieren können muß der Bedingung genügen:

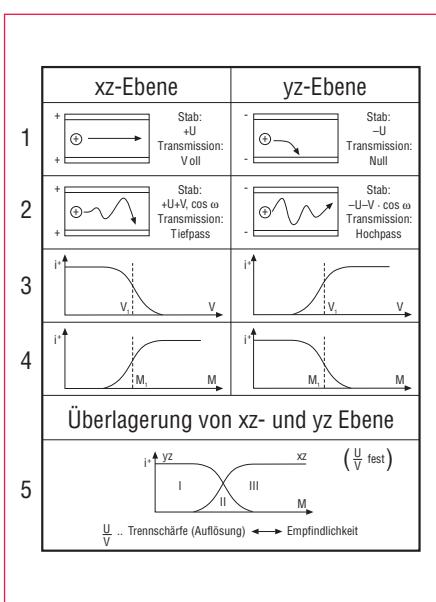


Abb. 4.5  
Phänomenologische Erklärung des Trennsystem

$$\frac{m}{e} \approx M = \frac{V}{14,438 \cdot f^2 \cdot r_0^2}$$

(V ... Hochfrequenzamplitude,  $r_0$  ... „Quadrupolradius“, f ... Hochfrequenz)

Als Folge dieser linearen Abhängigkeit erhält man ein Massenspektrum mit linearer Massenskala durch gleichzeitige und proportionale Änderung von U und V.

**Bereich III:** Kein Durchlaß für M wegen Sperrverhaltens des yz-Stabpaars.

#### 4.3.1.3 Das Nachweissystem (Detektor)

Nach Austritt aus dem Trennsystem treffen die Ionen auf den Ionenfänger oder Detektor, der im einfachsten Fall wie ein Faraday'scher Käfig ausgebildet sein kann (Faraday-Cup). Jedenfalls werden auf den Detektor treffenden Ionen durch Elektronen aus dem Ionenfänger neutralisiert. Als eigentliches Meßsignal wird der entsprechende, elektrisch verstärkte Strom als „Ionenstrom“ angezeigt. Für größere Empfindlichkeit kann statt des Faraday-Cups ein Sekundär-Elektronen-Vervielfacher (SEV) eingesetzt werden.

Als SEV's werden Channeltrons oder Channelplates eingesetzt. SEV's sind fast trägeheitslose Verstärker mit einer Anfangsverstärkung von etwa  $10^{+6}$ , die zwar in der Zeit des ersten Gebrauches etwas abfällt, aber dann lange Zeit nahezu konstant bleibt. Abb. 4.6 zeigt links die prinzipielle Anordnung eines Faraday-Ionenfängers und rechts den Querschnitt durch ein Channeltron. Für die Aufzeichnung von Spektren sollte für die Scanzeit je Massenlinie  $t_0$  und die Zeitkonstante des Verstärkers  $\tau$  etwa die Bedingung  $t_0 = 10 \tau$  gelten. Bei modernen Geräten, wie dem TRANSPECTOR wird die freie Auswahl von Scanzeit und Verstärkerzeitkonstante durch die Mikroprozessorsteuerung auf sinnvolle Paarungen beschränkt.

### 4.4 Gaseinlaß und Druckanpassung

#### 4.4.1 Dosierventil

Die einfachste Anpassung eines klassischen Massenspektrometers an Drücke über

$1 \cdot 10^{-4}$  mbar ist durch ein Dosierventil möglich. Sie hat aber den Nachteil, daß es wegen der nicht eindeutig definierten Strömungsverhältnisse zu einer Verfälschung der ursprünglichen Gaszusammensetzung kommen kann.

#### 4.4.2 Druckwandler

Um auch ein Gasgemisch bei höherem Totaldruck als  $1 \cdot 10^{-4}$  mbar untersuchen zu können, müssen entmischungsfrei arbeitende Druckwandler eingesetzt werden. Die Arbeitsweise eines derartigen Druckwandlers wird an Hand der Abb. 4.7 erklärt:

a. **Prozeßdruck < 1 mbar: einstufiger Druckwandler.** Aus dem Rezipienten wird Gas in molekularer Strömung über eine Blende mit dem Leitwert  $L_2$  in die „Sensorkammer“ (mit eigenem Hochvakuum-System) eingelassen. Die Molekularströmung verursacht eine Entmischung, ist aber vom Druck unabhängig (siehe Abschn. 1.5). Die bei  $L_2$  entstehende Entmischung wird durch eine zweite Blende mit molekularen Strömung zwischen Sensorkammer und Turbo-Molekularpumpe kompensiert.

b. **Prozeßdruck > 1 mbar: zweistufiger Druckwandler.** Mit einer kleinen (Drehzscheiben-) Pumpe wird aus dem Grobvakuumgebiet durch eine Kapillare oder Blende (Leitwert  $L_3$ ) ein laminarer Gasstrom abgezweigt. Vor Eintritt in die Pumpe wird bei einem Druck von etwa 1 mbar ein kleiner Teil davon wieder über die Blende mit dem Leitwert  $L_2$  als molekularer Strom in die Sensorkammer eingelassen.

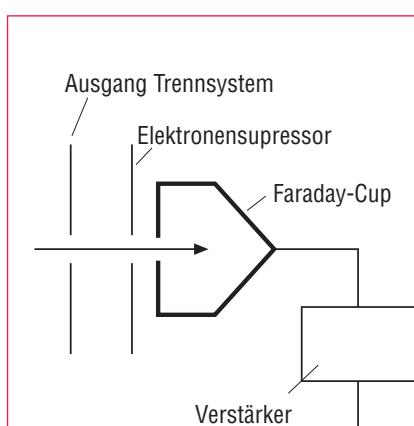


Abb. 4.6  
links Prinzip Faraday-Cup, rechts Aufbau Channeltron

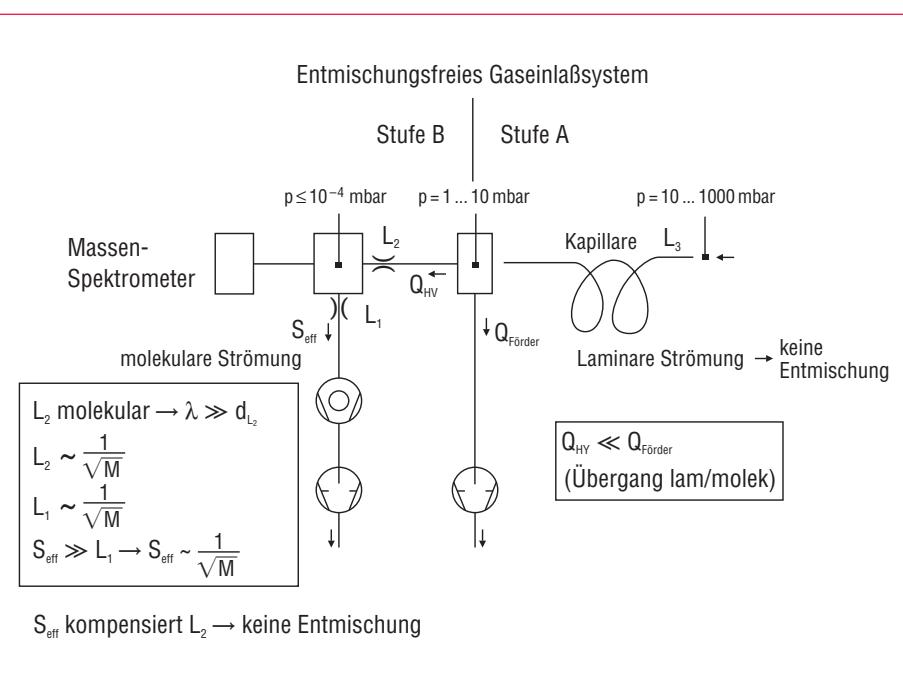


Abb. 4.7  
Prinzip des Druckwandlers (einstufig: nur Stufe B und zweistufig: Stufen A und B)

Durch Beheizen von Druckwandler und Kapillare kann eine Verfälschung der Gaszusammensetzung durch Adsorption und Kondensation vermieden werden.

Zum Beurteilen der Beeinflussung der Gaszusammensetzung durch das Meßgerät selbst sind auch Angaben über die Ausheiztemperatur, Werkstoffe und Oberflächengröße der Metall-, Glas und Keramikbauteile und Werkstoff und Abmessungen der Kathode (nicht zuletzt auch über die Elektronenstoßenergie der Ionenquelle) nötig.

#### 4.4.3 Geschlossene Ionenquelle (englisch: CIS für „closed ion source“)

Um alle Einflüsse, die von der Sensorkammer oder der Kathode stammen könnten, zurückzudrängen oder ganz zu vermeiden (z.B. Störung des CO-CO<sub>2</sub> Gleichgewichtes durch Heizen der Kathode) wird in vielen Fällen eine geschlossene Ionenquelle verwendet.

Die geschlossene Ionenquelle ist zweigeteilt: in einen Kathodenraum, wo die Elektronen emittiert werden und einen Stoßraum, wo die Stoß-Ionisation der Gasteilchen stattfindet. Die beiden Räume werden differentiell gepumpt: der Druck im Ka-

thodenraum beträgt ca. 10<sup>-5</sup> mbar, der im Stoßraum ca. 10<sup>-3</sup> mbar. Das Gas aus dem Rezipienten wird über ein metallgedichtetes, ausheizbares Ventil (Druckwandler, UHV-Technik) in den Stoßraum eingelassen, wo die Ionisation bei ca. 10<sup>-3</sup> mbar mit hoher Ionen-Ausbeute erfolgt. Die stoßenden Elektronen entstehen im Kathodenraum bei ca. 10<sup>-5</sup> mbar und kommen durch kleine Öffnungen von dort in den Stoßraum. Insgesamt wird der Abstand Signal – Rauschen (Restgas) gegenüber der offenen Ionenquelle etwa um den Faktor 10<sup>3</sup> oder mehr vergrößert. Abb. 4.8 zeigt den prinzipiellen Unterschied der Anordnungen von offener und geschlossener Ionenquelle für eine typische Anwendung der Sputter-Technik. Durch den geänderten Aufbau der CIS gegenüber der offenen Ionenquelle sowohl bezüglich der Geometrie, als auch bezüglich der Elektronenenergie (offene Ionenquelle 102 eV, CIS 75 bzw. 35 eV) kann es bei Wahl einer kleineren Elektronenenergie zu anderen Bruchstückverteilungen kommen, z.B.: Das Isotop Argon<sub>36</sub><sup>++</sup> auf Masse 18 ist bei einer Elektronenenergie < 43,5 eV nicht nachweisbar und kann daher bei den technisch so wichtigen Sputterprozessen mit Argon als Arbeitsgas die Anzeige von H<sub>2</sub>O<sup>+</sup> auf Masse 18 nicht verfälschen.

#### 4.4.4 AGM (Aggresiv Gas Monitor)

In vielen Fällen ist das zu untersuchende Prozeßgas so aggressiv, daß die Kathode nur kurze Zeit überleben würde. Der AGM nutzt die Eigenschaft der laminaren Strömung, daß es keine wie immer geartete „Rückströmung“ gibt. Von der Arbeitsgaszufuhr des Prozesses wird, über ein separates AGM-Ventil gesteuert, ein Teil als »Spülgas« vor den Druckwandler zum TRANSPECTOR eingespeist und verursacht eine Strömung in Richtung Rezipient. Dadurch kann nur bei geschlossenem AGM-Ventil Prozeßgas zum TRANSPECTOR gelangen; bei geöffneten Ventil sieht der TRANSPECTOR reines Arbeitsgas. Abb. 4.9 zeigt das AGM-Prinzip.

#### 4.5 Massenspektrometrische Kenngrößen (Spezifikationen)

Ein Partialdruck-Meßgerät wird im wesentlichen durch folgende Eigenschaften charakterisiert (DIN 28 410):

##### 4.5.1 Linienbreite (Auflösung)

Die Linienbreite ist ein Maß für die Unterscheidbarkeit zweier benachbarter Linien gleicher Höhe. Meist ist die Auflösung angegeben. Sie ist definiert als:  $R = M / \Delta M$  und ist für Quadrupolspektrometer über den ganzen Massenbereich konstant, etwas größer als 1 bzw.  $\Delta M < 1$ .

Häufig wird auch ein Ausdruck wie »Einheitsauflösung mit 15% Tal« gebraucht. Damit ist gemeint, daß die Talsole zwischen zwei gleich großen, benachbarten Peaks 15% der Peakhöhe beträgt oder anders ausgedrückt die Linienbreite  $\Delta M$  eines Einzelpeaks beträgt in 7,5% seiner Höhe gleich 1 amu (atomic mass unit); siehe dazu die schematische Darstellung in Abb. 4.10.

##### 4.5.2 Massenbereich

Der Massenbereich ist durch die Massenzahlen der leichtesten und der schwersten einfach geladenen Ionen gekennzeichnet, die mit dem Gerät nachgewiesen werden können.

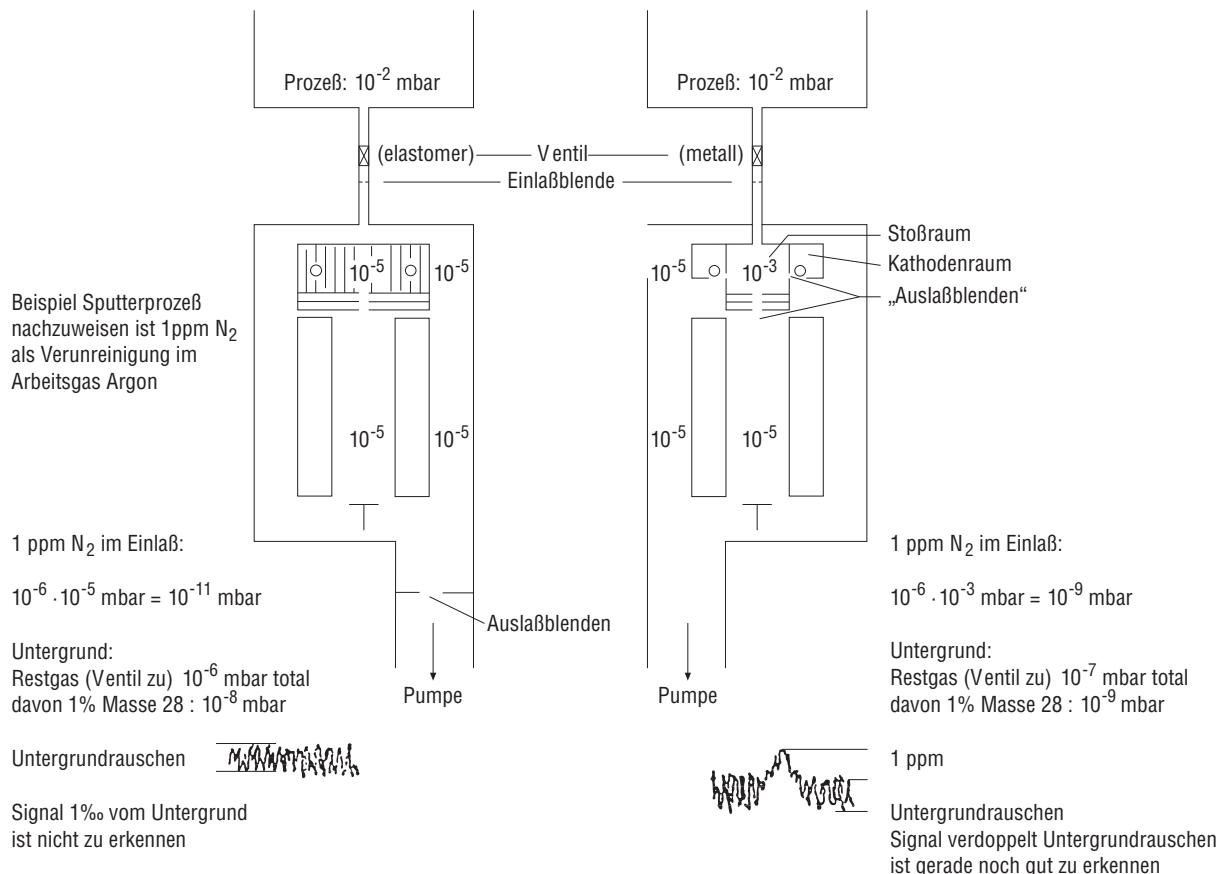


Abb. 4.8  
Offene Ionenquelle (links) und geschlossene Ionenquelle (rechts)

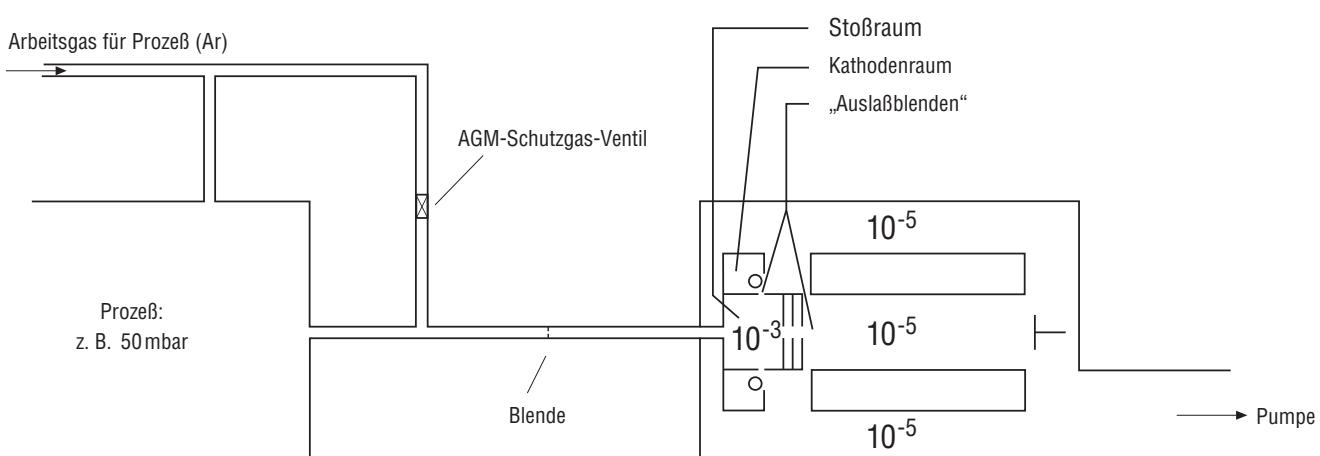


Abb. 4.9  
Prinzip des Aggressiv Gas Monitors (AGM)

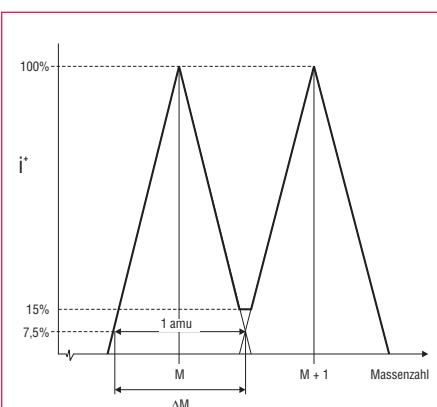


Abb. 4.10  
Linienbreite – 15% Tal

### 4.5.3 Empfindlichkeit

Die Empfindlichkeit  $E$  ist der Quotient aus gemessenem Ionenstrom und zugehörigem Partialdruck und wird meist für Argon oder Stickstoff angegeben:

$$E = \frac{i^+}{p_G} \left( \frac{A}{\text{mbar}} \right) \quad (4.1)$$

Typische Werte sind:

$$\text{Faraday cup: } E = 1 \cdot 10^{-4} \frac{A}{\text{mbar}}$$

$$\text{SEV: } E = 1 \cdot 10^{+2} \frac{A}{\text{mbar}}$$

### 4.5.4 Kleinster nachweisbarer Partialdruck

Das kleinste nachweisbare Partialdruck ist als Verhältnis von Rauschamplitude zu Empfindlichkeit definiert:

$$P_{\min} = \frac{\Delta \cdot i_R^+}{E} \text{ (mbar)}$$

$\Delta \cdot i_R^+$  = Rauschamplitude

Beispiel (aus Abb. 4.11):

$$\text{Empfindlichkeit } E = 1 \cdot 10^{-4} \frac{A}{\text{mbar}}$$

Rauschamplitude  $\Delta \cdot i_R^+ = 4 \cdot 10^{-14} A$

$$P_{\min}(\text{FC}) = \frac{4 \cdot 10^{-14} A}{1 \cdot 10^{-4} A/\text{mbar}} = 4 \cdot 10^{-10} \text{ mbar}$$

### 4.5.5 Kleinstes nachweisbares Partialdruckverhältnis (Konzentration)

Die Definition lautet:

$$k \cdot n \cdot P \cdot V = P_{\min}/P_{\text{tot}} \text{ (ppm)}$$

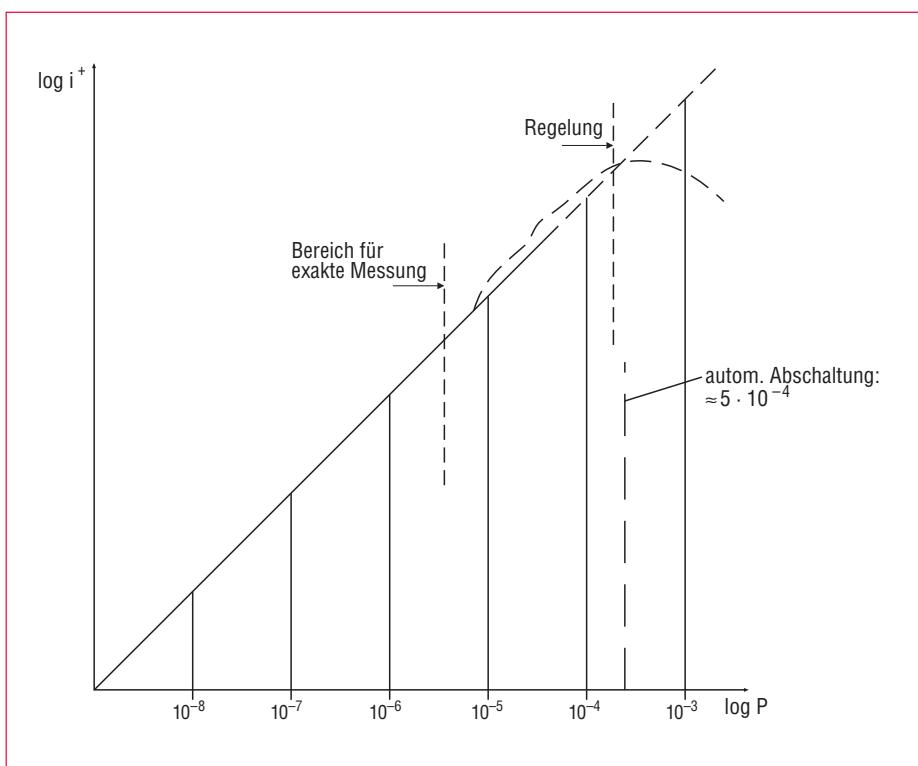


Abb. 4.12  
Qualitativer Linearitätsverlauf

Diese für den praktischen Gebrauch etwas »unhandliche« Definition soll an Hand des Nachweises von  $\text{Ar}_{36}$  in Luft als Beispiel erläutert werden: In Luft ist 0,93 Vol.% Ar enthalten; die relativen Isotopenhäufigkeiten von  $\text{Ar}_{40}$  zu  $\text{Ar}_{36}$  verhalten sich wie 99,6% zu 0,337%. Daraus errechnet man den Anteil von  $\text{Ar}_{36}$  in Luft:

$$0,93 \cdot 10^{-2} \cdot 0,337 \cdot 10^{-2} = 3,13 \cdot 10^{-5} = 31,3 \text{ ppm}$$

Abb. 4.11 zeigt den Bildschirmausdruck der Messung. In der Abbildung wird die Peakhöhe von  $\text{Ar}_{36}$  mit  $1,5 \cdot 10^{-13} A$  und die Rauschamplitude  $\Delta \cdot i_R^+$  mit  $4 \cdot 10^{-14} A$  bestimmt. Für die minimal nachweisbare Konzentration gilt Peakhöhe = Rauschamplitude.

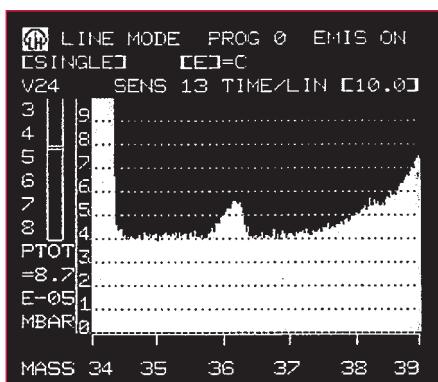


Abb. 4.11  
Nachweis von  $\text{Ar}_{36}$

de. Daraus ergibt sich die kleinste meßbare Peakhöhe mit:  $1,5 \cdot 10^{-13} A / 2,4 \cdot 10^{-14} A = 1,875$ . Die kleinste nachweisbare Konzentration errechnet man daraus zu:

$$31,3 \cdot 10^{-6} / 1,875 = 16,69 \cdot 10^{-6} = 16,69 \text{ ppm.}$$

### 4.5.6 Linearitätsbereich

Der Linearitätsbereich ist der Druckbereich des Bezugsgases ( $\text{N}_2$ , Ar), in dem die Empfindlichkeit innerhalb anzugebender Grenzen (bei Partialdruck-Meßgeräten  $\pm 10\%$ ) konstant bleibt.

Im Bereich unterhalb von  $1 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$  ist der Zusammenhang zwischen Ionenstrom und Partialdruck streng linear. Zwischen  $1 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$  und  $1 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$  gibt es geringe Abweichungen vom linearen Zusammenhang. Diese wachsen oberhalb von  $1 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$  stärker an, bis es schließlich im Bereich oberhalb von  $10^{-2} \text{ mbar}$  den Ionen in der dichten Gasatmosphäre nicht mehr möglich ist, den Ionenfänger zu erreichen. Die Notabschaltung der Kathode (bei zu hohem Druck) ist fast immer auf etwa  $5 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$  eingestellt. Es ergeben sich je nach Fragestellung unterschiedliche Obergrenzen für den Einsatz:

Für analytische Anwendungen sollte  $1 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$  möglichst nicht überschritten werden.

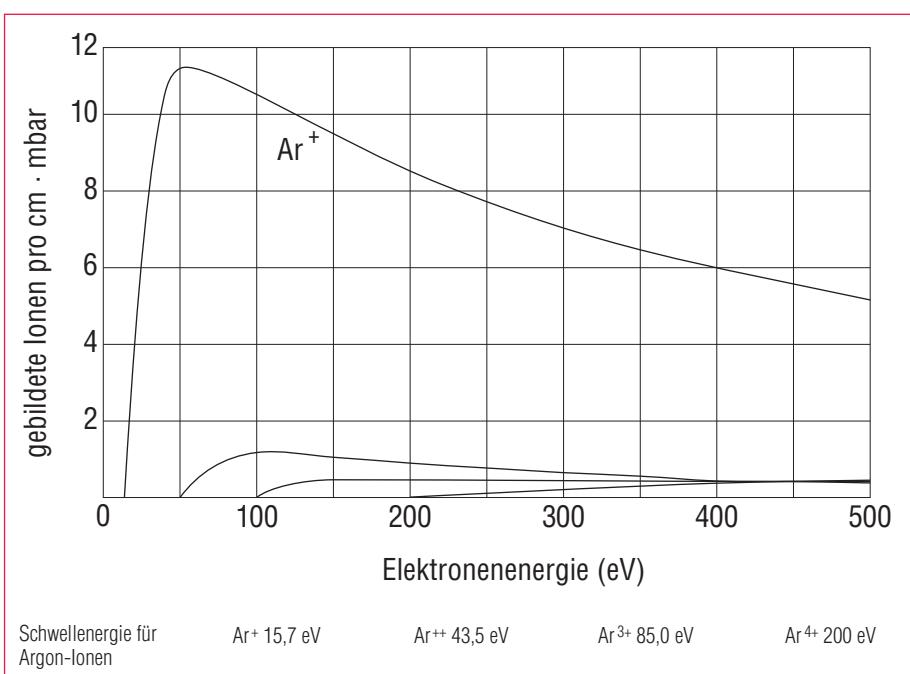


Abb. 4.13  
Zahl der verschiedenen Ar-Ionen in Abhängigkeit von der Elektronenenergie

Für anschauliche Darstellungen der Gaszusammensetzung und Partialdruckregelungen ist auch der Bereich von  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar und  $1 \cdot 10^{-4}$  mbar noch geeignet (siehe Abb. 4.12).

#### 4.5.7 Angaben über Oberflächen und Ausheizbarkeit

Zum Beurteilen eines Sensors gehören auch Angaben über Ausheiztemperatur (während der Messung oder bei abgeschalteter Kathode bzw. SEV), Werkstoffe und Oberflächengröße der Metall-, Glas und Keramikbauteile und Werkstoff und Abmessungen der Kathode und auch über die Elektronenstoßenergie der Ionenquelle (einstellbar ja/nein). Diese Werte sind für einen störungsfreien Betrieb und für eine etwaige Beeinflussung der Gaszusammensetzung durch den Sensor selbst wichtig.

Zusammenhang zwischen Ionenstrom  $I^+$  und der dem  $m/e$ -Verhältnis proportionalen „Massenzahl“

$$M = \frac{M_r}{n_e} \quad (4.2)$$

( $M_r$  = relative, molare Masse,  $n_e$  = Anzahl der Elementarladungen e)

entsteht das sogenannte Massenspektrum als  $i^+ = i^+(M)$ . Das Spektrum zeigt also die Peaks  $i^+$  als Ordinate über der Massenzahl  $M$  als Abszisse. Eine der Schwierigkeiten bei der Interpretation eines derartigen Massenspektrums besteht darin, daß ein und dieselbe Masse gemäß Gleichung (4.2) zu verschiedenen Ionenarten gehören kann. Typische Beispiele unter vielen anderen sind: Für die Ionen  $\text{CH}_4^+$  und  $\text{O}_2^{++}$  ist die Massenzahl  $M = 16$ ; für  $\text{CO}^+$ ,  $\text{N}_2^+$  und  $\text{C}_2\text{H}_4^+$  ist  $M = 28$ ! Folgende Punkte müssen daher bei der Auswertung von Spektren besonders berücksichtigt werden:

- 1) Bei **Isotopen** haben wir es bei gleicher Kernladungszahl (Gasart) mit unterschiedlicher Positronenzahl im Kern (Masse) des Ions zu tun. Einge Werte relativer Isotopenhäufigkeit sind in Tabelle 4.2 zusammengestellt.
- 2) Je nach Energie des stoßenden Elektrons (= Potentialdifferenz Kathode – Anode) können Ionen einfach oder auch mehrfach ionisiert sein. Beispielsweise findet man  $\text{Ar}^+$  bei Masse 40,  $\text{Ar}^{++}$  bei Masse

Element	Ordnungs- zahl	Massen- zahl	Relative Häufigkeit
H	1	1 2	99,985 0,015
He	2	3 4	0,00013 $\approx 100,0$
B	5	10 11	19,78 80,22
C	6	12 13	98,892 1,108
N	7	14 15	99,63 0,37
O	8	16 17 18	99,759 0,0374 0,2039
F	9	19	100,0
Ne	10	20 21 22	90,92 0,257 8,82
Na	11	23	100,0
Al	13	27	100,0
Si	14	28 29 30	92,27 4,68 3,05
P	15	31	100,0
S	16	32 33 34 36	95,06 0,74 4,18 0,016
Cl	17	35 37	75,4 24,6
Ar	18	36 38 40	0,337 0,063 99,60
Kr	36	78 80 82 83 84 86	0,354 2,27 11,56 11,55 56,90 17,37
Xe	54	124 126 128 129 130 131 132 134 136	0,096 0,090 1,919 26,44 4,08 21,18 26,89 10,44 8,87

Tabelle 4.2  
Relative Isotopen-Häufigkeit

## 4.6 Auswertung von Spektren

### 4.6.1 Ionisierung und grundsätzliche Probleme der Gasanalyse

Der durch stetige Änderung der an den Elektroden des Trennsystems angelegten Spannungen („scanning“) sich ergebende

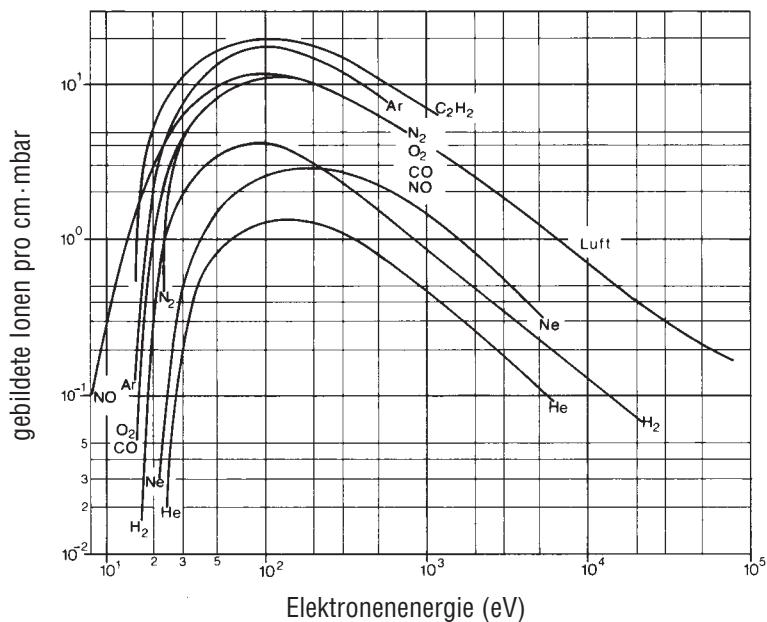


Abb. 4.14  
Spezifische Ionisierung  $S$  durch Elektronen der Energie  $E$  für verschiedene Gase

20 und  $\text{Ar}^{++}$  bei Masse 13,3. Bei Masse 20 findet man aber auch Neon  $\text{Ne}^+$ . Für alle Ionisierungsstufen jeder Gasart gibt es Schwellenergien der stoßenden Elektronen, d.h. jede Ionenart kann erst oberhalb der zugehörigen Energieschwelle gebildet werden. Abb. 4.13 zeigt dies für Ar.

3) Die **spezifische Ionisierung** der verschiedenen Gase  $S_{\text{Gas}}$ , das ist die Anzahl der je cm und mbar durch Zusammenstöße mit Elektronen gebildeten Ionen, die von Gasart zu Gasart schwankt. Für die meisten Gase ist die Ionenausbeute bei einer Elektronenenergie zwischen etwa 80 und 110 eV am größten, siehe Abb. 4.14.

In der Praxis wird die unterschiedliche Ionisierung der einzelnen Gase durch eine Normierung auf Stickstoff berücksichtigt und es werden **relative Ionisierungswahrscheinlichkeiten (RIW)** gegenüber Stickstoff angegeben (Tabelle 4.3).

4) Zu guter Letzt werden die Gasmoleküle bei der Ionisation oft in Bruchstücke zerschlagen. Die entstehenden **Bruchstückverteilungen** sind sogenannte charakteristische Spektren (**finger print, cracking pattern**). Achtung: In Tabellen sind die einzelnen Bruchstücke entweder normiert auf den höchsten Peak (in % bzw. % des höchsten Peaks) oder auf die Summe aller Peaks angegeben (siehe Beispiele in Tabelle 4.4).

Sowohl die Art der entstehenden Bruchstücke als auch die Möglichkeit der Mehrfachionisation sind von der Geometrie (unterschiedliche Ionenzahl, je nach Länge des Ionisationsweges) und von der Energie der stoßenden Ionen (Schwellenergie für bestimmte Ionenarten) abhängig. Tabellenwerte beziehen sich immer auf eine bestimmte Ionenquelle mit bestimmter Elektronenenergie. Deshalb können Ergebnisse von Geräten unterschiedlicher Hersteller nur schwer miteinander verglichen werden.

Oft wird durch eine kritische Diskussion des Spektrums der wahrscheinliche Partialdruck-Anteil einer der betreffenden Massen abgeschätzt. So wird das Vorhandensein von Luft im Rezipienten (was auf ein Leck hindeuten kann) dadurch angezeigt, daß  $\text{O}_2^+$  mit Masse 32 mit etwa 1/4 des Anteils von  $\text{N}_2^+$  mit Masse 28 nachgewiesen wird. Ist dagegen kein Sauerstoff im Spektrum nachzuweisen, so deutet der Peak bei Masse 28

Gasart	Symbol	RIW	Gasart	Symbol	RIW
Aceton	$(\text{CH}_3)_2\text{CO}$	3,6	Chlorwasserstoff	HCl	1,6
Luft		1,0	Fluorwasserstoff	HF	1,4
Ammoniak	$\text{NH}_3$	1,3	Iodwasserstoff	HJ	3,1
Argon	Ar	1,2	Schwefelwasserstoff	$\text{H}_2\text{S}$	2,2
Benzol	$\text{C}_6\text{H}_6$	5,9	Jod	$\text{J}_2$	
Benzoesäure	$\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$	5,5	Krypton	Kr	1,7
Brom	Br	3,8	Lithium	Li	1,9
Butan	$\text{C}_4\text{H}_{10}$	4,9	Methan	$\text{CH}_4$	1,6
Kohlendioxid	$\text{CO}_2$	1,4	Methanol	$\text{CH}_3\text{OH}$	1,8
Schwefelkohlenstoff	$\text{CS}_2$	4,8	Neon	Ne	0,23
Kohlenmonoxid	CO	1,05	Stickstoff	$\text{N}_2$	1,0
Tetrachlorkohlenstoff	$\text{CCl}_4$	6,0	Stickoxid	NO	1,2
Chlorbenzol	$\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$	7,0	Stickstoffdioxid	$\text{N}_2\text{O}$	1,7
Chlorethan	$\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}$	4,0	Sauerstoff	$\text{O}_2$	1,0
Chloroform	$\text{CHCl}_3$	4,8	n-Pentan	$\text{C}_5\text{H}_{12}$	6,0
Chlormethan	$\text{CH}_3\text{Cl}$	3,1	Phenol	$\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$	6,2
Cyclohexen	$\text{C}_6\text{H}_{12}$	6,4	Phosphin	$\text{PH}_3$	2,6
Deuterium	$\text{D}_2$	0,35	Propan	$\text{C}_3\text{H}_8$	3,7
Dichlordiflourmethan	$\text{CCl}_2\text{F}_2$	2,7	Silberperchlorat	$\text{AgClO}_4$	3,6
Dichlormethan	$\text{CH}_2\text{Cl}_2$	7,8	Zinnjodid	$\text{SnJ}_4$	6,7
Dinitrobenzol	$\text{C}_6\text{H}_4(\text{NO}_2)_2$	7,8	Schwefeldioxid	$\text{SO}_2$	2,1
Ethan	$\text{C}_2\text{H}_6$	2,6	Schwefelhexaflourid	$\text{SF}_6$	2,3
Ethanol	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	3,6	Toluol	$\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$	6,8
Ethylenoxid	$(\text{CH}_2)_2\text{O}$	2,5	Trinitrobenzol	$\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_3$	9,0
Helium	He	0,14	Wasserdampf	$\text{H}_2\text{O}$	11,0
Hexen	$\text{C}_6\text{H}_{14}$	6,6	Xenon	Xe	3,0
Wasserstoff	$\text{H}_2$	0,44	Xylole	$\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$	7,8

Tabelle 4.3  
Relative Ionisierungswahrscheinlichkeiten RIW gegenüber Stickstoff, Elektronenenergie 102 eV

Elektronenenergie :			75 eV (PGA 100)		102 eV (Transpector)	
Gas	Symbol	Masse	$\Sigma = 100\%$	größter Peak = 100 %	$\Sigma = 100\%$	größter Peak = 100 %
Argon	Ar	40	74,9	100	90,9	100
		20	24,7	33,1	9,1	10
		36				0,3
Kohlendioxid	CO <sub>2</sub>	45	0,95	1,3	0,8	1
		44	72,7	100	84	100
		28	8,3	11,5	9,2	11
		16	11,7	16,1	7,6	9
		12	6,15	8,4	5	6
Kohlenmonoxid	CO	29	1,89	2,0	0,9	1
		28	91,3	100	92,6	100
		16	1,1	1,2	1,9	2
		14	1,7	1,9		0,8
		12	3,5	3,8	4,6	5
Neon	Ne	22	9,2	10,2	0,9	11
		20	89,6	100	90,1	100
		10	0,84	0,93	9	4
Sauerstoff	O <sub>2</sub>	34	0,45	0,53		
		32	84,2	100	90,1	100
		16	15,0	17,8	9,9	11
Stickstoff	N <sub>2</sub>	29	0,7	0,8	0,9	1
		28	86,3	100	92,6	100
		14	12,8	15	6,5	12
Wasserdampf	H <sub>2</sub> O	19	1,4	2,3		
		18	60	100	74,1	100
		17	16,1	27	18,5	25
		16	1,9	3,2	1,5	2
		2	5,0	8,4	1,5	2
		1	15,5	20	4,4	6

Tabelle 4.4  
Bruchstückverteilung für einige Gase bei 75 eV und 102 eV

auf Kohlenmonoxid hin. Soweit der Peak bei Masse 28 das Bruchstück CO<sup>+</sup> von CO<sub>2</sub> (Masse 44) darstellt, ist dieser Anteil 11% des bei Masse 44 gemessenen Wertes (Tabelle 4.5). Andererseits findet sich im Fall der Anwesenheit von Stickstoff neben der Masse 28 (N<sub>2</sub><sup>+</sup>) auch stets die Masse 14 (N<sub>2</sub><sup>++</sup>) im

Spektrum; bei Kohlenmonoxid erscheinen dagegen neben CO<sup>+</sup> stets noch die Bruchstück-Massen 12 (C<sup>+</sup>) und 16 (O<sub>2</sub><sup>++</sup>).

Abb. 4.15 zeigt am einfachen Beispiel eines »Modellspektrums«, mit Überlagerungen von Wasserstoff, Stickstoff, Sauerstoff, Wasserdampf, Kohlenmonoxid, Kohlendioxid,

Neon und Argon die Problematik bei der Spektren-Auswertung.

#### 4.6.2 Partialdruckmessung

Die Zahl der in der Ionenquelle aus einem Gas gebildeten Ionen i<sup>+</sup><sub>Gas</sub> (produziert) ist proportional dem Emissionsstrom i<sup>-</sup>, der spezifischen Ionisation S<sub>Gas</sub>, einem Geometriefaktor f, der den Ionisationsweg in der Ionenquelle repräsentiert, der relativen Ionisierungswahrscheinlichkeit RIW<sub>Gas</sub> und dem Partialdruck p<sub>Gas</sub>. Diese Zahl der produzierten Ionen wird per Definition der Empfindlichkeit E<sub>Gas</sub> mal dem Partialdruck p<sub>Gas</sub> gleich gesetzt:

$$\begin{aligned} i_{\text{Gas}}^{\text{(produziert)}} &= i^- \cdot S_{\text{Gas}} \cdot f \cdot \text{RIW}_{\text{Gas}} \cdot p_{\text{Gas}} \\ &= E_{\text{Gas}} \cdot p_{\text{Gas}} \end{aligned}$$

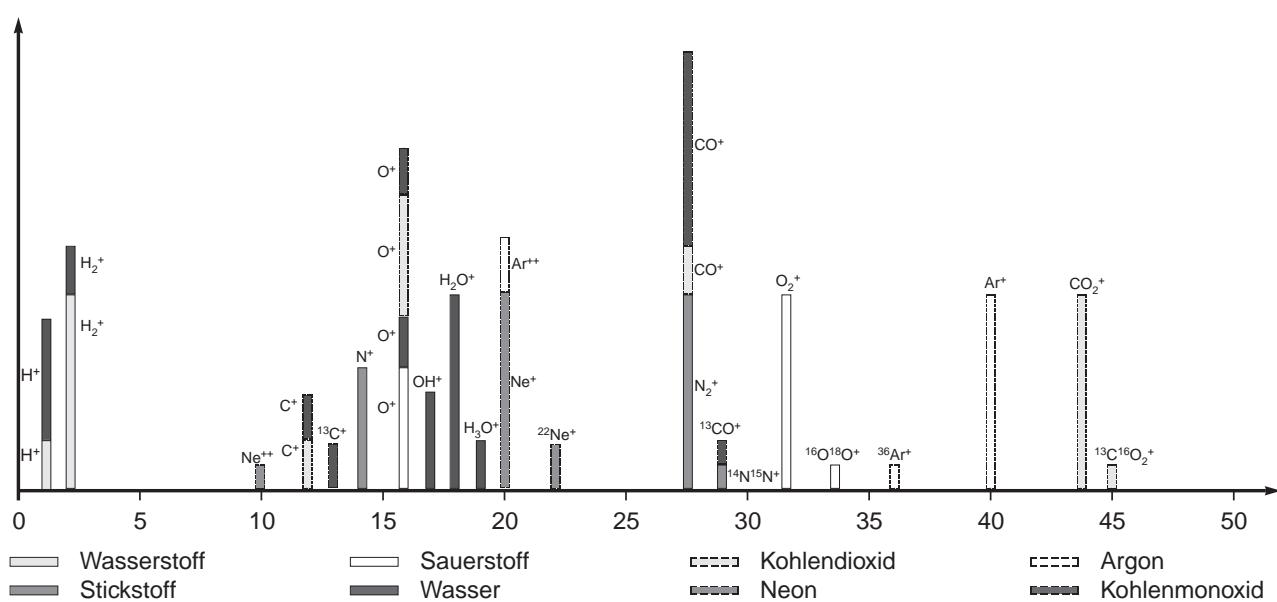
Wegen RIW<sub>N<sub>2</sub></sub> = 1

ist E<sub>N<sub>2</sub></sub> = i<sup>-</sup> · S<sub>N<sub>2</sub></sub> · f

und E<sub>Gas</sub> = E<sub>N<sub>2</sub></sub> · RIW<sub>Gas</sub>

Fast alle Gase bilden bei der Ionisation Bruchstücke. Für eine quantitative Auswertung muß man entweder die Ionenströme auf den entsprechenden Peaks addieren oder man mißt bei bekanntem Bruchstückfaktor einen Peak und berechnet daraus den Gesamtionenstrom:

$$\begin{aligned} i_{\text{Gas}}^{\text{(produziert)}} &= i_{\text{Gas},m_1}^+ + i_{\text{Gas},m_2}^+ + \dots = \frac{i_{\text{Gas},m_1}^+}{BF_{\text{Gas},m_1}} \\ &= \frac{i_{\text{Gas},m_2}^+}{BF_{\text{Gas},m_2}} = \dots = E_{\text{Gas}} \cdot p_{\text{Gas}} \end{aligned}$$



Auswertungsprobleme: Beispielsweise kann der Peak bei Masse 28 aus Sauerstoff-Fragmenten von O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub> und CO stammen; der Peak bei Masse 28 von Beiträgen aus N<sub>2</sub> sowie CO und CO als Fragment von CO<sub>2</sub>; der Peak bei Masse 20 kann von einfach ionisiertem Ne und zweifach ionisiertem Ar stammen.

Abb. 4.15  
Modellspektrum

Nr	Gas	Symbol	1 = 100	2	3	4	5	6
1	Azeton	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO	43/100	15/42	58/20	14/10	27/19	42/8
2	Luft		28/100	32/27	14/6	16/3	40/1	-
3	Ammoniak	NH <sub>3</sub>	17/100	16/80	15/8	14/2	-	-
4	Argon	Ar	40/100	20/10	-	-	-	-
5	Benzol	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	78/100	77/22	51/18	50/17	52/15	39/10
6	Kohlendioxid	CO <sub>2</sub>	44/100	28/11	16/9	12/6	45/1	22/1
7	Kohlenmonoxid	CO	28/100	12/5	16/2	29/1	-	-
8	Tetrachlorkohlenstoff	CCl <sub>4</sub>	69/100	50/12	31/5	19/4	-	-
9	DP Öl DC 705		78/100	76/83	39/73	43/59	91/32	-
10	DP Öl Fomblin		69/100	20/28	16/16	31/9	97/8	47/8
11	DP Öl PPE		50/100	77/89	63/29	62/27	64/21	38/7
12	Ethylalkohol	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH	31/100	45/34	27/24	29/23	46/17	26/8
13	Freon F 11	CCl <sub>3</sub> F	101/100	103/60	35/16	66/15	47/12	31/10
14	Freon F 12	CCl <sub>2</sub> F <sub>2</sub>	85/100	87/32	50/16	35/12	-	-
15	Freon F 13	CClF <sub>3</sub>	69/100	85/15	50/14	31/9	35/7	87/5
16	Freon F 14	CF <sub>4</sub>	69/100	12/7	19/6	31/5	50/8	-
17	Freon F 23	CHF <sub>3</sub>	51/100	31/58	69/40	50/19	52/1	21/1
18	Freon F 113	C <sub>2</sub> C <sub>13</sub> F <sub>3</sub>	101/100	103/62	85/55	31/50	151/41	153/25
19	Helium	He	4/100	-	-	-	-	-
20	Heptan	C <sub>7</sub> H <sub>16</sub>	43/100	41/62	29/49	27/40	57/34	71/28
21	Hexan	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	41/100	43/92	57/85	29/84	27/65	56/50
22	Wasserstoff	H <sub>2</sub>	2/100	1/5	-	-	-	-
23	Schwefelwasserstoff	H <sub>2</sub> S	34/100	32/44	33/42	36/4	35/2	-
24	Isopropylalkohol	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O	45/100	43/16	27/16	29/10	41/7	39/6
25	Krypton	Kr	84/100	86/31	83/20	82/20	80/4	-
26	Methan	CH <sub>4</sub>	16/100	15/85	14/16	13/8	1 / 4	12/2
27	Methylalkohol	CH <sub>3</sub> OH	31/100	29/74	32/67	15/50	28/16	2/16
28	Methylethylketon	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O	43/100	29/25	72/16	27/16	57/6	42/5
29	MP – Öl		43/100	41/91	57/73	55/64	71/20	39/19
30	Neon	Ne	20/100	22/10	10/1	-	-	-
31	Stickstoff	N <sub>2</sub>	28/100	14/7	29/1	-	-	-
32	Sauerstoff	O <sub>2</sub>	32/100	16/11	-	-	-	-
33	Perfuorkerosene		69/100	119/17	51/12	131/11	100/5	31/4
34	Perfluorbutylamine	C <sub>12</sub> F <sub>27</sub> N	69/100	131/18	31/6	51/5	50/3	114/2
35	Silan	C <sub>2</sub> HCl <sub>3</sub>	30/100	31/80	29/31	28/28	32/8	33/2
36	Siliziumtetrafluorid	SF <sub>4</sub>	85/100	87/12	28/12	33/10	86/5	47/5
37	Toluol	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>3</sub>	91/100	92/62	39/12	65/6	45,5/4	51/4
38	Trichlorethan	C <sub>2</sub> HCl <sub>3</sub>	97/100	61/87	99/61	26/43	27/31	63/27
39	Trichlorethylen	C <sub>2</sub> HCl <sub>3</sub>	95/100	130/90	132/85	97/64	60/57	35/31
40	Trifluormethan	CHF <sub>3</sub>	69/100	51/91	31/49	50/42	12/4	-
41	Turbo-Molekularpumpenöl		43/100	57/88	41/76	55/73	71/52	69/49
42	Wasserdampf	H <sub>2</sub> O	18/100	17/25	1/6	16/2	2/2	-
43	Xenon	Xe	132/100	129/98	131/79	134/39	136/33	130/15

Tabelle 4.5  
Spektrenbibliothek der 6 größten Peaks für den Transpector

Um die Zahl der am Ionenfänger ankommenen Ionen zu erhalten, muß obige Zahl mit dem massenabhängigen Transmissionsfaktor  $TF(m)$  multipliziert werden, um die Durchlässigkeit des Trennsystems für die Massenzahl  $m$  zu berücksichtigen (analog dazu gibt es den Nachweisfaktor des SEV, der aber oft schon im  $TF$  enthalten ist). Der Transmissionsfaktor (auch: ionenoptische Transmission) ist also der Quotient aus gemessenen und produzierten Ionen. Damit wird aus

$$p_{\text{Gas}} = \frac{i_{\text{Gas}, m_2}^+ (\text{produziert})}{BF_{\text{Gas}, m_2} \cdot E_{\text{Gas}}}$$

$$\Rightarrow p_{\text{Gas}} = \frac{i_{\text{Gas}, m_2}^+ (\text{gemessen})}{BF_{\text{Gas}, m_2} \cdot E_{\text{Gas}} \cdot TF(m)}$$

und mit

$$E_{\text{Gas}} = E_{N_2} \cdot RIW_{\text{Gas}}$$

ergibt sich endgültig:

$$p_{\text{Gas}} = i_{\text{Gas}, m_2}^+ (\text{gemessen}) \cdot$$

$$\frac{1}{E_{N_2} \cdot BF_{\text{Gas}, m_2} \cdot RIW_{\text{Gas}} \cdot TF(m)} \quad (4.3)$$

Der Partialdruck wird aus dem, für ein bestimmtes Bruchstück gemessenen, Ionenstrom durch Multiplikation mit zwei Faktoren errechnet. Der erste Faktor hängt nur von der Stickstoff-Empfindlichkeit des Sensors ab und ist somit eine Gerätekenngröße. Der zweite hängt nur von spezifischen Ioneneigenschaften ab.

Diese Faktoren müssen bei Geräten mit direkter Partialdruckanzeige (zumindest für seltene Ionenarten) extra eingegeben werden.

### 4.6.3 Qualitative Gasanalyse

Die Analyse von Spektren nimmt einige Arbeitshypothesen an:

1. Jede Molekülart ergibt ein bestimmtes, konstantes Massenspektrum oder Bruchstückspektrum, das für diese Molekülart charakteristisch ist (finger print, cracking pattern).
2. Das Spektrum jeder Mischung von Gasen ist das gleiche, wie es durch lineare Überlagerung der Spektren der einzelnen Gase entsteht. Die Höhe der Peaks hängt vom Gasdruck ab.
3. Der Ionenstrom eines Peaks ist dem Partialdruck jener Komponente proportional, die für den Peak verantwortlich ist. Da der Ionenstrom dem Partialdruck proportional ist, ist die Proportionalitätskonstante (Empfindlichkeit) von Gas zu Gas verschieden.

Obwohl diese Annahmen nicht immer richtig sind (siehe Robertson: Mass Spectrometry) stellen sie eine brauchbare Arbeitshypothese dar.

Bei der qualitativen Analyse wird das unbekannte Spektrum mit bekannten Spektren einer Bibliothek verglichen. Jedes Gas ist durch sein Spektrum »einheitig festgelegt«. Bei dem Bibliotheksvergleich handelt es sich um ein Mustererkennungsverfahren. Je nach Hilfsmitteln kann der Vergleich mit unterschiedlichen Hilfsmitteln erfolgen. So zum Beispiel nach Lage, Größe und Reihenfolge der 5 der 10 größten Peaks. Naturgemäß ist der Vergleich erst nach einer Normierung des Spektrums möglich, etwa indem die Höhe der größten Linie gleich 100 oder 1000 gesetzt wird (siehe als Beispiel Tabelle 4.5).

Der Vergleich kann von Hand mit Tabellenwerten erfolgen (beispielsweise A. Cornu & R. Massot: »Compilation of Mass Spectral Data«) oder rechnergestützt gemacht werden, wobei große Datenbanken genutzt werden können (z.B. Mass Spectral Data Base, Royal Society of Chemistry, Cambridge).

Bei Vergleichen mit Bibliotheken muß beachtet werden, ob identische Ionenquellen oder zumindest Elektronenstoßenergien zur Anwendung kamen.

Diese Möglichkeiten sind aber für die Probleme in der Vakuumtechnik im allgemeinen zu aufwendig. Bei vielen Geräten gibt es aber die Möglichkeit, eine Anzahl von Bibliotheksspektren auf dem Bildschirm darzustellen, so daß man unmittelbar sehen kann,

ob die »Bibliotheks-Substanz« im gemessenen Spektrum enthalten sein kann. Meist stammt das gemessene Spektrum von einer Mischung von Gasen, dann ist es besonders angenehm, daß der Bildschirm die Möglichkeit bietet, die Spektren einzelner (oder mehrerer) Gase probeweise vom gemessenen Spektrum zu subtrahieren. Das Gas kann nur dann enthalten sein, wenn die Subtraktion bei den wichtigsten Peaks keine negativen Werte liefert. Abb. 4.16 zeigt einen solchen schrittweisen Subtraktionsvorgang mit der Software Transpector-Ware.

Wie immer die qualitative Analyse erstellt wird, das Ergebnis ist nur ein »Vorschlag«, also eine Annahme, welche Gase in der Mischung enthalten sein könnten. Dieser Vorschlag muß noch geprüft werden, z.B. durch Überlegungen, wie ist es technisch möglich / unmöglich / plausibel / wahrscheinlich / unwahrscheinlich, daß eine bestimmte Substanz im Spektrum enthalten ist. Zusätzlich kann ein neu aufgenommenes Spektrum von dieser Substanz Klarheit verschaffen.

#### 4.6.4 Quantitative Gasanalyse

Besondere Schwierigkeiten treten bei der Interpretation des Spektrums einer unbekannten Gasmischung auf. Eine gegenseitige Verrechnung von Ionenstrombeiträgen unterschiedlicher Herkunft ist erst dann möglich, wenn alle Verursacher bekannt sind. Bei vielen Anwendungen in der Vakuumtechnik handelt es sich aber um Mischungen von wenigen, einfachen, oft bekannten Gasen, mit Massenzahlen kleiner 50 (Ausnahmen können Prozeßgase bilden). Liegt jedoch der komplizierte, allgemeine Fall vor, daß ein Spektrum mit einer Vielzahl von Überlagerungen in einer völlig unbekannten Mischung vieler Gaskomponenten gemessen wurde, dann muß der quantitativen Analyse eine qualitative Analyse vorausgehen. Der auftretende Schwierigkeitsgrad hängt von der Zahl der Überlagerungen ab (einzelne / wenige / viele).

Im Falle von einzelnen Überlagerungen kann oft eine gegenseitige Verrechnung der Ionenströme bei Messung ein und derselben Gasart auf mehreren Massenzahlen schon zum Ziel führen.

Bei einer größeren Zahl von Überlagerungen und insgesamt begrenzter Zahl von Gasen hilft oft eine tabellarische Auswertung mit Korrekturfaktoren gegenüber dem Spektrum eines Kalibriergases bekannter Zusammensetzung.

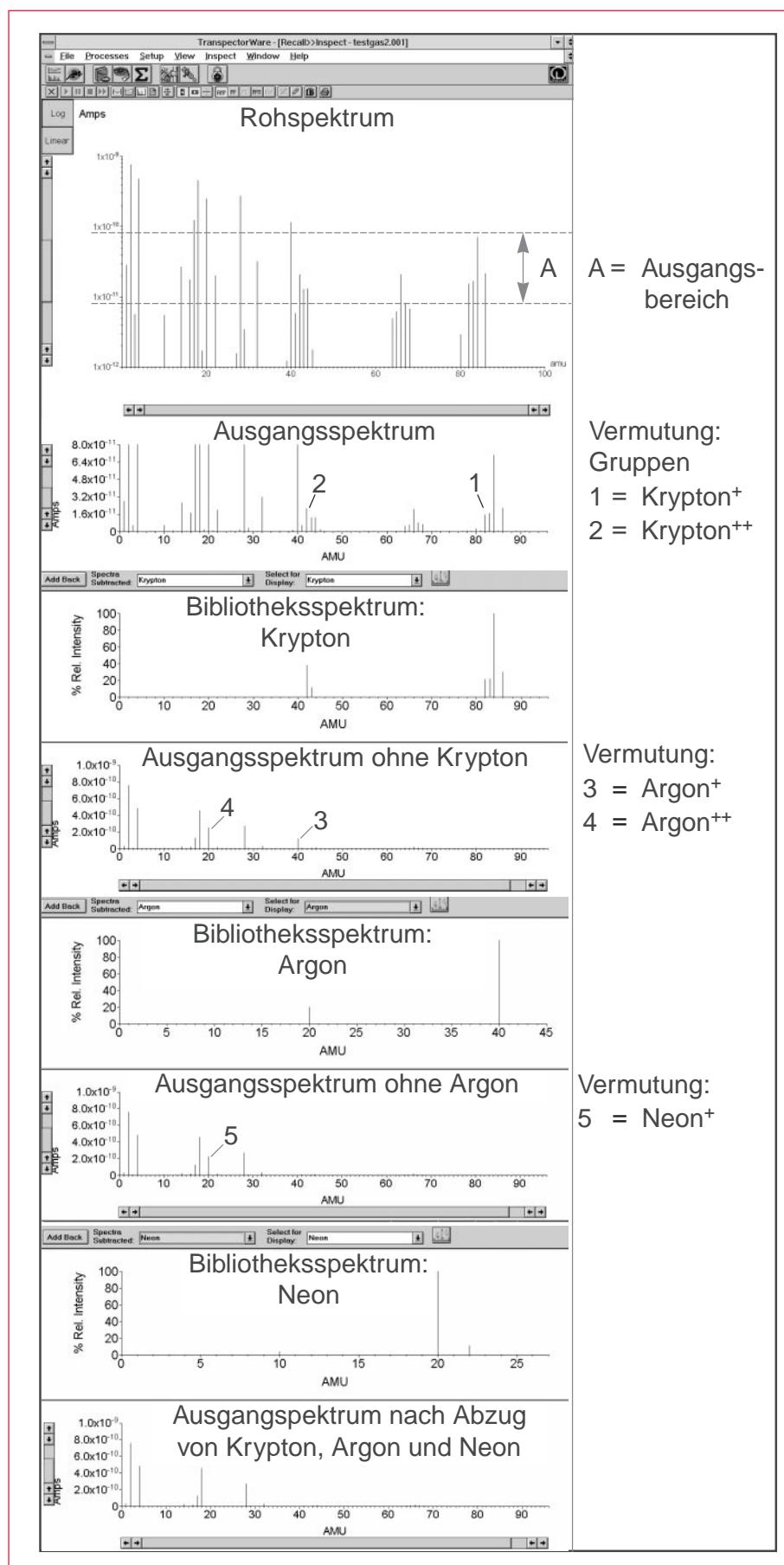


Abb. 4.16  
Subtrahieren von Bibliotheksspektren

Im allgemeisten Fall trägt eine Vielzahl von Gasen aber mehr oder weniger zum Ionenstrom auf allen Massen bei. Der jeweilige Anteil eines Gases  $g$  auf der Massenzahl  $m$  wird durch den Bruchstückfaktor  $Bf_{m,g}$  ausgedrückt. Um die Rechnung zu vereinfachen, enthält der Bruchstückfaktor  $Bf_{m,g}$  auch den Transmissionsfaktor  $TF$  und den Nachweisfaktor  $NF$ . Dann ist der Ionenstrom auf der Masse  $m$  als Funktion der Gesamtionenströme aller beteiligten Gase in Matrixschreibweise:

$$\begin{bmatrix} i_j^+ \\ \vdots \\ i_m^+ \\ \vdots \\ i_u^+ \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} BF_{j,k} & \dots & \dots & BF_{j,o} \\ \vdots & \ddots & \ddots & \vdots \\ \vdots & \dots & BF_{m,g} & \dots \\ \vdots & \dots & \dots & \ddots \\ BF_{u,k} & \dots & \dots & BF_{u,o} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} I_k^+ \\ \vdots \\ I_g^+ \\ \vdots \\ I_o^+ \end{bmatrix}$$

Der Ionenstromvektor zu den Massenzahlen  $m$  (verursacht durch die Bruchstück-Beiträge der Einzelgase) = Bruchstückmatrix mal Summenstromvektor der Einzelgase.

oder:  $i_m^+ = \sum_{g=k}^0 BF_{m,g} \cdot I_g^+$

(in vereinfachter Schreibweise:  $i = BF \cdot I$ )

mit  $i_m^+$  = Ionenstromvektor der Massenzahlen, verursacht durch Beiträge von Bruchstücken verschiedener Einzelgase

$$\sum_{g=k}^0 BF_{m,g} = \text{Bruchstückmatrix}$$

$I_g^+$  = Summenstromvektor der Einzelgase beziehungsweise:

$$i_m^+ = \sum p_g \cdot \underbrace{E_{N_2} \cdot RIW_g \cdot BF_m \cdot TF_m}_{\substack{\text{Transmissionsfaktor} \\ \text{für die Masse } m}} \cdot \underbrace{BF_{m,g}}_{\substack{\text{Bruchstückfaktor des Gases} \\ \text{auf der Masse } m}} \cdot \underbrace{RIW_g}_{\substack{\text{relative Ionisierungswahrscheinlichkeit} \\ \text{des Gases}}} \cdot \underbrace{E_{N_2}}_{\substack{\text{Stickstoffempfindlichkeit (Gerätekonstante)}}} \cdot \underbrace{p_g}_{\substack{\text{Partialdruck des Gases}}} \cdot \underbrace{I_m}_{\substack{\text{Ionenstrom auf der Massenzahl } m}}$$

Man sieht, der von einem Gas verursachte Ionenstrom ist dem Partialdruck proportional. Das lineare Gleichungssystem ist nur für den Sonderfall  $m = g$  (quadratische Matrix) lösbar, für  $m > g$  ist es überbestimmt. Wegen unvermeidlicher Meßfehler (Rauschen etc.) gibt es keinen Satz von Gesamtionenströmen  $I_g^+$  (Partialdrücken oder Konzentrationen), der das Gleichungssystem exakt erfüllt. Unter allen

denkbaren Lösungen gilt es nun den Satz  $I_g^{**}$  herauszufinden, der bei Rückrechnen auf die Teil-Ionenströme  $i_m^*$  die kleinste quadratische Abweichung von den tatsächlich gemessenen Teil-Ionenströmen  $i_m^+$  hat. Also:

$$\sum (i_m^+ - i_m^{**})^2 = \min$$

Dieses Minimierungs-Problem ist mathematisch identisch mit der Lösung eines anderen Gleichungssystems

$$BFT \cdot i = BFT \cdot BF \cdot I$$

welches unmittelbar mit dem Rechner ausgewertet wird. Der Ionenstromvektor der Einzelgase ist dann:

$$I = \frac{[BFT \cdot i] \cdot [BFT \cdot BF]^{-1}}{\det[BFT \cdot BF]}$$

## 4.7 Software

### 4.7.1 Standard/DOS Software SQX für Einzelgerätebetrieb (1 MS + 1 PC, RS 232)

Das herkömmliche Softwarepaket (SQX) enthält die üblichen Routinen zum Betrieb des Massenspektrometers, wie verschiedene Spektendarstellungen, Abfragen einzelner Kanäle mit entsprechenden Bildschirmsdarstellungen als Tabelle oder Balkendiagramm, Partialdruckumrechnungen, Trenddarstellungen, Vergleich mit Spektrenbibliotheken (mit der Möglichkeit Bibliotheks-Spektren probeweise zu subtrahieren), Lecksuchbetriebsart usw. aber auch für den Sensorabgleich. Durch den Einsatz von PC's als Anzeigegerät und Rechner sind natürlich auch alle Möglichkeiten des Speicherns, Wiederaufrufens, Ausdrucks usw. gegeben. Kennzeichen für die herkömmlichen Softwarepakete ist, daß immer konkrete Einzelspektren gemessen werden, auch wenn die Messung vollautomatisiert und zu einem vorher festgelegten Zeitpunkt erfolgt. Ein derartiges Spektrum kann also nur eine »Momentaufnahme« eines ablaufenden Prozesses darstellen.

### 4.7.2 Multiplex/DOS Software MQX, (1 ... 8 MS + 1 PC, RS 485)

Der erste Schritt zu einer prozeßorientierten Software von Leybold ist die MQX. Sie ermöglicht die gleichzeitige Überwachung

von maximal 8 Sensoren und für jeden Sensor kann alles gemacht werden, was die SQX bietet.

### 4.7.3 Prozeßorientierte Software Transpector-Ware für Windows

Der Transpector-Ware liegt eine ganz neue Philosophie zugrunde: Während des Prozeßablaufes mit zuvor festgelegten Einstellungen (»Rezept«) werden laufend Daten wie Einzelbilder eines Videofilmes aufgezeichnet. Diese Daten können gespeichert oder auf andere Weise ausgewertet werden. Insbesondere ist es sowohl während, als auch nach Ablauf des Prozesses möglich, in einer „Retrospektive“ interessierende Prozeßabschnitte genau zu analysieren, ohne dabei den im Hintergrund weiterlaufenden Meßbetrieb zu unterbrechen. Bei fortlaufender Kontrolle gleicher Prozesse kann das Programm statistische Berechnungen (Mittelwerte und Standardabweichungen) ausführen, woraus eine Bandbreite für „günstigen Prozeßablauf“ abgeleitet wird. Bei Überschreiten von Grenzwerten werden Fehlermeldungen ausgegeben.

### 4.7.4 Entwicklungssoftware TranspectorView

Diese Software ist für Entwicklung von besonderen Softwarevarianten für Spezialfälle gedacht. Sie enthält als Basis das LabView-Entwicklungspaket und die für den Betrieb des Transpectors nötigen Treiber.

## 4.8 Partialdruckregelung

Manche Prozesse z.B. reaktive Sputterprozesse erfordern möglichst konstante Auftreffraten der reagierenden Gasmoleküle auf dem Schichtuntergrund.

Die »Auftreffrate« ist die im Abschnitt 1 besprochene Flächenstoßrate, die unmittelbar dem Partialdruck proportional ist. Der einfachste Versuch, den Partialdruck einer Gaskomponente konstant zu halten, ist die Durchflußregelung mittels Flow-Controller, hat aber den Nachteil, daß der Regler nicht erkennen kann, ob, wann und wo sich der Gasverbrauch bzw. die Gaszusammensetzung im Rezipienten ändert. Die weitaus bessere und effektivere Möglichkeit ist die Partialdruckregelung durch ein Massenspektrometer über Gaseinlaßventile. Dabei

werden den signifikanten Peaks der in Frage kommenden Gase Kanäle im Massenspektrometer zugeordnet. Die analogen Ausgangssignale dieser Kanäle werden von entsprechenden Reglern mit Sollwerten verglichen und aus der Differenz von Sollwert und Istwert für jeden Kanal das richtige Stellsignal für das Gaseinlaßventil dieses Kanals abgeleitet. Eine derartige Anordnung ist im QUADREX PPC für 6 Kanäle realisiert. Zu dem Gerät können passende Gaseinlaßventile geliefert werden.

Die Gasentnahme für die Messung der Flächenstoßrate (Partialdruck) muß naturgemäß an einer repräsentativen Stelle des Rezipienten erfolgen. Bei der Beurteilung der Zeitkonstante eines derartigen Regelkreises ist es wichtig, alle Zeitbeiträge zu berücksichtigen, nicht nur die der elektrischen Signalausbreitung und der Verarbeitung im Massenspektrometer, sondern auch die vakuumtechnischen Zeitkonstanten und Stömungsgeschwindigkeiten, wie in Abb. 4.17 dargestellt. Oft verursachen Druckwandler oder ungünstig installierte Gaseinlaßleitungen vom Regelventil in den Rezipienten besonders große Beiträge zur Gesamtzeitkonstante. Im allgemeinen ist es besser, ein günstiges Signal/Rausch-Verhältnis durch ein großes Signal (also durch eine große Einlaßblende) einzustellen, als durch lange Integrationszeiten auf den einzelnen Kanälen. In Abb. 4.18 sind die Auswirkungen von Druckerhöhung und Integrationszeitverlängerung auf die Signalerkennbarkeit gegenübergestellt: Bei den Teilbildern a, b und c wurde in dieser Reihenfolge nur die Integrationszeit von 0,1 auf 1,0 bzw. 10 Sekunden (also insgesamt um den Faktor 100) vergrößert. Hingegen wurde in der Teilbilddfolge a-d-e-f bei gleichbleibender Integrationszeit der Totaldruck in 3 Schritten von  $7,2 \cdot 10^{-6}$  mbar auf  $7,2 \cdot 10^{-5}$  mbar (also insgesamt nur um den Faktor 10) erhöht.

## 4.9 Wartung

(Lebensdauer Kathode, Sensor-Abgleich, Reinigung von Ionenquelle und Stabsystem)

Die **Lebensdauer der Kathode** hängt stark von der Art der Belastung ab. Die Erfahrung lehrt, daß als Maß für die Belastung das Produkt aus Betriebszeit mal Betriebsdruck dienen kann. Besonders ungünstig auf die Lebenszeit der Kathoden wirken sich hoher Betriebsdruck (Bereich  $10^{-4} \dots 10^{-3}$  mbar) und besondere chemische Einflüsse, z.B.

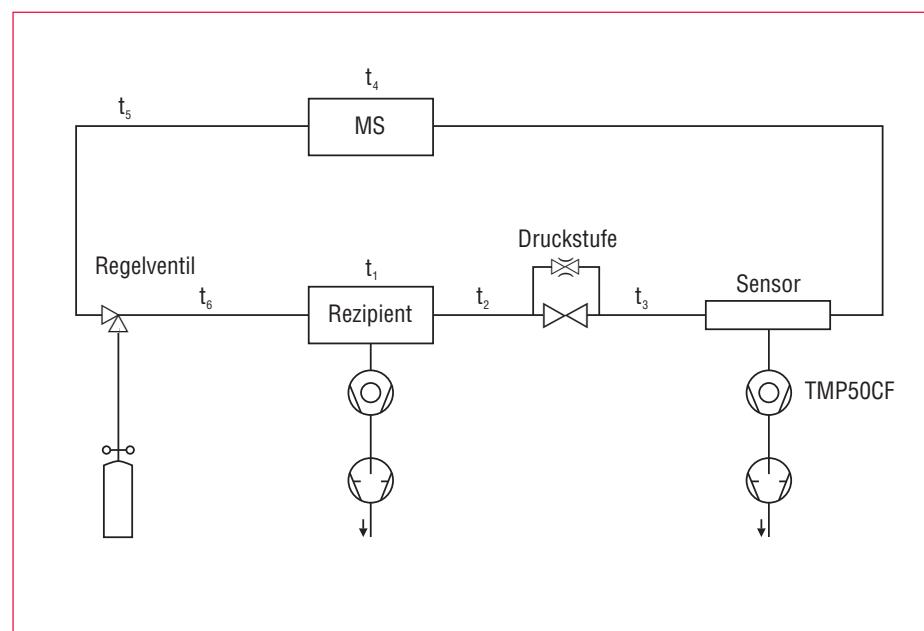


Abb. 4.17  
Teilbeiträge zur Gesamtzeitkonstante

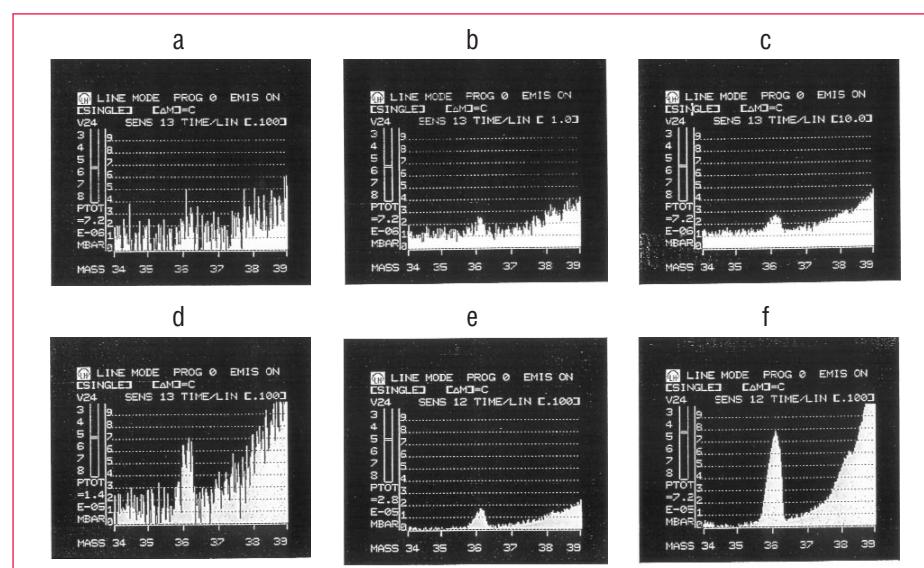


Abb. 4.18  
Verbesserung des Signal/Rausch-Verhältnisses durch Druckerhöhung oder Integrationzeitverlängerung

Kältemittel, aus. Ein Kathodenwechsel ist dank des einfachen Aufbaues des Sensors leicht möglich; es empfiehlt sich aber bei dieser Gelegenheit eventuell die ganze Ionenquelle zu wechseln bzw. zu reinigen.

Der **Sensor-Abgleich** der Massenachse (oft irrtümlich Kalibrierung genannt) erfolgt heute auf sehr bequeme Art über die Software (z.B. SQX, Transpor-Ware) und kann direkt auf dem Bildschirm beobachtet werden. Selbstverständlich wird dabei nicht nur die Zuordnung auf der Massenachse festgelegt, sondern auch die Linienform, d.h. Auflösung und Empfindlichkeit (siehe 4.5).

Eine **Reinigung des Sensors** ist nur in Ausnahmefällen, bei starker Verunreinigung des Sensors, nötig. Meist ist eine Reinigung der Ionenquelle, die leicht zerlegt und gereinigt werden kann, völlig ausreichend. Eine Reinigung des Stabsystems kann nach Ausbau des kompletten Stabsystems in einem Ultraschallbad erfolgen. Falls wegen besonders hartnäckiger Verschmutzung ein Zerlegen des Stabsystems unvermeidlich ist, muß die notwendigen Justierungen der Stäbe im Herstellerwerk vorgenommen werden.

## 5. Lecks und Lecksuche

Außer den eigentlichen Vakuumanlagen und den zu ihrem Aufbau verwendeten Einzelteilen (Vakuumbehälter, Leitungen, Ventilen, lösbarer (Flansch-) Verbindungen, Meßgeräten etc.) gibt es eine Vielzahl anderer Anlagen und Produkte in Industrie und Forschung, an die hohe Anforderungen bezüglich Dichtheit oder sogenannte »hermetische« Abdichtung zu stellen sind. Dazu gehören viele Baugruppen und Prozesse insbesondere aus der Automobil- und Kälteindustrie, aber auch aus vielen anderen Industriebereichen. Der Arbeitsdruck liegt dabei häufig oberhalb des Umgebungsdruckes. »Hermetisch verschlossen« ist dabei nur als relatives »Nichtvorhandensein von Lecks« definiert. Die gelegentlich gemachten, allgemeinen Aussagen »keine nachweisbaren Lecks« oder »Leckrate Null« bilden keine annehmbaren Spezifikationen für Abnahmetests. Jeder erfahrene Ingenieur weiß, daß eine gut ausgearbeitete Abnahmespezifikation eine definierte Leckrate (siehe 5.2) unter vorgegebenen Bedingungen erfordert. Welche Leckrate noch oder gerade nicht mehr toleriert werden kann, wird jedenfalls durch die Anwendung selbst bestimmt.

### 5.1 Leckarten

Nach der **Art der auftretenden Material- oder Fügefehler** werden folgende Lecks unterschieden:

- Lecks in lösbarer Verbindungen: Flansche, Schlitze, Deckel
- Lecks in nicht lösbarer Verbindungen: Löt-/Schweißnähte, Klebestellen
- Porenlecks: insbesondere nach mechanischer Verformung (Biegen!), oder thermischer Bearbeitung von polykristallinen Werkstoffen, Gußteile
- Kalt-/Warmlecks: (reversibel) öffnen sich bei extremer Temperaturbeanspruchung, vor allem an Lötstellen
- Scheinbare (virtuelle) Lecks: Gasmenge werden (auch durch Verdampfen von Flüssigkeiten) aus inneren Hohlräumen in Gußteilen, Sacklöchern und Spalten frei

• Indirekte Lecks: undichte Versorgungsleitungen in Vakumanlagen oder Öfen (Wasser, Druckluft, Sole)

- »Schachtellecks«: das Leck ist am Ende mehrerer »in Reihe geschalteter Räume«, z.B. Leck im ölfüllten Bereich des Ölbehälters einer Drehschieberpumpe
- »Ventil«-Lecks: in einer Druckrichtung undicht, in der anderen dicht (sehr selten)

Wohl eine Undichtheit aber kein Leck im Sinne einer Fehlerstelle ist die

- Permeation (natürliche Durchlässigkeit) von Werkstoffen, also auch von Gummischläuchen, Elastomer-Dichtungen etc. (es sei denn, die Teile sind spröde und deshalb »leck«).

### 5.2 Leckrate, Leckgröße, Massenstrom

Keine Vakuumapparatur oder -anlage ist absolut vakuumdicht. Sie braucht es prinzipiell auch nicht zu sein. Es kommt lediglich darauf an, daß die Leckrate entsprechend gering ist und so auf den benötigten Arbeitsdruck, Gasraushalt und Enddruck im Vakuumbehälter ohne Einfluß bleibt. Daraus folgt, daß die Forderungen hinsichtlich der Dichtheit einer Apparatur um so strenger werden, je niedriger der verlangte Druck ist. Um Undichtheiten quantitativ erfassen zu können, wurde der Begriff der Leckrate mit dem Gleichungszeichen  $Q_L$  und der Einheit  $\text{mbar} \cdot \text{s}$  oder  $\text{cm}^3/\text{s}$  (NTP) eingeführt. Die Leckrate von  $Q_L = 1 \text{ mbar} \cdot \text{s}$  ist gegeben, wenn in einem abgeschlossenen, evakuierten Behälter mit dem Volumen  $1 \text{ m}^3$  der Druck in einer Sekunde um  $1 \text{ mbar}$  ansteigt oder bei Überdruck im Behälter um  $1 \text{ mbar}$  abfällt. Die als Maß für eine Undichtheit definierte Leckrate  $Q_L$  wird meist in der Einheit  $\text{mbar} \cdot \text{s}$  angegeben. Mit Hilfe der Zustandsgleichung (1.7) erhält man  $Q_L$  unter Angabe der Temperatur  $T$  und der Gasart  $M$  quantitativ als Massenstrom, z.B. in der Einheit  $\text{g/s}$ . Die entsprechende Beziehung lautet:

$$Q_L = \frac{\Delta(p \cdot V)}{\Delta t} = \frac{R \cdot T}{M} \cdot \frac{\Delta m}{\Delta t} \quad (5.1)$$

mit  $R = 83,14 \text{ mbar} \cdot \text{mol} \cdot \text{K}$ ,  $T = \text{Temperatur in K}$ ,  $M = \text{molare Masse in g/mol}$ ,  $\Delta m$  Masse in  $\text{g}$ ,  $\Delta t$  = Zeitspanne in  $\text{s}$ . Gleichung 5.1 dient dazu, um

a) bei bekanntem  $pV$ -Gasstrom  $\Delta p \cdot V / \Delta t$  den Massenstrom  $\Delta m / \Delta t$  zu bestimmen (siehe hierzu Beispiel in 5.4.1) oder

b) bei bekanntem Massenstrom den  $pV$ -Leckgasstrom zu bestimmen (siehe nachstehendes Beispiel).

Beispiel zu b):

Eine mit Freon (R12) betriebene Kälteanlage weist einen Kältemittelverlust von  $1 \text{ g}$  Freon (bei  $25^\circ\text{C}$ ) pro Jahr auf. Wie groß ist der Leckgasstrom  $Q_L$ ? Nach Gleichung 5.1 mit  $M(12) = 121 \text{ g/mol}$ :

$$\begin{aligned} Q_L &= \frac{\Delta(p \cdot V)}{\Delta t} = \frac{83,14 \text{ mbar} \cdot \text{mol} \cdot 298 \text{ K} \cdot 1 \text{ g}}{\text{mol} \cdot \text{K} \cdot 121 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot 1 \text{ a}} \\ &= \frac{83,14 \cdot 2,98 \cdot 10^2 \cdot 1}{121 \cdot 1} \cdot \frac{\text{mbar} \cdot \text{mol}}{3,15 \cdot 10^7 \text{ s}} \\ &= \frac{83,14 \cdot 2,98 \cdot 10^2}{1,21 \cdot 10^2 \cdot 3,15} \cdot 10^{-7} \cdot \frac{\text{mbar} \cdot \text{mol}}{\text{s}} \\ &= 65 \cdot 10^{-7} \cdot \frac{\text{mbar} \cdot \text{mol}}{\text{s}} \end{aligned}$$

Der Freon-Verlust beträgt demnach  $Q_L = 6,5 \cdot 10^{-6} \text{ mbar} \cdot \text{s}$ . Gemäß der untenstehenden »Faustregel« für Hochvakuumanlagen ist die Kälteanlage dieses Beispiels als sehr dicht anzusehen. Weitere Umrechnungen für  $Q_L$  sind in den Tabellen VIIa und VIIb in Abschnitt 9 angegeben.

Für Hochvakuumapparaturen gilt quantitativ die folgende Faustregel:

Gesamt-Undichtheit  $< 10^{-6} \text{ mbar} \cdot \text{s}$ :  
Apparatur sehr dicht

Gesamt-Undichtheit  $10^{-5} \text{ mbar} \cdot \text{s}$ :  
Apparatur hinreichend dicht

Gesamt-Undichtheit  $> 10^{-4} \text{ mbar} \cdot \text{s}$ :  
Apparatur undicht

An sich kann eine Undichtheit durch eine genügend große Pumpe »überfahren« werden, denn es gilt – beispielsweise für den Enddruck  $p_{\text{end}}$  (unter Außerachtlassen der Gasabgabe der inneren Oberflächen):

$$p_{\text{end}} = \frac{Q_L}{S_{\text{eff}}} \quad (5.2)$$

( $Q_L$  Leckrate,  $S_{\text{eff}}$  am Rezipienten wirksames Saugvermögen)

Wenn  $S_{\text{eff}}$  hinreichend groß gemacht wird, läßt sich also – unabhängig von der Größe der Leckrate  $Q_L$  – immer ein vorgegebener Enddruck  $p_{\text{end}}$  erreichen. Einer beliebigen Vergrößerung von  $S_{\text{eff}}$  stehen in der Praxis allerdings wirtschaftliche und auch kon-

## Abschätzung von Lecks $\longleftrightarrow$ Lochgrößen

$\Delta p = 1013 \text{ mbar}$ , Lochdurchmesser  $d = 1 \text{ cm}$

$$\text{Gasgeschwindigkeit} = \text{Schallgeschwindigkeit} = 330 \frac{\text{m}}{\text{s}}$$

$$\text{Volumen/Sekunde: } 330 \frac{\text{m}}{\text{s}} \cdot \frac{1^2 \cdot \pi}{4} \cdot \text{cm}^2 = 25,95 \cdot 10^{+3} \frac{\text{cm}^3}{\text{s}} = 25,95 \frac{\ell}{\text{s}}$$

$$\text{Menge/Sekunde: } 1013 \text{ mbar} \cdot 25,95 \frac{\ell}{\text{s}} = 2,63 \cdot 10^{+4} \approx 10^{+4} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$$

Durchmesser cm	Leckrate $\frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$
$10^{-2} \text{ m} = 1,0 \text{ cm}$	$10^{+4}$
$10^{-3} \text{ m} = 1,0 \text{ mm}$	$10^{+2}$
$10^{-4} \text{ m} = 0,1 \text{ mm}$	$10^0 (= 1)$
$10^{-5} \text{ m} = 0,01 \text{ mm}$	$10^{-2}$
$10^{-6} \text{ m} = 1,0 \mu\text{m}$	$10^{-4}$
$10^{-7} \text{ m} = 0,1 \mu\text{m}$	$10^{-6}$
$10^{-8} \text{ m} = 0,01 \mu\text{m}$	$10^{-8}$
$10^{-9} \text{ m} = 1,0 \text{ nm}$	$10^{-10}$
$10^{-10} \text{ m} = 1,0 \text{ Angström}$	$10^{-12}$ (Nachweisgrenze He-Leckdetektor)

Abb. 5.1  
Zusammenhang Leckrate – Lochgröße

struktionsmäßige Überlegungen (z. B. Platzbedarf) entgegen.

Wenn man in einer Apparatur nicht zu dem gewünschten Enddruck kommt, sind hierfür meistens zwei Ursachen zu nennen: Das Vorhandensein von Undichtheiten und/oder die Gasabgabe von Behälterwänden und Dichtungsmitteln.

Zur Unterscheidung zwischen beiden Ursachen kann eine Partialdruckanalyse mit einem Massenspektrometer oder die

Druckanstiegsmethode angewendet werden. Da mit der Druckanstiegsmethode grundsätzlich nur das Vorhandensein eines Lecks nachweisbar ist, aber seine Lage in der Apparatur weiter unbekannt bleibt, empfiehlt sich der Einsatz eines Helium-Leckdetektors, mit dem die Lecks im allgemeinen auch wesentlich schneller lokalisiert werden können.

Um einen Überblick über den Zusammenhang zwischen geometrischer Lochgröße

und zugehöriger Leckrate zu erhalten, kann man von folgender, groben Abschätzung ausgehen: Ein kreisrundes Loch in einer Rezipientenwand mit Durchmesser 1 cm sei mit einem Schieberventil verschlossen. Außen herrscht Atmosphärendruck, innen Vakuum. Bei plötzlichem Öffnen des Schiebers werden alle die Luftmoleküle, die sich in einem Zylinder mit 1 cm Durchmesser und 330 m Höhe befinden, mit Schallgeschwindigkeit (330 m/s) in 1 s in das Loch »fallen«. Die je Sekunde einströmende Menge ist 1013 mbar mal Zylindervolumen (siehe Abb. 5.1). Es ergibt sich für den Lochdurchmesser von 1 cm eine  $Q_L(\text{Luft})$  von  $2,6 \cdot 10^{+4} \text{ mbar} \cdot \text{s}$ . Läßt man bei sonst gleichbleibenden Voraussetzungen statt Luft Helium mit der Schallgeschwindigkeit 970 m/s in das Loch strömen, so ergibt sich analog  $Q_L(\text{Helium})$  von  $7,7 \cdot 10^{+4} \text{ mbar} \cdot \text{s}$ , also ein um den Faktor  $970/330 = 2,94$  größerer pV-Leckgasstrom. Diese für Helium höhere »Empfindlichkeit« wird in der Lecksuchprüfung genutzt und hat zur Entwicklung und Serienfertigung hochempfindlicher Helium-Lecksuchgeräte geführt (siehe 5.5.2).

In der Abb. 5.1 ist der Zusammenhang Leckrate–Lochgröße für Luft mit dem Näherungswert  $Q_L(\text{Luft})$  von  $\approx 10^{+4} \text{ mbar} \cdot \text{s}$  für das »1 cm Loch« angegeben. Die Tabelle zeigt, daß bei einer Verkleinerung des Lochdurchmessers auf  $1 \mu\text{m}$  ( $= 0,001 \text{ mm}$ ) die Leckrate  $10^{-4} \text{ mbar} \cdot \text{s}$  beträgt, ein Wert, der in der Vakuumtechnik bereits eine große Undichtheit darstellt (siehe Faustregel oben). Dem Lochdurchmesser  $1 \text{ Å}$  entspricht die Leckrate von  $10^{-12} \text{ mbar} \cdot \text{s}$ ; dies ist die untere Nachweisgrenze moderner Helium-Leckdetektoren. Da auch die Gitterkonstanten vieler Festkörper bei einigen  $\text{Å}$  liegen und die Durchmesser kleiner Moleküle und Atome ( $\text{H}_2$ ,  $\text{He}$ ) etwa  $1 \text{ Å}$  betragen, ist die inhärente Permeation durch Feststoffe mit He-Leckdetektoren meßtechnisch erfaßbar. Das hat zur Entwicklung kalibrierter Prüflecks mit sehr kleinen Leckraten geführt (siehe 5.5.2.3). Dabei handelt es sich um eine meßbare Undichtheit, aber nicht um ein Leck im Sinne eines Material- oder Fügefehlers. Aus Abschätzungen oder Messungen der Größe von Atomen, Molekülen, Viren, Bakterien etc. werden oft landläufige Begriffen wie „wasserdicht“ oder „bakteriendicht“ abgeleitet; siehe Tabelle 5.1.

Begriff / Kriterium	Bemerkung	$Q_L [\text{mbar} \cdot \text{s}]$	relevante Teilchengröße
wasserdicht*)	tropfen	$Q_L < 10^{-2}$	
dampfdicht	„schwitzen“	$Q_L < 10^{-3}$	
bakteriendicht*) (Kokken) (Stäbchen)		$Q_L < 10^{-4}$	$\emptyset \approx 1 \mu\text{m}$ $\emptyset \approx 0,5 \text{--} 1 \mu\text{m}$ , $2 \text{--} 10 \mu\text{m}$ lang
öldicht		$Q_L < 10^{-5}$	
virendicht *) (Vaccine z.B. Pocken) (kleinste Viren, Bakteriophagen) (Viroide, RNA)		$Q_L < 10^{-6}$ $Q_L < 10^{-8}$ $Q_L < 10^{-10}$	$\emptyset \approx 3 \cdot 10^{-7} \text{ m}$ $\emptyset \approx 3 \cdot 10^{-8} \text{ m}$ $\emptyset \approx 1 \cdot 10^{-9} \text{ m}$ (Fäden)
gasdicht		$Q_L < 10^{-7}$	
»absolut dicht«	technisch	$Q_L < 10^{-10}$	

\*) Im Gegensatz zu Dampf muß bei Flüssigkeiten zwischen hydrophilen und hydrophoben Festkörpern unterschieden werden. Das gilt auch für Bakterien und Viren da sie hauptsächlich in Lösungen transportiert werden

Tabelle 5.1  
Schätzung von Grenzleckraten

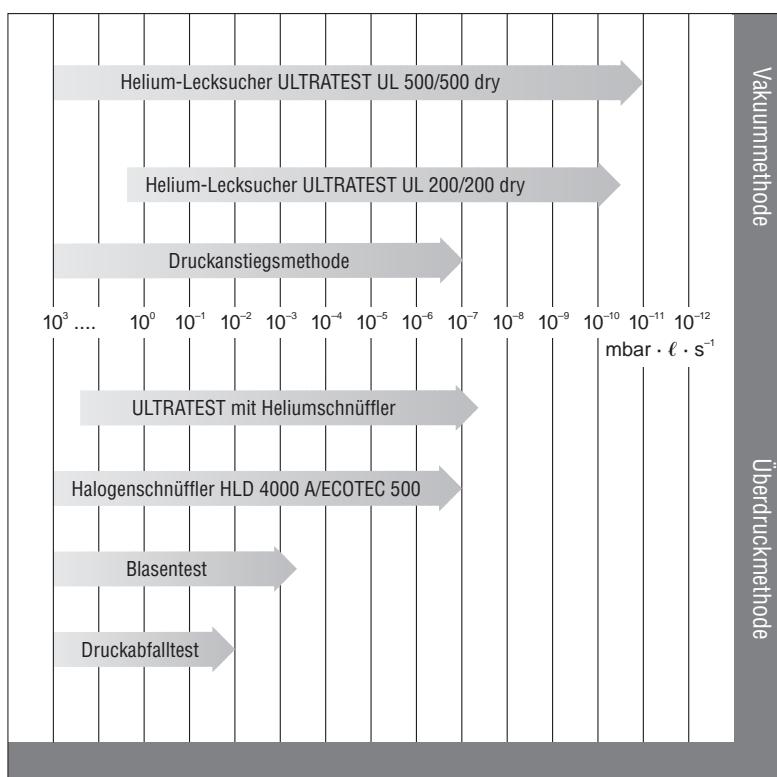


Abb. 5.2  
Leckratenbereiche bei Lecksuchverfahren und Lecksuchgeräten

Leck <----> Loch Q ... Leckrate, kurz: Leck	Stoffmenge pro Zeiteinheit durch Loch Definition: $Q = \frac{\Delta(p \cdot V)}{\Delta t}$	Heliumstandard Leckrate: $p_1 = 1 \text{ bar}, p_2 < 1 \text{ mbar} (\Delta p = 1 \text{ bar})$ Testgas = Helium
↓	↓	↓
<b>Vertraute Lecks:</b>	<b>Austretende Menge:</b>	<b>He-Standardleckrate:</b>
Wasserhahn tropft	$34 \frac{\text{mg}}{\text{s}}$ Wasser ( $= 6,45 \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$ Luft)	$0,17 \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$ He Std
4 mm ø, 1 Hz, $\Delta p = 4 \text{ bar}$		
Haar liegt auf Dichtung	$10^{-2} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$ Luft	$0,9 \cdot 10^{-2} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$ He Std
Fahrradschlauch im Wasser (bubble test) 2 mm ø, 1 Hz, $\Delta p = 0,1 \text{ bar}$	$4,19 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Nom}^3}{\text{s}}$ ( $= 4,24 \cdot 10^{-3} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$ Luft)	$1,88 \cdot 10^{-2} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$ He Std
Autoreifen verliert Luft 25 l, 6 Mo: 1,8 --> 1,6 bar	$3,18 \cdot 10^{-4} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$ Luft	$4,3 \cdot 10^{-5} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$ He Std
Autoreifen verliert Luft 25 l, 6 Mo: 1,8 --> 1,6 bar	$430 \frac{\text{g}}{\text{a}}$ Frigen ( $= 2,8 \cdot 10^{-3} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$ F12)	$4,33 \cdot 10^{-5} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$ He Std

Abb. 5.3  
Beispiele für die Umrechnung in Helium-Standard-Leckraten

Bereich	laminar	molekular
Druck	$Q_I \cdot (p_1^2 - p_2^2)_{II} = Q_{II} \cdot (p_1^2 - p_2^2)_I$	$Q_I \cdot (p_1 - p_2)_{II} = Q_{II} \cdot (p_1 - p_2)_I$
Gasart	$Q_{\text{Gas A}} \cdot \eta_{\text{Gas A}} = Q_{\text{Gas B}} \cdot \eta_{\text{Gas B}}$	$Q_{\text{Gas A}} \cdot \sqrt{M_{\text{Gas A}}} = Q_{\text{Gas B}} \cdot \sqrt{M_{\text{Gas B}}}$

Tabelle 5.2  
Umrechnungsformeln für Änderung von Druck und Gasart

In Abb. 5.2 sind Art und Nachweisgrenzen häufig eingesetzter Leck-Prüfmethoden zusammengestellt.

### 5.2.1 Die Helium Standard-Leckrate

Für die eindeutige Definition eines Lecks sind erstens die Angaben der Drücke auf beiden Seiten der Wand und zweitens die Art des durchdringenden Mediums (Viskosität) bzw. dessen molare Masse nötig. Für den in der Praxis sehr häufigen Fall, daß die Prüfung mit Helium bei 1 bar Druckunterschied von Atmosphärendruck (außen) nach Vakuum (p < 1 mbar, innen) erfolgt, hat sich die Bezeichnung „Helium-Standard-Leckrate“ (He Std) eingebürgert. Um die Rückweisrate bei einer Prüfung mit Helium unter Helium Standard-Bedingungen anzugeben, müssen die realen Einsatzbedingungen zuerst auf Helium-Standard-Bedingungen umgerechnet werden (siehe 5.2.2). Einige Beispiele solcher Umrechnungen sind in Abb. 5.3 gezeigt.

### 5.2.2 Umrechnungsgleichungen

Bei der Umrechnung von Druckverhältnissen und Gasart (Viskosität) muß beachtet werden, daß unterschiedliche Gleichungen für laminare und für molekulare Strömung gelten. Die Grenze zwischen diesen Bereichen ist sehr schwierig festzustellen. Als Richtlinie nimmt man bei Leckraten  $Q_L > 10^{-5} \text{ mbar} \cdot \text{s}$  laminare Strömung und bei Leckraten  $Q_L < 10^{-7} \text{ mbar} \cdot \text{s}$  molekulare Strömung an. Im Zwischenbereich muß der (Garantie leistende) Hersteller den sichereren Wert annehmen. Die Gleichungen sind in Tabelle 5.2 aufgelistet.

Dabei bedeuten die Indices I und II die einen bzw. anderen Druck-Verhältnisse und die Indices 1 und 2 jeweils Innen- und Außenseite der Leckstelle.

### 5.3 Begriffe und Definitionen

Bei der Lecksuche hat man im allgemeinen zwischen zwei Aufgabenstellungen zu unterscheiden:

1. die Lokalisierung von Lecks und
2. die Messung der Leckrate

Außerdem unterscheidet man je nach Fließrichtung des Fluids zwischen der

- Vakuum-(oder Unterdruck-) Methode** (engl. oft »outside-in leak«), also Strömung in den Prüfling hinein (Druck im Prüfling < Umgebungsdruck) und
- Überdruck-Methode** (engl. oft »inside-out leak«), also Strömung aus dem Prüfling heraus (Druck im Prüfling > Umgebungsdruck).

Die Prüflinge sollen nach Möglichkeit ihrer späteren Verwendung entsprechend geprüft werden, also Teile für Vakuumanwendungen nach der Vakummethode, Teile für Überdruck nach der Überdruckmethode.

Bei der Messung von Leckraten unterscheidet man zwischen der Erfassung von  
 α. Einzellecks (**lokale Messung**), Abb. 5.4,b und 5.4,d oder die Erfassung der  
 β. Summe aller Lecks des Prüflings (**integrale Messung**), Abb. 5.4,a und 5.4,c.

Die kleinste, nach Abnahmespezifikation nicht mehr akzeptable Leckrate wird als **Rückweisleckrate** (engl. rejection-rate) bezeichnet. Sie wird aus der Bedingung errechnet, daß der Prüfling während seiner geplanten Einsatzzeit mit einer bestimmten Sicherheit nicht – wegen durch Lecks verursachten Fehlern – ausfallen darf. Oft wird nicht die Leckrate unter Einsatzbedingungen des Prüflings bestimmt, sondern die Durchflußrate eines Prüfgases – vornehmlich Helium – unter Prüfbedingungen gemessen. Die so gewonnenen Werte müssen auf die tatsächlichen Einsatzbedingungen bezüglich Druck im Prüfling und außerhalb des Prüflings und Gasart (oder Flüssigkeit) umgerechnet werden.

Wenn im Prüfling Vakuum herrscht ( $p < 1$  mbar) und außen Atmosphärendruck und als Prüfgas Helium verwendet wird, spricht man von **Helium-Standard-Bedingungen**. Helium-Standard-Bedingungen sind immer bei der Heliumlecksuche an einer Hochvakuumanlage gegeben, wenn die Anlagen mit einem Leckdetektor verbunden ist und mit Helium abgesprührt wird (**Sprüh-Technik**). Wird der Prüfling nur vom Leckdetektor selbst evakuiert, so spricht man von **Hauptstrombetrieb** des Leckdetektors (LD). Ist der Prüfling selbst eine komplette Vakuum-Anlage mit eigenen Vakuumpumpen und der Leckdetektor wird parallel zu den Anlagenpumpen be-

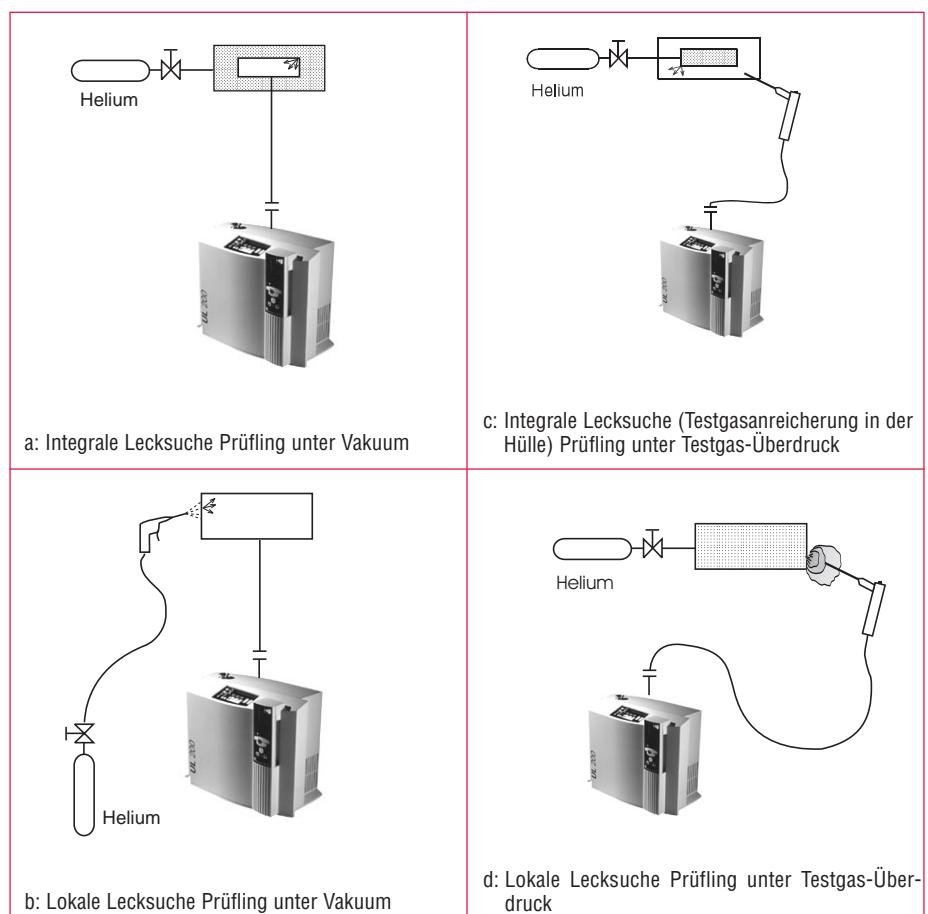


Abb. 5.4  
Lecksuchmethoden – Fachausdrücke

trieben, so spricht man von **Teilstrombetrieb**. Von Teilstrombetrieb spricht man auch, wenn parallel zum Leckdetektor eine separate Hilfspumpe verwendet wird.

Bei Anwendung der Überdruckmethode ist es manchmal unpraktisch oder unmöglich, die Leckrate direkt zu messen, wohl aber kann sie an einer den Prüfling umgebenden Hülle gemessen werden. Das kann durch Anschluß der Hülle an den Leckdetektor oder durch **Anreicherung** (Konzentrationserhöhung) des Prüfgases in der Hülle gemessen werden. Ein Sonderfall der Anreicherungsmethode ist der »**Bombing-Test**« (siehe 5.6.4). Bei der sogenannten **Schnüffeltechnik**, eine andere Variante der Überdruckmethode, wird das aus Lecks ausströmende (Prüf-) Gas durch eine besondere Vorrichtung gesammelt (abgesaugt) und dem Leckdetektor zugeführt. Das kann sowohl mit Helium als Prüfgas als auch mit Kältemitteln oder  $SF_6$  durchgeführt werden.

## 5.4 Lecksuchmethoden ohne Lecksuchgerät

Die sinnvollste Unterscheidung der bei der Lecksuche zur Anwendung kommenden Prüfmethode ist die Unterscheidung, ob besondere Lecksuchgeräte zum Einsatz kommen oder nicht.

Im einfachsten Fall kann eine Undichtheit qualitativ, bei manchen Prüfmethoden aber auch quantitativ (als Leckrate) ohne Zuhilfenahme eines besonderen Lecksuchgerätes (Leckdetektors LD) festgestellt werden. So kann die Menge des aus einem undichten Wasserhahn abtropfenden Wassers zeitbezogen in einem Meßglas bestimmt werden, doch man wird dabei nicht von einem Lecksuchgerät sprechen. In jenen Fällen, in denen bei der Lecksuche auch ohne Lecksuchgerät die Leckrate bestimmbar ist (siehe z.B. Abschnitt 5.4.1), wird diese häufig auf die Heliumstandard-Leckrate (Abschnitt 5.2.1) umgerechnet. Dieser Standard Leckratenwert wird oft bei der Anfertigung von Abnahmefürifikaten benötigt, dient aber auch dem Vergleich

von Leckratenwerten, die mit Helium-Lecksuchgeräten ermittelt wurden.

Trotz sorgfältiger Prüfung der einzelnen Bauelemente können auch nach dem Zusammenbau in der Apparatur Lecks vorhanden sein. Sei es, daß Dichtungen schlecht sitzen oder die Dichtflächen beschädigt sind. Die zum Prüfen einer Apparatur verwendeten Verfahren hängen von der Größe der Undichtheiten ab bzw. von der angestrebten Dichtheit und auch davon, ob die Apparatur aus Metall oder aus Glas bzw. anderen Werkstoffen besteht. Im Folgenden werden einige Lecksuchmethoden skizziert. Sie werden den speziellen Anwendungsfällen entsprechend eingesetzt, wobei oft auch ökonomische Gesichtspunkte eine wichtige Rolle spielen.

## 5.4.1 Druckanstiegsprüfung

Diese Art der Lecksuche macht von der Tatsache Gebrauch, daß eine Undichtheit eine zeitlich gleichbleibende Gasmenge in eine hinreichend evakuierte Apparatur einströmen läßt (verblockter Gasstrom, siehe Abb. 1.1). Im Gegensatz dazu nimmt die Gasabgabe von Behälterwänden und von den zur Dichtung verwendeten Materialien (falls diese nicht hinreichend gasfrei sind) mit der Zeit ab, da es sich dabei praktisch immer um kondensierbare Dämpfe handelt, für die sich ein Gleichgewichtsdruck einstellt (siehe Abb. 5.5). Für die Druckanstiegsmessung wird das pumpenseitige Ventil des evakuierten Rezipienten ge-

schlossen. Dann wird die Zeit gemessen, während welcher der Druck um einen bestimmten Betrag (etwa eine Zehnerpotenz) steigt. Das Ventil wird wieder geöffnet und einige Zeit gepumpt, worauf dieses Verfahren wiederholt wird. Bleibt die Zeit für den Druckanstieg konstant, so ist ein Leck vorhanden, vorausgesetzt daß die Wartezeit zwischen den einzelnen Druckanstiegsversuchen hinreichend lang war. Welche Wartezeit angemessen ist, hängt von der Art und Größe der Apparatur ab. Wird der Druckanstieg geringer, so ist dieser wahrscheinlich auf die Gasabgabe innerer Oberflächen zurückzuführen. Aus dem Verlauf der Druckanstiegskurve kann man versuchen, zwischen Undichtheiten und Verschmutzung zu unterscheiden: Im linearen Maßstab aufgetragen muß die Druckanstiegskurve beim Vorhandensein von Lecks linear bleiben, auch für hohe Drücke: wird der Druckanstieg durch Gasabgabe der Wände hervorgerufen (Verschmutzung), so wird der Druckanstieg allmählich kleiner und strebt einem Grenzwert zu. Meist treten beide Fälle gleichzeitig auf, so daß eine Trennung der beiden Ursachen oft schwierig, wenn nicht gar unmöglich wird. Diese Verhältnisse sind in Abb. 5.5 schematisch dargestellt. Hat man sich überzeugt, daß der Druckanstieg lediglich auf ein echtes Leck zurückzuführen ist, so läßt sich die Leckrate quantitativ aus dem zeitlichen Druckanstieg gemäß Gleichung (5.3) bestimmen:

$$Q_L = \frac{\Delta p \cdot V}{\Delta t} \quad (5.3)$$

**Beispiel:** In einer Vakuumapparatur steigt nach dem Absperren des Rezipienten von 20 l Inhalt von der Pumpe der Druck in 300 s von  $1 \cdot 10^{-4}$  mbar auf  $1 \cdot 10^{-3}$  mbar. Die Undichtheit (Leckrate) ist dann gemäß Gleichung 5.2

$$Q_L = \frac{(1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-4}) \cdot 20}{300}$$

$$= \frac{9 \cdot 10^{-4} \cdot 20}{300} = 6 \cdot 10^{-5} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$$

Die Leckrate als Massenstrom  $\Delta m/\Delta t$  ergibt sich aus Gleichung 5.1 mit  $Q_L = 6 \cdot 10^{-5}$  mbar  $\cdot \text{s}^{-1}$ ,  $T=20^\circ\text{C}$  und der molaren Masse

für Luft ( $M=29 \text{ g/mol}$ ) zu

$$Q_L = \frac{\Delta m}{\Delta t} = 6 \cdot 10^{-5} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}} \cdot 29 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \cdot$$

$$\frac{\text{mol} \cdot \text{K}}{83,14 \text{ mbar} \cdot \ell \cdot 293 \cdot 10^2 \text{ K}} = 7 \cdot 10^{-8} \frac{\text{g}}{\text{s}}$$

Wird der Behälter beispielsweise mit einer Turbo-Molekularpumpe TURBOVAC 50 evakuiert ( $S = 50 \text{ l/s}$ ), die über ein Absperrventil an den Behälter angesetzt ist, so hat man mit einem effektiven Saugvermögen am Behälter von etwa  $S_{\text{eff}} = 30 \text{ l/s}$  zu rechnen. Damit ergibt sich ein Enddruck von

$$p_{\text{end}} = \frac{Q_L}{S_{\text{eff}}} = \frac{6 \cdot 10^{-5} \text{ mbar} \cdot \ell \cdot \text{s}^{-1}}{30 \ell \cdot \text{s}^{-1}}$$

$$= 2 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$$

Natürlich kann man diesen Enddruck, falls er unbefriedigend ist, durch Verwendung einer größeren Pumpe (z. B.: TURBOVAC 151) verbessern und damit gleichzeitig die Auspumpzeit zum Erreichen des Enddruckes verkürzen.

Heute erfolgen Dichtheitsprüfungen an Vakuumanlagen aber meist mit Helium-Leckdetektoren nach der Vakuum-Methode (siehe 5.6.1): Die Apparatur wird evakuiert und von außen mit einem Prüfgas besprührt; in diesem Fall muß das durch die Undichtheiten in die Vakuumanlage eingedrungene Prüfgas innerhalb der Apparatur nachgewiesen werden. Eine andere Möglichkeit ist die Dichtheitsprüfung nach der Überdruckmethode vorzunehmen: Die zu prüfende Apparatur wird unter geringem Überdruck mit einem Prüfgas (Helium) gefüllt, so daß das Prüfgas durch die Leckstellen nach außen dringt und außerhalb der Apparatur nachgewiesen wird. Der Nachweis erfolgt mit Lecksuchsprays (Seifenschaum, 5.4.5) oder bei Prüfgas He oder H<sub>2</sub> mit Leckdetektor und Schnüffeleinrichtung (5.6.2).

## 5.4.2 Druckabfallprüfung

Hier gelten analoge Überlegungen wie bei der Druckanstiegs-Methode (5.4.1). Die Methode wird allerdings zur Dichtheitsprüfung von Vakuum-Anlagen nur selten angewendet. Ist dies trotzdem der Fall, so darf

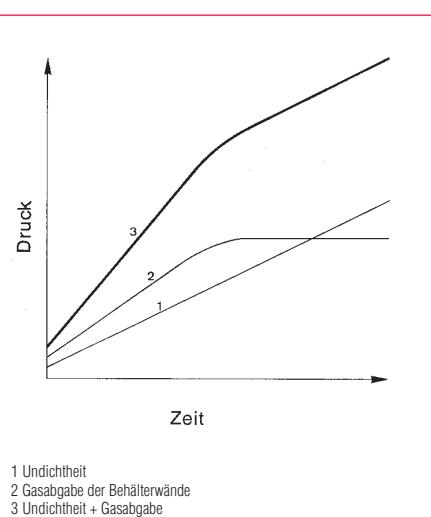


Abb. 5.5: Druckanstieg in einem Behälter nach Abschalten der Pumpe

der Überdruck 1 bar nicht überschreiten, da die in der Vakuumtechnik verwendeten Flanschverbindungen höhere Überdrücke im allgemeinen nicht zulassen. Die Überdruckmethode ist aber im Behälterbau eine allgemein geübte Leckprüftechnik. Bei größeren Behältern und den oft damit verbundenen langen Prüfzeiten für den Druckabfall muß unter Umständen mit Temperaturänderungen gerechnet werden. Als Folge davon kann etwa bei Abkühlung der Sättigungsdampfdruck des Wasserdampfes unterschritten werden, so daß Wasser kondensiert, was bei der Messung des Druckabfalles entsprechend berücksichtigt werden muß.

#### 5.4.3 Dichtheitsprüfung mit gasartabhängigen Vakuummetern

Die Gasartabhängigkeit der Druckanzeige von Vakuummetern (siehe Abschnitt 3.3) kann auch in gewissem Umfang zur Lecksuche herangezogen werden: So können vermutete Leckstellen beispielsweise mit Alkohol bepinselt oder besprührt werden. Durch ein Leck in die Apparatur einströmender Alkoholdampf, dessen Wärmeleitvermögen und Ionisierbarkeit sich von den Eigenschaften der Luft stark unterscheidet, wird die Druckanzeige mehr oder weniger verändern. Das Vorhandensein genauerer und einfacher zu bedienender Helium-Leckdetektoren hat allerdings die eben genannte Methode praktisch bedeutungslos gemacht.

#### 5.4.4 Blasen-Tauchprüfung (Bubble-Test)

Der Prüfling wird mit Überdruck in ein Flüssigkeitsbad getaucht. Aufsteigende Gasbläschen (bubbles) zeigen die Undichtheit an. Die Leckfindung ist stark von der Aufmerksamkeit der prüfenden Person abhängig und verleiht zur Erhöhung der »Empfindlichkeit« zur Anwendung immer höherer Überdrücke, wobei manchmal die hierfür geltenden Sicherheitsbestimmungen unbeobachtet bleiben. Die Methode ist bei geringen Leckraten sehr zeitraubend, wie die untenstehende Tabelle 5.3 zeigt. Sie bezieht sich auf die Dichtheitsprüfung von mit Kältemittel R12 betriebenen Kälteanlagen; bei diesen wird die Leckrate in Gramm

Verlust Freon F12 pro Jahr (g/a)	Zeit für Bildung einer Gasblase (s)	Äquivalente Leckrate (cm <sup>3</sup> [NTP]/s)	Suchzeit mit Helium-Leckdetektor (s)
280	13,3	$1,8 \cdot 10^{-3}$	einige Sekunden
84	40	$5,4 \cdot 10^{-4}$	einige Sekunden
28	145	$1,8 \cdot 10^{-4}$	einige Sekunden
14	290	$9,0 \cdot 10^{-5}$	einige Sekunden
2,8	24 min	$1,8 \cdot 10^{-5}$	einige Sekunden
0,28 *	6 h	$1,8 \cdot 10^{-6}$	einige Sekunden

\*) Diese Leckrate ist die Nachweisgrenze guter Halogen-Leckdetektoren ( $\approx 0,1$  g/a).

Tabelle 5.3  
Vergleich Blasenmethode (Tauchtechnik) – Helium-Leckdetektor

Kältemittelverlust pro Jahr angegeben (g/a). Als Prüfflüssigkeit nimmt man Wasser (eventuell erhitzt, mit oder ohne Netzmittel) oder Mineralöle. Ihre Oberflächenspannung sollte  $75$  dyn/cm ( $1$  dyn =  $10^{-5}$  N) nicht überschreiten.

#### 5.4.5 Blasen-Sprühprüfung

In vielen Fällen lassen sich Überdruck führende Behälter oder Gasleitungen (auch Gasversorgungsleitungen für Vakuumanlagen) besonders gut auf Dichtheit prüfen, indem sie mit einer Seifenlösung bepinselt oder angesprührt werden. Entsprechende Lecksuchs sprays sind im Handel erhältlich. Austretendes Gas bildet an den Leckstellen „Seifenblasen“. Auch hier ist das Erkennen kleiner Lecks zeitraubend und stark von der Aufmerksamkeit des Prüfers abhängig. Einen Sonderfall bilden die Wasserstoffgas-Kühlversorgungssysteme von Kraftwerksgeneratoren. Diese werden zwar manchmal noch auf diese Art geprüft, sie können aber besser und viel empfindlicher durch „Abschnüffeln“ des an Leckstellen austretenden Wasserstoffes mit einem auf H<sub>2</sub> justierten He-Leckdetektor durch „Abschnüffeln“ geprüft werden (siehe 5.6.2).

#### 5.4.6 Blasen-Vakuumboxprüfung

In Abwandlung der obigen Sprühtechnik, bei der das austretende Gas die Blasen verursacht, kann auf die zu untersuchende Oberfläche nach Besprühen mit Seifenlösung eine sogenannte Vakuumbox mit Dichtung (wie eine Taucherbrille) angebracht werden. Diese Box wird durch eine

Vakuumpumpe evakuiert. An Leckstellen wird nun von außen eindringende Luft innen in der Box Blasen verursachen, die durch das Glasfenster der Box beobachtet werden können. So können beispielsweise auch ebene Bleche auf Leckstellen überprüft werden. Vakuumboxen gibt es für verschiedene Anwendungen mit den unterschiedlichsten Oberflächenformen.

#### 5.4.7 Krypton 85 – Prüfung

In kleine, hermetisch gekapselte Teile deren Kapselung leck ist, kann Krypton 85, ein gasförmiges, radioaktives Isotop, zunächst mit äußerem Überdruck hineingespreßt werden. Nach einer genau bemessenen Verweilzeit unter Überdruck wird nach Abspülen des Teiles die Aktivität der »Gasbeladung« gemessen. Auf gleiche Art kann auch Helium als Prüfgas verwendet werden (siehe 5.6.4, Bombing-Test).

#### 5.4.8 Hochfrequenz-Vakuumprüfung

Zur Prüfung des Druckes in Glasapparaturen, aber auch zur Lokalisierung poröser Stellen in Kunststoff- oder Lacküberzügen auf Metallen, kann der sogenannte Hochfrequenz-Vakuumprüfer verwendet werden. Er besteht aus einem Handgerät mit bürstenförmiger HF-Elektrode und einem Netzgerät. Als grobe Kriterien für den in einer Glasapparatur herrschenden Druck können Form und Farbe der elektrischen Gasentladung dienen. Beim Vakuumprüfer – der im wesentlichen aus einem Tesla-Transformator (der einen hochgespannten, hochfrequenten Wechselstrom liefert) be-

Methode	Prüfgas	Kleinste nachweisbare Leckrate		Druckbereich	Quantitative Messung
		mbar $\ell/s$	g/a R 134 a		
Schaumbildende Flüssigkeiten	Luft und andere	$10^{-4}$	$7 \cdot 10^{-1}$	Überdruck	Nein
Ultraschall-Mikrofon	Luft und andere	$10^{-2}$	70	Überdruck	Nein
Wärmeleitfähigkeits-Lecksucher	Andere Gase außer Luft	$10^{-3} - 10^{-5}$	$10^{-1} - 7$	Überdruck und Vakuum	Nein
Halogen-Lecksuche	Halogenhaltige Substanzen	$10^{-6}$ ( $10^{-5}$ )	$7 \cdot 10^{-3}$ ( $10^{-1}$ )	Überdruck (Vakuum)	Mit Einschränkungen
Universal Schnüffel-Lecksuche	Kältemittel Helium und andere Gase	$10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-3}$	Überdruck	Ja
Helium-Lecksuche	Helium	$10^{-12}$ $10^{-7}$	$7 \cdot 10^{-9}$ $7 \cdot 10^{-4}$	Vakuum Überdruck	Ja
Blasenprüfung (Bubble Test)	Luft und andere Gase	$10^{-3}$	7	Überdruck	Nein
Wasserdruck-Prüfung	Wasser	$10^{-2}$	70	Überdruck	Nein
Druckabfall-Prüfung	Luft und andere Gase	$10^{-4}$	$7 \cdot 10^{-1}$	Überdruck	Ja
Druckanstiegs-Prüfung	Luft	$10^{-4}$	$7 \cdot 10^{-1}$	Vakuum	Ja

Tabelle 5.4  
Vergleich von Lecksuchmethoden

steht – wird durch Annäherung der Sprüh-elektrode an die Apparatur in dieser eine elektrodenlose Entladung erzeugt. Intensität und Farbe dieser Entladung hängen vom Druck und von der Gasart ab. Die Leuchterscheinung der Entladung läßt einen Schluß auf die Größenordnung des in der Apparatur herrschenden Druckes zu. Bei hohen und niederen Drücken verschwindet das Leuchten der Entladung.

Zur Lecksuche bei Glasapparaturen werden die leckverdächtigen Stellen mit der Elektrode des Hochfrequenz-Vakuumprüfers abgetastet. Bei Vorhandensein einer Undichtheit schlägt der Funke zu der Pore in der Glaswand hin, in der sich eine hell leuchtende Entladungsbahn zeigt. Kleine Poren können durch diese Funken vergrößert werden! Auch dünne Stellen im Glas, besonders an Verschmelzstellen und Übergangsstellen bei Zwischengläsern, können durch die Sprühentladung des Vakuumprüfers durchgeschlagen werden. Ursprünglich dichte Apparaturen werden auf diese Weise undicht! Der Hochfrequenz-Vakuumprüfer ist seiner Arbeitsweise entsprechend im Gegensatz zu den

eigentlichen Lecksuchgeräten nur beschränkt einsetzbar.

#### 5.4.9 Prüfung mit chemischen Reaktionen und Farbeindringprüfung

Gelegentlich können Leckstellen auch durch chemische Reaktionen, die eine Verfärbung zur Folge haben, oder durch Eindringen einer Farblösung in feine Zwischenräume lokalisiert bzw. nachgewiesen werden. Auf diese Weise wurde früher bei Lötstellen von Kälteaggregaten die Flammenfärbung von durch Lecks ausströmenden Halogen-Gas zur Lokalisierung von Lecks herangezogen.

Ein seltener anwendbares Beispiel für eine chemische Reaktion wäre die von austretendem Ammoniak mit Ozalidpapier (Licht-pauspapier) oder mit anderen entsprechend präparierten Stoffen, die außen um den Prüfling gewickelt wurden. Leckstellen erkennt man an der Verfärbung des Papiers.

Ein Beispiel für eine Farbeindringprüfung ist die Prüfung der Dichtheit von Gummi-

stöpseln oder -Kolben in Glasrohren, wie sie mitunter bei Materialeignungsprüfungen für Einwegspritzen oder Arzneimittelverpackungen angewendet wird. Bei der Beurteilung kleinster Lecks für Flüssigkeiten muß auch die Benetzbarkeit der Festkörperoberfläche und die Kapillarwirkung berücksichtigt werden; siehe auch Tabelle 5.1. Einige weiter verbreitete Lecksuchmethoden sind mit Prüfgas, Anwendungsbereich und ihren Besonderheiten in Tabelle 5.4 zusammengestellt.

### 5.5 Leckdetektoren (LD) und ihre Arbeitsweisen

Dichtheitsprüfungen werden heute überwiegend mit speziellen Lecksuchgeräten durchgeführt. Mit diesen können wesentlich geringere Leckraten festgestellt werden, als mit Methoden, die ohne besondere Geräte auskommen. Diese Methoden beruhen alle auf der Verwendung bestimmter Prüfgase. Der Unterschied der physikalischen Eigenschaften der Püfgase von den Gasen beim realen Einsatz bzw. in Umgebung der Prüfanordnung wird von den Lecksuchgeräten gemessen. Das kann z.B. die unterschiedliche Wärmeleitung von Prüfgas und umgebender Luft sein. Die heute verbreitetste Methode ist aber der Nachweis von Helium als Prüfgas.

Die Funktion der meisten Lecksuchgeräte basiert darauf, daß die Prüfung mit einem besonderen Prüfgas, also einem anderen Medium erfolgt, als das beim normalen Betrieb zum Einsatz kommende. Die Leck-Prüfung erfolgt beispielsweise mit Helium, das mit einem Massenspektrometer nachgewiesen wird, obwohl das zu prüfende Teil etwa ein Herzschrittmacher sein kann, dessen Innenteile bei normalem Betrieb vor dem Eindringen von Körperflüssigkeit geschützt werden müssen. Allein dieses Beispiel macht deutlich, daß die unterschiedlichen Fließeigenschaften von Prüf- und Arbeitsmedium berücksichtigt werden müssen.

#### 5.5.1 Halogen-Leckdetektoren (HLD 4000, D-Tek)

Gasförmige chemische Verbindungen, deren Moleküle Chlor und/oder Fluor enthalten, wie z. B. die Kältemittel R12, R22,

R134a beeinflussen die Emission von Alkali-Ionen aus einer heißen Platinoberfläche (Langmuir-Taylor-Effekt). Kommt demnach ein derartiges Gas mit einer auf etwa 800°C geheizten Platin-Anode in Berührung, so fließt ein positiver Ionenstrom zur gegenüberliegenden kalten Kathode (Halogen-Dioden-Prinzip). Er wird verstärkt und gemessen. Dieser Effekt ist so groß, daß Halogen-Partialdrücke von  $10^{-7}$  mbar noch nachgewiesen werden können.

Während früher solche Geräte zur Lecksuche nach der Vakuummethode verwendet wurden, werden heute wegen den FCKW-Problematik nur mehr Schnüffelgeräte gebaut. Die erreichbare Nachweisgrenze liegt für alle Geräte etwa bei  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar ·  $\text{Vs}$ . Nach dem Halogendiodenprinzip arbeitende Geräte können auch SF<sub>6</sub> nachweisen. Mit diesen Schüffelgeräten wird also nachgewiesen, ob aus einem Kälteaggregat durch Lecks Kältemittel oder aus einem Schalterkasten SF<sub>6</sub> (Funkenlöschgas) entweicht.

## 5.5.2 Leckdetektoren mit Massenspektrometern (MS)

Der massenspektrometrische Nachweis von Prüfgas ist bei weitem die empfindlichste und am weitesten verbreitetste in der Industrie angewendete Lecksuchmethode. Die hierfür entwickelten massenspektrometrischen Lecksuchgeräte ermöglichen die quantitative Messung von Leckraten in einem über viele Zehner-Potenzen gehenden Bereich (siehe Abschnitt 5.2), wobei die untere Grenze  $\approx 10^{-12}$  mbar ·  $\text{Vs}$  beträgt, und damit sogar den Nachweis der natürlichen Gasdurchlässigkeit (Permeation) von Feststoffen ermöglicht, wenn Helium als Prüfgas verwendet wird. Grundsätzlich können eigentlich alle Gase massenspektrometrisch nachgewiesen werden. Unter allen Möglichkeiten hat sich aber die Verwendung von Helium als Prüfgas als besonders praktisch erwiesen: Helium ist im Massenspektrometer eindeutig (!) nachweisbar, chemisch inert, nicht explosiv, nicht gesundheitsgefährlich, in der normalen Luft nur mit 5 ppm vorhanden und recht preiswert. In handelsüblichen massenspektrometrischen Heliumlecksuchgeräten werden zwei Arten von Massenspektometern verwendet:

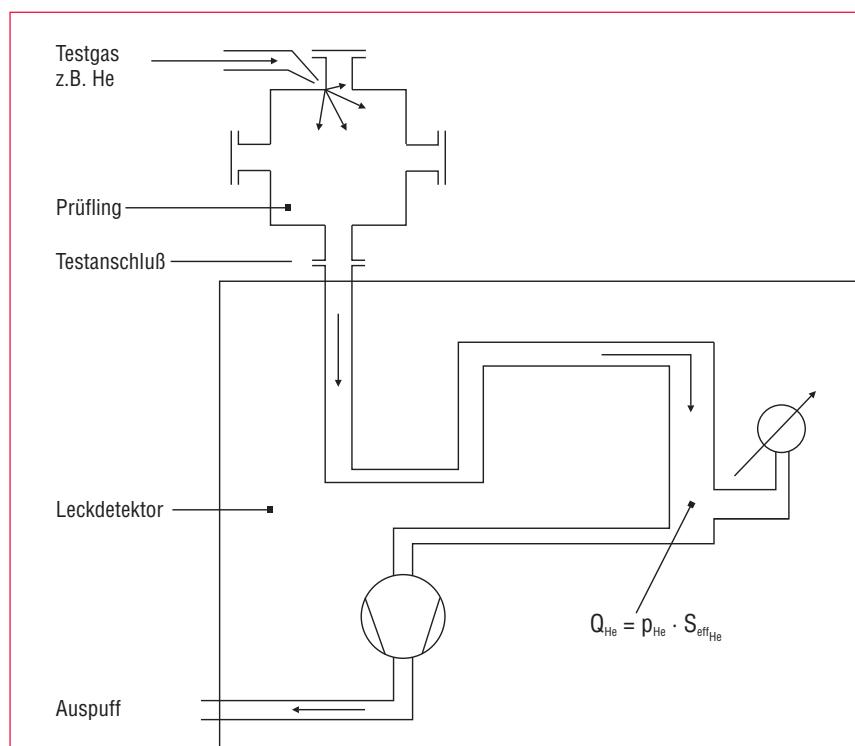


Abb. 5.6  
Grundsätzliche Funktion des Leckdetektors

- a) Das Quadrupol-Massenspektrometer, allerdings seltener, wegen des aufwendigeren Aufbaues (vor allem der elektrischen Versorgung des Sensors), oder
- b) Das 180°-Sektorfeld-Massenspektrometer, überwiegend wegen des relativ einfachen Aufbaues.

Unabhängig vom Funktionsprinzip bestehen alle Massenspektrometer aus drei physikalisch wichtigen Funktionsgruppen: Ionenquelle, Trennsystem und Ionenfänger. Der Weg von der Ionenquelle durch das Trennsystem zum Ionenfänger soll von den Ionen möglichst ohne Zusammenstöße mit Gasmolekülen zurückgelegt werden. Dieser Weg beträgt bei allen Spektrometertypen etwa 15 cm und erfordert daher eine mittlere freie Weglänge von mindestens 60 cm, was einem Druck von etwa  $1 \cdot 10^{-4}$  mbar entspricht d.h. ein Massenspektrometer arbeitet nur im Vakuum. Das Evakuieren des Spektrometers erfordert wegen des Mindestvakuums von  $1 \cdot 10^{-4}$  mbar ein Hochvakuumssystem. In modernen Leckdetektoren werden dafür Turbo-Molekularpumpen und geeignete Vorvakumpumpen eingesetzt. Zu den einzelnen Baugruppen gehören dann noch die nötigen elektrischen und elektronischen Versorgungssysteme und

eine Software, die über einen Mikroprozessor einen möglichst automatischen Bedienungsablauf mit allen Einstell- und Kalibrierroutinen sowie einer Meßwertanzeige erlaubt.

### 5.5.2.1 Die Funktionsweise eines Leckdetektors mit MS

Die Grundfunktion eines Leckdetektors und der Unterschied Leckdetektor – Massenspektrometer soll an Hand von Abb. 5.6 erläutert werden: Die Skizze zeigt die meistverbreitetste Anordnung einer Lecksuche nach der Helium-Sprühmethode (siehe 5.6.1) an einem Vakumbauteil. Wenn beim Spülen Helium durch ein Leck in das Bau teil eindringt, wird es durch das Innere des Leckdetektors bis zum Auspuff gepumpt, wo es den Detektor wieder verlässt. Dichtigkeit des Detektors vorausgesetzt, bleibt unabhängig von Querschnitt und Leitungsführung die pro Zeiteinheit durch jeden Rohrquerschnitt (an beliebiger Stelle) fließende Gasmenge konstant. Für den Eintritt in den Pumpstutzen der Vakumpumpe gilt:

$$Q = p \cdot S \quad (5.4)$$

Für alle anderen Stellen gilt unter Berücksichtigung der Leitungsverluste

$$Q = p \cdot S_{\text{eff}} \quad (5.4a)$$

Die Gleichung gilt für alle Gase, die durch die Rohrleitung gepumpt werden, also auch für Helium.

$$Q_{\text{He}} = p_{\text{He}} \cdot S_{\text{eff, He}} \quad (5.4b)$$

In diesem Fall ist die Gasmenge pro Zeiteinheit die gesuchte Leckrate, jedoch darf nicht der Totaldruck angewendet werden, sondern nur der Helium-Anteil oder Heliumpartialdruck. Dieses Signal liefert das auf die Masse 4 (Helium) eingestellte Massenspektrometer. Für jede Baureihe von Leckdetektoren ist der Wert von  $S_{\text{eff}}$  eine Konstante, so daß durch einen Mikroprozessor das aus dem Massenspektrometer kommende Signal noch mit einer konstanten Zahl zu multiplizieren ist und das Ergebnis unmittelbar als **Leckrate** zur **Anzeige** gelangt.

### 5.5.2.2 Nachweisgrenze, Untergrund, Gasspeicherung im Öl (Gasballast), gleitende Nullpunktunterdrückung

Die kleinste nachweisbare Leckrate ist durch den natürlichen Untergrund des nachzuweisenden Gases gegeben. Auch bei geschlossenem Prüfanschluß des Leckdetektors gelangt jedes Gas – entgegen der Pumprichtung – durch den Auspuff über die Pumpen (aber durch deren Kompression entsprechend gemindert) bis in das Spektrometer und wird dort nachgewiesen, wenn die elektronische Mittel ausreichen. Das entstehende Signal stellt die Nachweisgrenze dar. Das zum Evakuieren des Massenspektrometers benutzte Hochvakuumssystem besteht üblicherweise aus einer Turbo-Molekularpumpe und einer ölgedichtete Drehschieberpumpe. (Früher wurden an statt der Turbo-Molekularpumpen Diffusionspumpen verwendet.) Das Dichtungsöl in den Drehschieberpumpen hat, wie jede Flüssigkeit, die Eigenschaft Gase zu lösen, bis ein Gleichgewicht zwischen gelöstem Gas im Öl und Gas außerhalb des Öls erreicht wird. Bei warmgelaufenen Pumpen entspricht dieser Gleichgewichtszustand der Nachweisgrenze des Leckdetektors. Das im Öl gespeicherte Helium beeinflußt also die Nachweisgrenze des Leckdetektors. Prüfgas kann aber nicht nur durch den Prüfanschluß in den Leckdetektor gelangen: Durch unsachgemäße Installation oder unge-

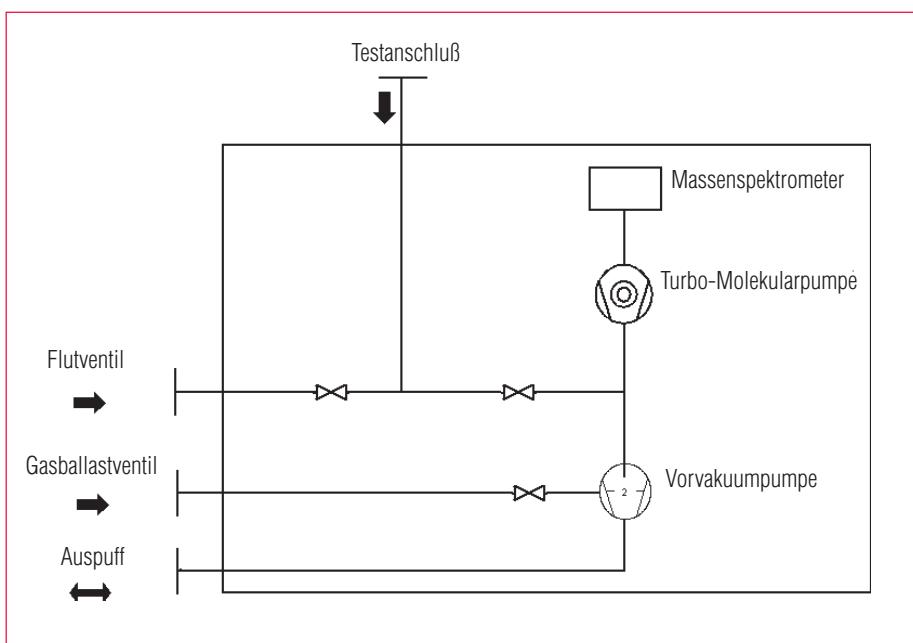


Abb. 5.7  
Richtige Installation des Leckdetektors

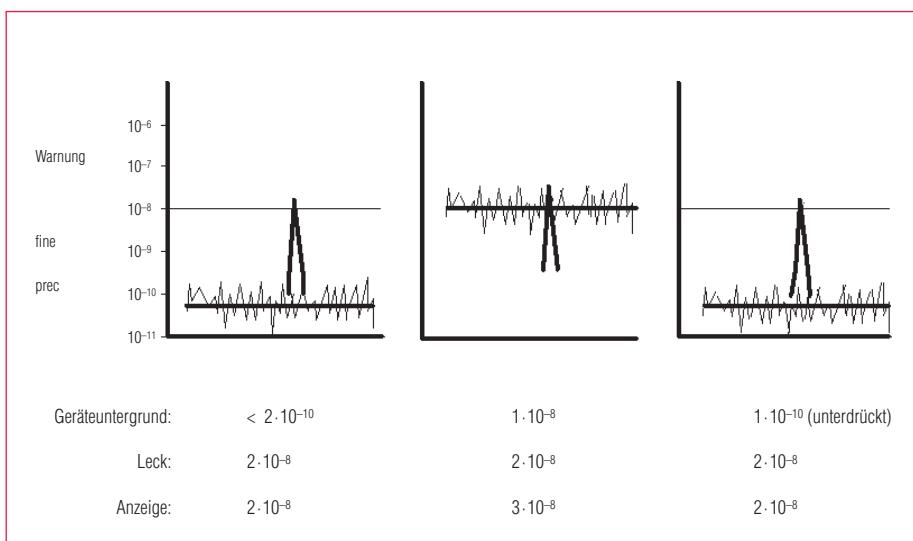


Abb. 5.8  
Beispiel für Nullpunktunterdrückung

schickte Handhabung des Prüfgases kann Prüfgas durch den Auspuff, das Belüftungs- oder das Gasballastventil in das Innere des Detektors gelangen, dort den Heliumpegel im Öl und in Elastomerdichtungen erhöhen und dadurch im Massenspektrometer ein Untergrundsignal hervorrufen, das deutlich über der Nachweisgrenze liegt. Bei richtiger Installation des Gerätes (siehe Abb. 5.7), sind Gasballastventil und Belüftungsventil mit Frischluft verbunden und die Auspuffleitungen (Ölfilter!) soll zumindest aus dem Raum, wo die Lecksuche stattfindet, herausgeführt sein.

Ein erhöhter Prüfgas- (Helium-) Untergrund kann durch Öffnen des Gasballast-

ventiles und Einleiten von prüfgasfreiem Gas (heliumfreiem Gas, Frischluft) wieder abgesenkt werden. Das gelöste Helium wird gewissermaßen herausgespült. Da die Wirkung immer nur den augenblicklich in der Pumpenkörper befindlichen Teil des Öles betrifft, muß der Spülvorgang so lange fortgesetzt werden, bis alles Öl aus dem Ölkanister der Pumpe mehrmals umgewälzt wurde. Diese Zeitspanne beträgt etwa 20 – 30 Minuten.

Um dem Benutzer das laufende Beobachten des Untergrundes abzunehmen und die Bedienung der Geräte zu vereinfachen, wurde in die Bedienungsautomatik aller Leybold -Leckdetektoren (Abschnitt 5.5.2.5)

die sogenannte **gleitende Nullpunktunterdrückung** integriert. Dabei wird der nach dem Schließen des Einlaßventiles gemessene Untergrund gespeichert und nach dem Wiederöffnen des Ventils automatisch von der kommenden Messung abgezogen. Erst bei einer relativ hohen Schwelle erscheint auf der Anzeigetafel (Display) eine Warnung vor dem zu großen Untergrund. Abb. 5.8 soll den Vorgang bei der Nullpunktunterdrückung veranschaulichen. Bild links: Das Signal ist deutlich größer, als der Untergrund; Bild mitte: Der Untergrund ist sehr stark angestiegen, das Signal ist kaum zu erkennen; Bild rechts: Der Untergrund wurde elektrisch unterdrückt, das Signal ist wieder deutlich zu erkennen.

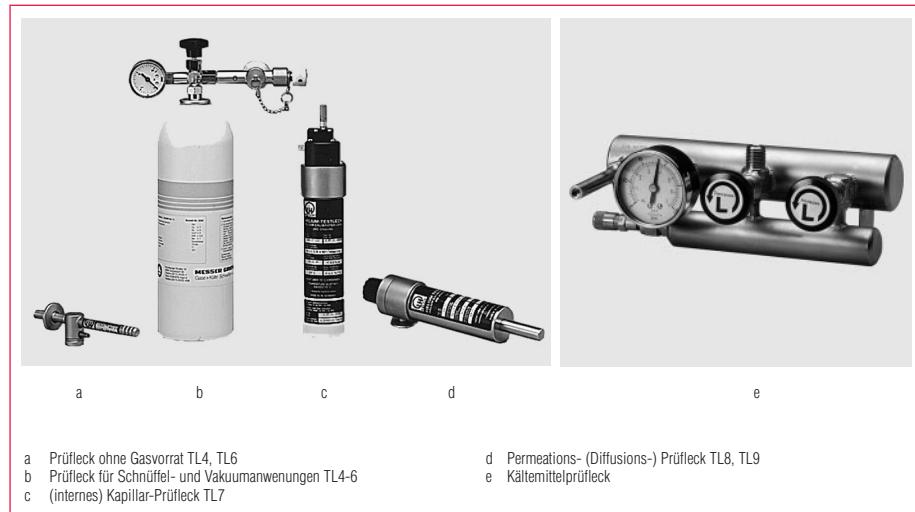
Unabhängig von dieser gleitenden Nullpunktunterdrückung bieten alle Leckdetektoren die Möglichkeit der manuellen Nullpunktverschiebung. Dabei wird die augenblickliche Anzeige des Leckdetektors »auf Null gesetzt«, so daß nur ein Anwachsen der Leckrate ab diesem Zeitpunkt angezeigt wird. Das dient nur der leichteren Beurteilung einer Anzeige, kann aber ihre Genauigkeit natürlich nicht beeinflussen.

Moderne Leckdetektoren haben immer öfter ölfreie Vakuumsysteme, sogenannte »trockene Leckdetektoren« (UL 200 dry, UL 500 dry). Dort tritt das Problem der Gaspeicherung im Öl zwar nicht auf, dennoch werden ähnliche Spültechniken eingesetzt.

### 5.5.2.3 Kalibrieren von Leckdetektoren, Prüflecks

Unter Kalibrierung eines Leckdetektors versteht man das Abgleichen der Anzeige eines Leckdetektors bei Anschluß eines Prüflecks (früher Testlecks) mit dessen Wert laut »Etikett« oder Kalibrierschein. Voraussetzung dafür ist die korrekte Einstellung der Ionenbahnen im Spektrometer, die Justierung (engl. tuning). Oft wird nicht so genau unterschieden und beide Vorgänge zusammen Kalibrierung genannt.

Beim eigentlichen Kalibrieren wird die Gerade, die den zahlenmäßig richtigen, linearen Zusammenhang zwischen Gasdurchfluß pro Zeiteinheit und Leckrate darstellt durch zwei Punkte bestimmt: den Nullpunkt (keine Anzeige ohne Emission) und den mit Prüfleck angezeigten Wert (richtige Anzeige bei bekanntem Leck).



a Prüfleck ohne Gasvorrat TL4, TL6

b Prüfleck für Schnüffel- und Vakumanwendungen TL4-6  
c (internes) Kapillar-Prüfleck TL7

d Permeations- (Diffusions-) Prüfleck TL8, TL9

e Kältemittelprüfleck

Abb. 5.9  
Beispiele für den Aufbau von Prüflecks

Bei Vakumbetrieb (Sprühtechnik, siehe 5.6.1) hat man zwischen zwei Arten von Kalibrierungen zu unterscheiden: Mit internem oder mit externem Prüfleck. Mit einem in den Leckdetektor eingebauten Prüfleck kann nur das Gerät selbst kalibriert werden, während mit einem externen Prüfleck das Gerät selbst, aber auch eine komplette Anordnung, beispielsweise eine Teilstromanordnung, mit einbezogen werden kann. Interne Prüflecks sind fest eingebaut und können nicht verloren gehen. Alle von Leybold zur Zeit vertriebenen Leckdetektoren sind mit einer automatischen Kalibrierroutine ausgestattet.

Schnüffelgeräte oder -anordnungen müssen in der Regel mit besonderen externen Prüflecks kalibriert werden, bei denen sichergestellt ist, daß einerseits das gesamte aus dem Prüfleck stammende Prüfgas in die Schnüffelspitze gelangt und andererseits der Gasdurchfluß der Schnüffeleinrichtung durch das Kalibrieren nicht behindert wird. Bei Messungen mit der Schnüffeltechnik (siehe 5.6.2) muß auch der Abstand der Schnüffelspitze von der Prüflingsoberfläche und die Abtastgeschwindigkeit berücksichtigt bzw. »mit kalibriert« werden. Im Sonderfall von Konzentrationsmessungen mit Helium kann eine Kalibrierung mit dem weltweit konstanten Heliumgehalt der Luft (5 ppm) erfolgen.

**Prüfleck** (alte Bezeichnung: Testleck) bestehen normalerweise aus einem Gasvorrat, einer Drosselstelle mit definiertem

Leitwert und einem Ventil. Der Aufbau richtet sich nach der angestrebten Leckrate. Abb. 5.9 zeigt verschiedene Prüflecks. Als Drosselstelle sind bei Leckraten  $10^{-10} < Q_L < 10^{-7}$  Permeationsstrecken üblich, zwischen  $10^{-8}$  und  $10^{-4}$  Kapillaren und für sehr große Leckraten im Bereich von 10 bis 1000 mbar·s nur mehr Rohrstücke oder Blenden mit genau definiertem Leitwert (Abmessungen).

Eine Sonderstellung nehmen Prüflecks mit Kältemittelfüllung ein, weil die Kältemittel bei Raumtemperatur flüssig sind. Solche Prüflecks haben einen Vorratsraum für Flüssigkeit von dem aus über ein Absperrventil der nur mit dem Dampf (Sättigungsdampfdruck) des Kältemittels gefüllte Raum vor dem Kapillarleck erreicht werden kann. Ein schwer lösbares technologisches Problem dieser Lecks stellt die Tatsache dar, daß alle Kältemittel auch sehr gute Lösungsmittel für Fette und Öle und daher vielfach stark verunreinigt sind, so daß es schwierig ist, die Prüflecks mit reinem Kältemittel zu füllen. Maßgebend ist dabei nicht nur die chemische Zusammensetzung, sondern vor allem gelöste Partikel, welche die feinen Kapillaren immer wieder verstopfen.

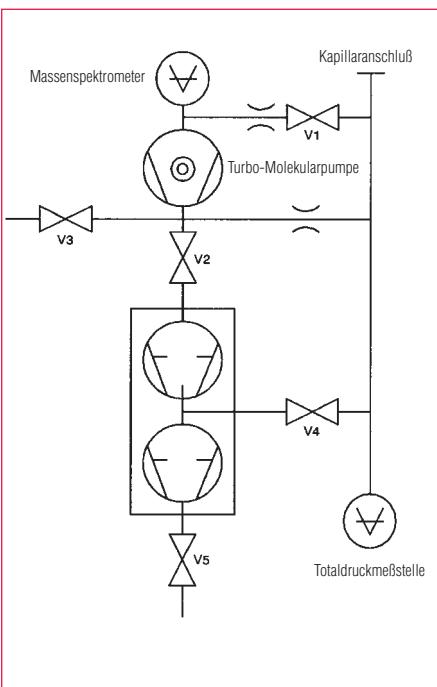


Abb. 5.10  
Vakuumschema des ECOTEC 500

#### 5.5.2.4 Leckdetektoren mit Quadrupol-MS (ECOTEC 500)

Leckdetektoren mit Quadrupol-Massenpektrometer werden von LEYBOLD für die Erfassung von höheren Massen als Helium gebaut. Von Sonderfällen abgesehen handelt es sich dabei um Kältemittel. Diese Geräte dienen also zur Prüfung der Dichtigkeit von Kälteaggregaten, insbesondere solche von Kühlgeräten und Klimageräten.

Abb. 4.2 zeigt das Funktionsschema eines Quadrupol-Massenpektrometers. Von den vier Stäben des Trennsystems haben je zwei gegenüberliegende gleches Potential und regen die in der Mitte durchfliegenden Ionen zu Transversalschwingungen an. Nur wenn die Amplitude dieser Schwingungen kleiner als der Stababstand bleibt, kann das entsprechende Ion das Stabsystem passieren und letztlich den Ionenfänger erreichen, wo es entladen und dadurch gezählt wird. Der dadurch in der Leitung entstehende Elektronenstrom bildet das eigentliche Meßsignal. Die anderen Ionen treffen auf einen der Stäbe und werden dort entladen.

Abb. 5.10 zeigt das Vakuumschema eines ECOTEC 500. Man erkennt das zweifache Gaseinlaßsystem: den (Hauptstrom)-Einlaß für Kältemittel über V1 und den (Ge-

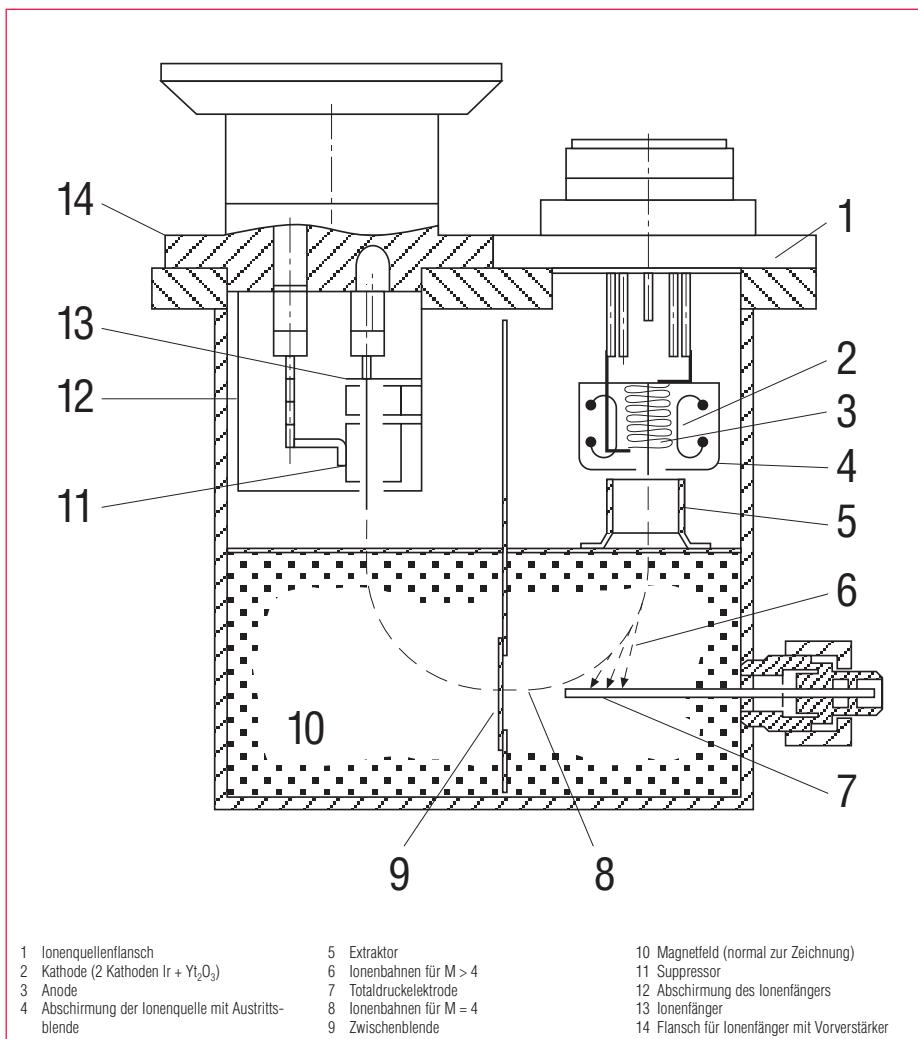


Abb. 5.11  
Aufbau des 180°-Sektorfeld-Massenpektrometers

genstrom)-Einlaß für Helium unterhalb der Turbo-Molekularpumpe oberhalb von V2, da bei hohen Massen das Gegenstromprinzip nicht angewendet werden kann. Auf diese Weise kann mit dem Gerät sowohl nach Kältemitteln als auch nach Helium geschnüffelt werden. Eine weitere Besonderheit ist die doppelte Nutzung der zweistufigen Drehschieberpumpe D1,6: als Vorpunktpumpe des Vakuumsystems für das Quadrupol-MS und zusätzlich nur die erste Stufe dieser Pumpe zur Förderung des Schnüffelgasstromes. Das Gerät läßt sich einfach an der Bedieneinheit von Helium auf verschiedene Kältemittel umschalten, die zum Teil frei wählbar sind. Natürlich muß das Gerät für jede dieser Masse extra kalibriert werden. Die eingestellten Werte bleiben jedoch erhalten, so daß nach erfolgter Kalibrierung für alle Gase (für jedes Gas ist ein eigenes Prüfleck erforderlich!) unmittelbar von einem Gas auf ein anderes umgeschaltet werden kann.

#### 5.5.2.5 Helium-Leckdetektoren mit 180°-Sektorfeld-MS (UL 100 Plus, UL 200, UL 400, UL 500)

Diese Geräte sind die bei weitem empfindlichsten und auch sichersten Lecksuchgeräte. Unter »sicher« wird hier verstanden, daß es keine Methode gibt, mit der man mit größerer Sicherheit und besserer Stabilität Undichtigkeiten finden und quantitativ messen kann. Aus diesem Grunde sind diese Helium-Leckdetektoren, selbst wenn der Anschaffungspreis relativ hoch ist, oft wesentlich wirtschaftlicher, weil für den eigentlichen Lecksuchvorgang erheblich weniger Zeit gebraucht wird.

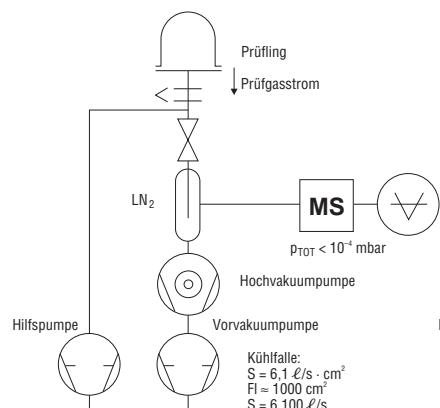
Ein Helium-Leckdetektor besteht grundsätzlich aus zwei Baugruppen bei tragbaren Geräten und meist drei Baugruppen bei Standgeräten, und zwar aus

1. dem Massenspektrometer
2. dem Hochvakuumpumpsystem, und

### 3. bei Standgeräten dem Hilfs-Vorpumpensystem.

Das Massenspektrometer (siehe Abb. 5.11) besteht aus der Ionenquelle (1–4) und dem Ablenksystem (5–9). Der Ionenstrahl wird über die Blende (5) ausgeblendet und tritt mit einer bestimmten Energie in das Magnetfeld (8) ein. In dem Magnetfeld bewegen sich die Ionen auf kreisbogenförmigen Bahnen, wobei der Radius für kleine Massen kleiner ist, als der für große. Durch die richtige Einstellung der Beschleunigungsspannung beim **Justieren** erreicht man, daß die Ionen einen Kreisbogen mit definiertem Krümmungsradius beschreiben. Für Masse 4 (Helium), passieren sie die Blende (9) und gelangen somit zum Ionenfänger (13). In manchen Geräten wird der Entladungsstrom für die auf die Totaldruckelektrode treffenden Ionen gemessen und als Totaldrucksignal ausgewertet. Ionen mit zu kleiner oder zu großer Masse dürfen den Ionenfänger (13) gar nicht erreichen aber einem geringen Teil dieser Ionen ist das trotzdem möglich, entweder weil sie durch Stöße an neutralen Gasteilchen abgelenkt wurden oder weil ihre Anfangsenergie zu weit von der Sollenergie abweicht. Diese Ionen werden durch den Suppressor (11) aussortiert, so daß zum Ionenfänger (13) nur Ionen der Masse 4 (Helium) gelangen können. Die Elektronenergie der Ionenquelle beträgt 80 eV. Sie ist damit so niedrig, daß höher ionisierte Teilchen mit der spezifischen Masse 4, wie z. B. mehrfach ionisierter Kohlenstoff oder vierfach ionisierter Sauerstoff, nicht entstehen können. Die Ionenquellen der Massenspektrometer sind einfach, robust und leicht auswechselbar. Sie werden während der Betriebes ständig geheizt und sind deshalb verschmutzungsempfindlich. Die zwei umschaltbaren Iridium-Kathoden sind mit Yttriumoxid beschichtet und haben eine hohe Lebensdauer. Diese Kathoden sind gegen Lufteinbruch weitgehend unempfindlich, d. h. sie brennen zufolge einer sehr schnell wirkenden Schutzabschaltung auch bei einem Lufteinbruch nicht durch. Wohl aber tritt bei Glühkathoden, wie bei allen ausgeglühten Metallen, mit wachsender Brenndauer auch eine zunehmende Versprödung auf, die bei Erschütterungen zum Zersplittern der Kathode führen kann (Sprödbruch).

### Lösung 1: Hauptstrom-Leckdetektor



### Lösung 2: Gegenstrom-Leckdetektor

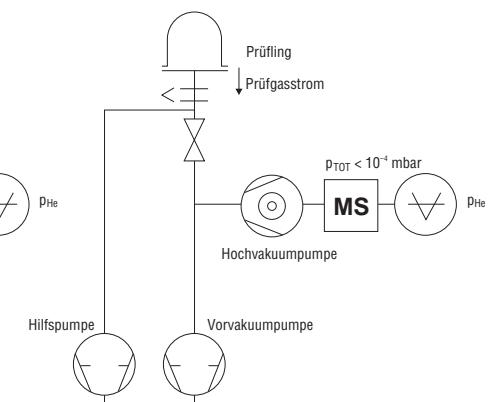


Abb. 5.12  
Hauptstrom- und Gegenstrom-Leckdetektor

Je nach der Art, wie das zu untersuchende Gas vom Prüfling dem Massenspektrometer zugeführt wird, unterscheidet man zwei Bauarten von Helium-Leckdetektoren:

#### 5.5.2.6 Hauptstrom- und Gegenstrom-Leckdetektor

Abb. 5.12 zeigt die Vakumschemata der beiden Leckdetektortypen. In beiden Fällen wird das Massenspektrometer von dem Hochvakuumpumpsystem bestehend aus Turbo-Molekularpumpe und Drehzscheiberpumpe evakuiert. Links das Schema eines **Haupstrom-Leckdetektors**: Die Zuführung des zu untersuchenden Gases zum Spektrometer erfolgt über eine Kühlfalle. Sie stellt eigentlich eine Kryopumpe dar, in der alle Dämpfe und andere Verunreinigungen kondensieren. (Früher war die Kühlfalle auch ein wirksamer Schutz gegen die Öldämpfe der damals verwendeten Diffusionspumpen). Das Hilfs-Vorpumpensystem dient zum Vorevakuieren der zu prüfenden Teile bzw. der Verbindungsleitung zwischen Leckdetektor und der zu prüfenden Anlage. Nach Erreichen des relativ niedrigen Einlaßdruckes (Pumpzeit!) wird für die Messung das Ventil zwischen Hilfspumpensystem und Kühlfalle geöffnet. Das in die Gleichung 5.4b eingehende  $S_{\text{eff}}$  ist das Saugvermögen der Turbo-Molekularpumpe am Ort der Ionenquelle:

$$Q_{\text{He}} = p_{\text{He}} \cdot S_{\text{eff}, \text{Turbo-Molekularpumpe-Ionenquelle}} \quad (5.5a)$$

Bei Haupstrom-Leckdetektoren kann eine Erhöhung der Empfindlichkeit durch Reduzierung des Saugvermögens beispielsweise durch Einbau einer Drosselstelle zwischen Turbo-Molekularpumpe und Kühlfalle erzielt werden. Davon wird zur Erzielung höchster Empfindlichkeit auch Gebrauch gemacht. Dazu als Beispiel:

Der kleinste nachweisbare Heliumpartialdruck betrage  $p_{\min, \text{He}} = 1 \cdot 10^{-12} \text{ mbar}$ . Das Saugvermögen für Helium betrage  $S_{\text{He}} = 10 \text{ l/s}$ . Dann ist die kleinste nachweisbare Leckrate  $Q_{\min} = 1 \cdot 10^{-12} \text{ mbar} \cdot 10 \text{ l/s} = 1 \cdot 10^{-11} \text{ mbar} \cdot \text{l/s}$ . Reduziert man nun das Saugvermögen auf 1/s, so erreicht man eine kleinste nachweisbare Leckrate von  $1 \cdot 10^{-12} \text{ mbar} \cdot \text{l/s}$ . Man muß aber bedenken, daß mit Erhöhung der Empfindlichkeit automatisch die Zeitkonstante für die Einstellung eines konstanten Prüfgasdrucks im Prüfling entsprechend größer wird (siehe 5.5.2.9).

Der rechte Teil der Abb. 5.12 zeigt das Schema des **Gegenstrom-Leckdetektors**: Massenspektrometer und Hochvakuumsystem und auch das Hilfs-Vorpumpensystem entsprechen genau der Hauptstroomanordnung, einzig die Zuführung des zu untersuchenden Gases geschieht an anderer Stelle, nämlich zwischen Vorvakuumpumpe und Turbo-Molekularpumpe. Helium, das nach Öffnen des Ventiles an diese Zweigungsstelle gelangt, führt zu einer Erhöhung des He-Druckes in der Turbo-Molekularpumpe und im Massenspektrometer. Das in die Gleichung 5.4b eingehende

Saugvermögen  $S_{\text{eff}}$  ist das Saugvermögen der Drehschieberpumpe am Ort der Verzweigung. Der dort herrschende He-Partialdruck wird, vermindert um den Kompressions-Faktor der Turbo-Molekularpumpe für Helium, im MS gemessen. Die Turbo-Molekularpumpe in Gegenstromleckdetektoren ist drehzahlgeregelt, so daß auch die Kompression der Pumpe konstant bleibt. Aus Gleichung (5.5a) wird (5.5b):

$$Q_{\text{He}} = p_{\text{He}} \cdot S_{\text{eff}} \cdot K \quad (5.5b)$$

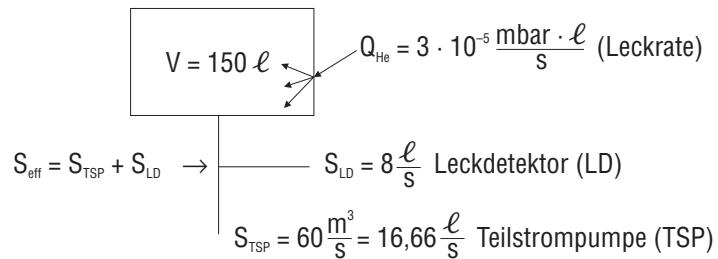
$S_{\text{eff}}$  = effektives Saugvermögen der Drehschieberpumpe am Verzweigungspunkt  
 $K$  = Kompression der Turbo-Molekularpumpe für Helium

Für die Vakuumautomatik der Gegenstromleckdetektoren ist es ein besonderer Vorteil, daß es einen eindeutig meßbaren Druck, nämlich den Vorvakuumdruck der Turbo-Molekularpumpe gibt, bei dem das Ventil geöffnet werden kann. Da die Turbo-Molekularpumpe für schwere Massen ein sehr großes Kompressionsvermögen (großes Saugvermögen) hat, können im Gegensatz zum leichten Prüfgas Helium ( $M = 4$ ), schwere Moleküle des MS praktisch nicht erreichen. Die Turbo-Molekularpumpe ist so ein optimaler Schutz für das MS und macht eine  $\text{LN}_2$ -Kühlfalle überflüssig, was wohl der größte Vorteil für den Benutzer ist. Historisch sind Gegenstromleckdetektoren erst später entwickelt worden. Das hängt auch mit der über lange Zeit nicht ausreichenden Stabilität des Saugvermögens der verwendeten Drehschieberpumpen zusammen. Standgeräte beider LD-Typen haben eine eingebaute Hilfspumpe; bei tragbaren LD muß sie aus Gewichtsgründen nötigenfalls außen dazugestellt werden.

### 5.5.2.7 Teilstrombetrieb

Wenn die Größe des Rezipienten oder des Lecks es unmöglich machen oder zu lange Zeit erfordern, um den Prüfling auf den nötigen Einlaßdruck zu evakuieren, müssen zusätzliche Pumpen zu Hilfe genommen werden. Der He-Leckdetektor wird dann im sogenannten Teilstromverfahren betrieben. Das bedeutet, daß meist der größere Teil des aus dem Behälter abgepumpten Gases durch ein zusätzliches, geeignet dimensioniertes Pumpensystem abgepumpt wird, so daß nur mehr der kleinere Rest des Gasstromes in den He-Leckdetektor gelangt (siehe Abb. 5.13). Die Aufteilung des Gasstromes erfolgt nach den am Verzwei-

### Teilstromprinzip (Beispiel)



A) Signalhöhe:

Aufteilung des Gasdurchflusses (auch des Testgases!) entsprechend der effektivem Saugvermögen am Teilstrom-Verzweigungspunkt

$$\text{Gesamt-Saugvermögen: } S_{\text{eff}} = S_{\text{LD}} + S_{\text{TSP}} = 8 + 16,66 = 24,66 \frac{\ell}{\text{s}}$$

$\gamma \dots \text{Teilstromverhältnis}$

$$\text{Signal zum Leckdetektor: } 3 \cdot 10^{-5} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}} \cdot \underbrace{\frac{8 \frac{\ell}{\text{s}}}{(8 + 16,66) \frac{\ell}{\text{s}}}}_{\gamma} = 9,73 \cdot 10^{-6} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$$

$$\text{Signal zur Teilstrompumpe: } 3 \cdot 10^{-5} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}} \cdot \underbrace{\frac{16,66 \frac{\ell}{\text{s}}}{(8 + 16,66) \frac{\ell}{\text{s}}}}_{\gamma} = 2,02 \cdot 10^{-5} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$$

$$\text{Kontrolle: Gesamt-Signal } Q_{\text{He}} = Q_{\text{LD}} + Q_{\text{TSP}} = 3,00 \cdot 10^{-5} \frac{\text{mbar} \cdot \ell}{\text{s}}$$

Teilstromverhältnis = Bruchteil des Gesamtstromes zum Leckdetektor

$$\gamma = \frac{Q_{\text{LD}}}{Q_{\text{He}}} = \frac{Q_{\text{LD}}}{Q_{\text{LD}} + Q_{\text{TSP}}} = \frac{1}{1 + \frac{Q_{\text{TSP}}}{Q_{\text{LD}}}} \quad \left. \begin{array}{l} Q_{\text{LD}} = \gamma \cdot Q_{\text{He}} \\ | \qquad \qquad | \\ \text{Anzeige} \qquad \text{Leckrate} \end{array} \right\}$$

$$\text{oder } \gamma = \frac{S_{\text{LD}}}{S_{\text{LD}} + S_{\text{TSP}}} = \frac{1}{1 + \frac{S_{\text{TSP}}}{S_{\text{LD}}}}$$

$$\text{B) Ansprechzeit: } t_{95\%} = 3 \cdot \frac{V}{S_{\text{eff}}} = 3 \cdot \frac{150 \ell}{24,66 \frac{\ell}{\text{s}}} = 18,25 \text{ s}$$

Abschätzung: Werte für  $S$ ,  $V$  und  $\gamma$  unsicher → genau: kalibrieren mit Testleck

Abb. 5.13  
Teilstromprinzip

gungspunkt herrschenden Saugvermögen. Es gilt dann:

$$Q_{\text{Rezipient}} = \gamma \cdot \text{Anzeige}_{\text{Leckdetektor}} \quad (5.6)$$

wobei  $\gamma$  als Teilstromverhältnis bezeichnet wird, also jener Bruchteil des Gesamtleckstromes, der im Detektor zur Anzeige kommt. Bei unbekanntem Teilstromverhältnis wird  $\gamma$  durch ein Prüfleck bestimmt, das am Rezipienten angebracht wird:

$$\gamma = \frac{\text{Anzeige des LD}}{Q_{\text{L}} \text{ des Prüfleckes}} \quad (5.7)$$

### 5.5.2.8 Anschluß an Vakuumanlagen

Der Anschluß eines Helium-Leckdetektors an Vakumanlagen mit mehrstufigen Va-

kuumpumpssätzen erfolgt meist im Teilstromverfahren. Bei der Überlegung, wo der Anschluß am besten erfolgt, ist der Tat-sache Rechnung zu tragen, daß es sich meist um kleine, tragbare Geräte handelt, die daher auch nur über ein kleines Saugvermögen am Anschlußflansch verfügen (häufig weniger als 1  $\text{m}^3/\text{s}$ ). Um so wichtiger ist es, aus dem zu erwartenden Teilstromverhältnis z.B. gegenüber einer Diffusionspumpe mit einem Saugvermögen mit 12000  $\text{m}^3/\text{s}$  abzuschätzen, welche Leckraten überhaupt noch nachgewiesen werden können. Am sichersten kann der Anschluß des Leckdetektors zwischen Drehschieber- und Wälzkolbenpumpe oder zwischen Wälzkolben- und Hochvakuum-pumpe erfolgen. Falls der Druck dort größer als der zulässige Einlaßdruck des

Leckdetektors ist, muß der Leckdetektor über ein Dosierventil angeschlossen werden. Naturgemäß ist man aber an das Vorhandensein eines geeigneten Anschlußflansches gebunden. Darüber hinaus ist zu empfehlen, an dieser Stelle von vornherein ein Ventil anzubringen, so daß im Bedarfsfall der Leckdetektor (bei laufender Anlage) rasch angekoppelt und nach Öffnen des Ventils direkt mit der Lecksuche begonnen werden kann. Um ein irrtümliches Öffnen dieses Ventiles zu vermeiden, sollte es bei normalem Betrieb der Vakumanlage mit einem Blindflansch verschlossen sein.

Eine zweite Methode der Ankopplung an größere Anlagen, die beispielsweise bei der Turbinenentlüftung von Kraftwerksblocks erfolgreich eingesetzt wird, ist die Ankopplung am Auspuff. In den atmosphärenseitigen Auspuff der Anlage wird ein Schnüffelgerät eingebbracht. Man erschnüffelt dann sozusagen die Zunahme der Konzentration von Helium im Auspuff. Ohne dichte Ankopplung an den Auspuff ist die Nachweisgrenze dieser Anwendung auf 5 ppm, den natürlichen Heliumgehalt der Luft, begrenzt. In Kraftwerken ist es ausreichend, die Schnüffelspitze etwa unter 45° schräg von oben in die üblicherweise senkrecht nach oben führende Auspuffleitung der (Wasserring-) Pumpe zu halten.

### 5.5.2.9 Zeitkonstante

Die Zeitkonstante eines Vakuumsystems ist gegeben durch

$$\tau = \frac{V}{S_{\text{eff}}} \quad (5.8)$$

$\tau$  ... Zeitkonstante

$V$  ... Volumen des Behälters,

$S_{\text{eff}}$  ... effektiv am Behälter wirkendes Saugvermögen

Abb. 5.14 zeigt den Signalverlauf nach Ansprühen eines Lecks in einem Prüfling der mit einem Leckdetektor verbunden ist für drei verschiedene Anordnungen:

1. Mitte: Der Prüfling mit Volumen  $V$  ist direkt mit dem Leckdetektor LD (effektives Saugvermögen  $S$ ) verbunden.
2. Links: Zusätzlich zu 1 ist eine Teilstrompumpe mit gleichem effektiven Saugvermögen  $S' = S$  an den Prüfling angeschlossen.
3. Rechts: Wie 1, jedoch wird  $S$  auf  $0,5 \cdot S$  gedrosselt.

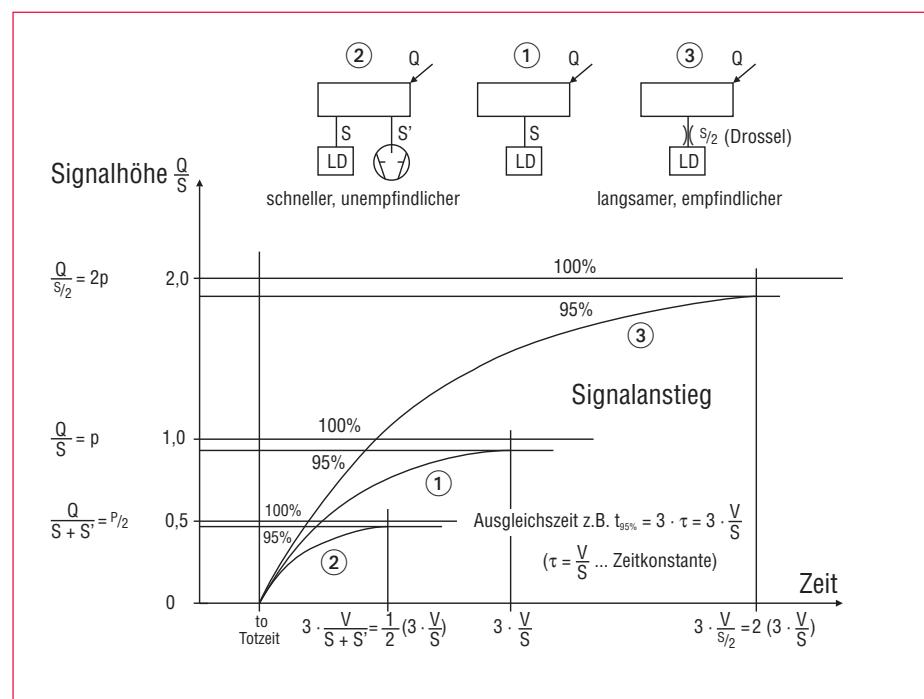


Abb. 5.14  
Signalverhalten und Saugvermögen

Die drei entsprechenden Kurven sind darunter dargestellt.

1: Nach einer »Totzeit« bis zu einem erkennbaren Signal wächst das dem He-Partialdruck proportionale Signal bis zur vollen Größe  $p_{\text{He}} = Q/S_{\text{eff}}$  nach der Gleichung 5.9

$$p_{\text{He}} = \frac{Q}{S_{\text{eff}}} \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right) \quad (5.9)$$

Das Signal erreicht nach

$$\begin{array}{ll} t = 1 \tau \dots 63,3 \% & t = 2 \tau \dots 86,5 \% \\ t = 3 \tau \dots 95,0 \% & t = 4 \tau \dots 98,2 \% \\ t = 5 \tau \dots 99,3 \% & t = 6 \tau \dots 99,8 \% \end{array}$$

seines Endwertes. Üblicherweise wird die Zeitspanne für Erreichen von 95 % des Endwertes als **Ansprachzeit** bezeichnet.

2: Durch die Installation der Teilstrompumpe wird sowohl die Zeitkonstante, als auch die Signalhöhe um den Faktor 2 verkleinert; also schnellerer Anstieg, aber auch nur halb so großes Signal. Eine kleine Zeitkonstante bedeutet schnelle Änderung und damit schnelle Anzeige und damit wiederum kurze Lecksuchzeit.

3: Die Drosselung des Saugvermögens auf  $0,5 \cdot S$  hingegen, vergrößert sowohl Zeitkonstante, als auch Signalhöhe um den Faktor 2. Ein großes  $\tau$  vergrößert also den zeitlichen Aufwand entsprechend. Eine große Empfindlichkeit, erzeugt durch eine

Reduzierung des Saugvermögens ist immer gleichbedeutend mit einem größeren zeitlichen Aufwand und damit keineswegs immer von Vorteil.

Eine Abschätzung der Gesamtzeitkonstante von mehreren hintereinander liegenden Volumina mit den zugehörigen Pumpen kann in erster Näherung durch Addition der Einzelzeitkonstanten erfolgen.

### 5.6 Grenzwerte / Spezifikationen des Leckdetektors

1. Die kleinste nachweisbare Leckrate.
2. Das effektive Saugvermögen am Prüfanschluß.
3. Der maximal zulässige Druck im Prüfling (auch maximal zulässiger Einlaßdruck). Dieser Druck  $p_{\text{max}}$  liegt bei LD's mit klassischen TMP's bei etwa  $10^{-1}$  und bei LD's mit Compound-TMP's bei  $2 \dots 10$  mbar. Das Produkt aus diesem maximal zulässigen Arbeitsdruck und dem Saugvermögen  $S$  des Pumpystems am Prüfanschluß des Detektors ist die **maximal zulässige Durchflußleistung**

$$Q_{\text{max}} = p_{\text{max}} \cdot S_{\text{eff, Anschluß}} \quad (5.10)$$

Diese Gleichung zeigt, daß es keineswegs von Vorteil ist, eine hohe Empfindlichkeit

durch ein gedrosseltes Saugvermögen zu erreichen. Sonst wird die maximal zulässige Durchflußleistung zu klein. Das Gerät ist nicht funktionsfähig, wenn entweder durch ein großes oder durch mehrere kleine Lecks mehr Gas als die maximal zulässige Durchflußleistung des Leckdetektors einströmt.

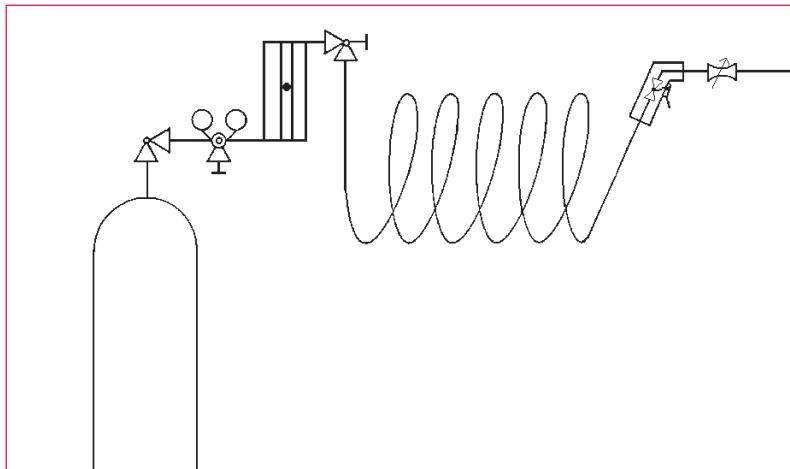
## 5.7 Lecksuchtechniken mit Helium-Leckdetektoren

### 5.7.1 Sprühtechnik (Lokale Dichtheitsprüfung)

Der mit dem He-Leckdetektor verbundene Prüfling wird mit einem sehr feinen Heliumstrahl aus der Sprühpistole an leckverdächtigen Stellen (Schweißnähten, Flanschverbindungen, Anschmelzungen) langsam abgetastet, wobei die Zeitkonstante des Systems nach Gleichung 5.8 zu beachten ist (siehe Abb. 5.14). Die Sprühmenge muß der nachzuweisenden Leckrate und der Größe und Zugänglichkeit des zu prüfenden Objektes angepaßt sein. Obwohl Helium leichter als Luft ist und sich daher an der Decke des Raumes ansammeln sollte, wird es durch Zugluft und Verwirbelung bei Bewegungen im Raum so gut verteilt, daß man bei der Lecksuche *nicht* davon ausgehen kann, daß sich das Helium hauptsächlich (oder nur) an der Decke des Raumes befindet. Trotzdem empfiehlt es sich vor allem bei größeren Teilen mit der Lecksuche oben zu beginnen.

Um beim Öffnen des Sprühventiles einen Helium-Schwall, der die ganze Umgebung mit Helium verseucht, zu vermeiden, empfiehlt sich unmittelbar vor oder nach der Sprühpistole eine Drossel zum Einstellen der Heliummenge anzubringen (siehe Abb. 5.15). Die richtige Menge wird am einfachsten durch Eintauchen der Sprühöffnung in ein Wassergefäß anhand der aufsteigenden Bläschen eingestellt. Für die benötigten kleinen Durchflußmengen sind zwar Schwebekörperdurchflußmesser erhältlich, aber eigentlich zu teuer. Außerdem kann mit dem Wassergefäß jederzeit leicht überprüft werden, ob noch Helium ausströmt.

Mit Helium-Leckdetektoren kann auch der Heliumgehalt der Luft nachgewiesen werden, wenn durch große Lecks so viel Luft



Vermeiden des »Helium-Schluckes« bei Öffnen des »Pistolen-Ventils«

a) Drosselschlauch oder

b) Einstellbares Drosselventil vor der Sprühspitze

Mindest-Heliummenge für richtige Anzeige: Verändern der Drosselleinstellung darf die Anzeige nicht beeinflussen

Diese Mindestmenge ist *immer* viel kleiner als man ohne Durchflußmesser einstellen würde (z.B. ins Ohr oder auf die feuchten Lippen blasen).

Einfachste Kontrolle ohne Durchflußmesser: Blubber-Test mit einem Glas Wasser

Abb. 5.15  
Heliumsprühseinrichtung

in den Rezipienten eindringt, daß der 5 ppm Heliumanteil der Luft für den Nachweis ausreicht. Die Leckrate ist dann:

$$\frac{\text{Anzeige (reines He)}}{1} = \frac{\text{Anzeige (Luft He)}}{5 \cdot 10^{-6}}$$

$$Q_L = \text{Anzeige (reines He)} = \quad (5.11) \\ = 2 \cdot 10^{+5} \cdot \text{Anzeige (Luft He)}$$

### 5.7.2 Schnüffeltechnik (Lokale Dichtheitsprüfung nach der Überdruckmethode)

Hierbei werden die leckverdächtigen Stellen des unter Prüfgasüberdruck stehenden Prüflings (siehe Abb. 5.4, d) mittels eines Prüfgasschnüfflers, der über eine Leitung mit dem Lecksuchgerät verbunden ist, sorgsam abgetastet. Mit den Heliumleckdetektoren von Leybold kann Helium oder auch Wasserstoff geschnüffelt werden. Die Empfindlichkeit der Methode und die Genauigkeit der Lokalisierung undichter Stellen hängen von der Art des verwendeten Schnüfflers und von der Ansprechzeit des angeschlossenen Lecksuchgerätes ab. Außerdem von der Geschwindigkeit, mit welcher der Schnüffler an Leckstellen vorbei bewegt wird und vom Abstand Schnüfflerspitze-Oberfläche des Prüflings. Die große Anzahl der eingehenden Parameter erschwert die quantitative Bestimmung der Leckraten. Mit

Schnüffelverfahren lassen sich, fast unabhängig von der Gasart, Leckraten von etwa  $10^{-7}$  mbar · s nachweisen. Die Begrenzung der Empfindlichkeit bei dem Nachweis von Helium ist in erster Linie durch den Heliumgehalt der atmosphärischen Luft gegeben (siehe Abschn. 9, Tabelle VIII). Für Quantitative Messungen muß der Leckdetektor mit Schnüffeleinheit kalibriert werden. Dabei gehen der Abstand vom Prüfling und die Abtastgeschwindigkeit in die Kalibrierung ein.

### 5.7.3 Hüllentest (integrale Dichtheitsprüfung)

Hüllentests sind integrale Dichtheitsprüfungen mit Helium als Prüfgas, bei denen der Prüfling entweder mit einer festen, meist metallischen Hülle oder mit einer leichten Plastikhülle umgeben wird. Das durch die Undichtheiten des Prüflings je nach Prüfmethode ein- oder austretende Helium wird einem Helium Lecksuchgerät zugeführt und von diesem angezeigt. Hüllentests werden mit dem Prüfling unter Heliumüberdruck (Abb. 5.4c) oder mit evakuiertem Prüfling (Abb. 5.4a) durchgeführt. In beiden Fällen muß eventuell die Umrechnung der Heliumanreicherung (Akumulation) auf He-Std. Leckrate erfolgen.

### 5.7.3.1 Hüllentest mit Helium-Überdruck im Prüfling

#### a) Hüllentest mit Konzentrationsmessung und anschließender Leckratenberechnung

Zur Bestimmung der Gesamtundichtheit eines Prüflings unter Helium-Überdruck wird dieser mit einer Hülle umgeben, die entweder massiv oder eine Plastikhülle sein kann. Das durch Lecks austretende Prüfgas reichert sich in der Hülle an, so daß die Helium-Konzentration in der Hülle ansteigt. Nach einer festzusetzenden Anreicherungszeit (Standzeit) wird mit einem an das Helium-Lecksuchgerät angeschlossenen Schnüffler die Konzentrationsänderung in der Hülle gemessen. Nach Kalibrieren der Prüfanordnung mit einer Prüfkonzentration, z.B. mit atmosphärischer Luft, kann die Gesamtleckrate (integrale Leckrate) berechnet werden. Diese Methode erlaubt den Nachweis kleinstter Gesamtundichtheiten und ist besonders für die automatisierte Industrie-Dichtheitsprüfung geeignet. Durch die Akkumulation wird die Begrenzung der normalen Schnüffeltechnik zu niedrigen Leckraten hin verschoben und die Umgebungsbedingungen wie Temperatur, Luftströmung und Schnüffelgeschwindigkeit verlieren an Einfluß. Bei Verwendung von Plastikhüllen muß bei langen Anreicherungszeiten die He-Permeation durch die Plastikhülle beachtet werden.

#### b) Direkte Messung der Leckrate mit dem LD (massive Hülle)

Bei Einbau des unter Helium-Überdruck stehenden Prüflings in eine feste Vakuumkammer, die mit einem Helium-Leckdetektor verbunden ist, kann die integrale Leckrate direkt am LD abgelesen werden.

### 5.7.3.2 Hüllen-Test mit Prüfling unter Vakuum

#### a) Hülle = »Plastikzelt«

Der evakuierte Prüfling wird mit einer leichten (Plastik-) Hülle umgeben und diese möglichst nach Entfernen der atmosphärischen Luft mit Helium gefüllt. Bei Verwendung von Plastiktüten als Hüllen sollte vor dem Füllen der Tüte mit Helium diese an den Prüfling angedrückt werden um die Luft möglichst herauszudrücken und die Messung mit möglichst reinem

Helium zu machen. Die gesamte äußere Oberfläche des Prüflings hat Kontakt mit dem Prüfgas. Dringt Prüfgas durch Lecks in den Prüfling ein, wird unabhängig von der Anzahl der Lecks die integrale Leckrate angezeigt. Weiterhin muß bei wiederholter Prüfung in geschlossenen Räumen beachtet werden, daß der Heliumgehalt des Raumes nach Entfernen der Hülle recht schnell ansteigt. Die Verwendung von Plastiktüten ist also eher für »Einmalprüfungen« von großen Anlagen geeignet. Die verwendete Plastikhülle wird auch oft als »Zelt« bezeichnet.

#### b) Massive Hülle

Die Verwendung von massiven Rezipienten als feste Hüllen hingegen ist besser für die Serienprüfung geeignet, wenn eine integrale Prüfung zu machen ist. Bei massiven Hüllen kann auch das Helium nach erfolgter Prüfung wieder rückgewonnen werden.

### 5.7.4 »Bombing«-Test, »Drucklagerung«

Der »Bombing -Test« dient zur Prüfung der Dichtheit solcher Bauteile, die bereits hermetisch verschlossen sind und einen gasgefüllten, inneren Hohlraum aufweisen. Die zu prüfenden Teile (z. B. Transistoren, IC-Gehäuse, Schutzgasrelais, Reed-Kontakte, Schwingquarze, Laserdioden u. a.) werden in ein Druckgefäß gegeben, das mit Helium gefüllt wird. Bei relativ hohem Prüfgasdruck (5 bis 10 bar) und einer Standzeit von einigen Stunden wird im Innern von undichten Prüflingen eine Prüfgasanreicherung mit Helium erreicht. Dieser Vorgang ist das eigentliche »Bombing«. Zur Dichtheitsprüfung werden die Prüflinge nach dem »Bombing« in eine Vakuumkammer gebracht und, wie beim Vakuum-Hüllentest beschrieben, auf ihre Gesamtleckrate geprüft. Prüflinge mit Grobleck verlieren allerdings beim Evakuieren der Vakuumkammer auf den erforderlichen Prüfdruck bereits ihre Prüfgaskonzentration, so daß sie bei der eigentlichen Dichtheitsprüfung mit dem Leckdetektor nicht als undicht erkannt werden. Der Dichtheitsprüfung in der Vakuumkammer muß deshalb eine andere Prüfung zur Erfassung sehr großer Lecks vorausgehen.

## 5.8 Industrielle Dichtheitsprüfung

Die industrielle Dichtheitsprüfung mit Helium als Prüfgas ist vor allem dadurch gekennzeichnet, daß die Dichtheitsprüfseinrichtungen voll in den Fertigungsfluß eingegliedert sind. Konzeption und Aufbau derartiger Prüfseinrichtungen richten sich naturgemäß nach der jeweils zu erfüllenden Aufgabe (z. B. Dichtheitsprüfung von Autofelgen aus Aluminium oder Dichtheitsprüfung von Metallfässern), wobei nach Möglichkeit serienmäßig hergestellte, standardisierte Baugruppen verwendet werden. Die zu prüfenden Teile werden über ein Fördersystem der Dichtheits-Prüfanlage zugeführt (Hüllentest mit fester Hülle und Überdruck (5.7.3.1.b) oder Unterdruck (5.7.3.2.b) im Prüfling), dort einzeln nach der integralen Methode geprüft und automatisch abgeführt. Als undicht erkannte Prüflinge werden seitlich ausgliedert.

Die Vorteile der He-Prüfmethode vom industriellen Standpunkt gesehen lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Die mit diesem Verfahren nachweisbaren Grenzleckraten gehen weit über die praktischen Anforderungen hinaus.
- Der integrale Lecktest, also die summierte Leckrate aller Einzellecks, erlaubt auch den Nachweis mikrofeiner und schwammartig verteilter Lecks, die in ihrer Summe zu ähnlichen Leckverlusten führen wie ein größeres Einzelleck.
- Prüfverfahren und Prüfablauf sind voll automatisierbar.
- Durch die taktmäßige, automatisch ablaufende Prüfsystemkontrolle (Eigenüberwachung) des Gerätes ist eine hohe Prüfsicherheit gewährleistet.
- Helium ist ungiftig und ungefährlich (es sind keine MAK-Werte zu beachten).
- Die Prüfung kann mit Ergebnis und Parametern leicht durch Drucker dokumentiert werden.

Der Einsatz der Helium-Prüfmethode führt zu einem erheblichen Rationalisierungsgewinn (Taktzeiten im Sekundenbereich!) und zu einer beträchtlichen Steigerung der Prüfsicherheit. Als Folge davon und wegen der DIN/ISO-9000 Anforderungen werden althergebrachte industrielle Prüfmethoden (Wasserbad, Seifenblasentest u. a.) nunmehr weitgehend aufgegeben.

## 6 Beschichtungsmeß- und Regelgeräte mit Schwingquarzen

### 6.1 Einführung

Von der Beschichtung von Quarzkristallen zu ihrer Frequenz-Feinabstimmung, die schon länger praktiziert wird, bis zur Ausnutzung der Frequenzänderung zur Bestimmung der Massenbelegung als Mikrowaage mit der heute möglichen Präzision hat es lange gedauert. 1880 entdeckten die Brüder J. und P. Curie den piezoelektrischen Effekt: An Quarzkristallen treten bei mechanischen Beanspruchungen auf bestimmten Kristallflächen elektrische Ladungen auf, deren Ursache im asymmetrischen Kristallaufbau des  $\text{SiO}_2$  liegt. Umgekehrt treten bei einem Piezokristall in einem elektrischen Feld Deformationen bzw. in einem Wechselfeld mechanische Schwingungen auf. Man unterscheidet Biegeschwingungen, Flächen-Scherschwingungen und Dicken-Scherschwingungen. Je nach Orientierung der Schnittfläche zum Kristallgitter werden eine Reihe verschiedener Schnitte unterschieden, von denen in Beschichtungsmeßgeräten nur der sogenannte AT-Schnitt mit einem Schnittwinkel von  $35^{\circ}10'$  Verwendung findet, weil bei diesem Schnitt im Bereich zwischen 0 und  $50^{\circ}\text{C}$  eine sehr geringe Temperaturabhängigkeit der Frequenz auftritt. Dementsprechend muß versucht werden, diesen Temperaturbereich während der Beschichtung nicht zu überschreiten (Wasserkühlung des Quarzhalters).

Da es trotz ausgefeilter Technik noch immer das Problem der »Quarkapazität« gibt (das ist die maximal mögliche Beschichtungsdicke des Quarzes, bei der er noch sicher schwingt), existieren eine Reihe von Ansätzen diese Kapazität zu vergrößern:

1. Die Verwendung von mehreren Kristallen hintereinander in einem Mehrfachquarzhalter mit automatischem Wechsel und Datenfortschreibung bei drohendem Ausfall eines Quarzes: **CrystaSix**
2. Die **RateWatcher** Funktion, bei der der Quarz alternierend, für kurze Zeit dem Beschichtungsstrahl ausgesetzt wird, bis alle Messungen und die Regelung erfolgt sind und dann für eine längere Zeitspanne durch einen „Shutter“ abgedeckt bleibt.

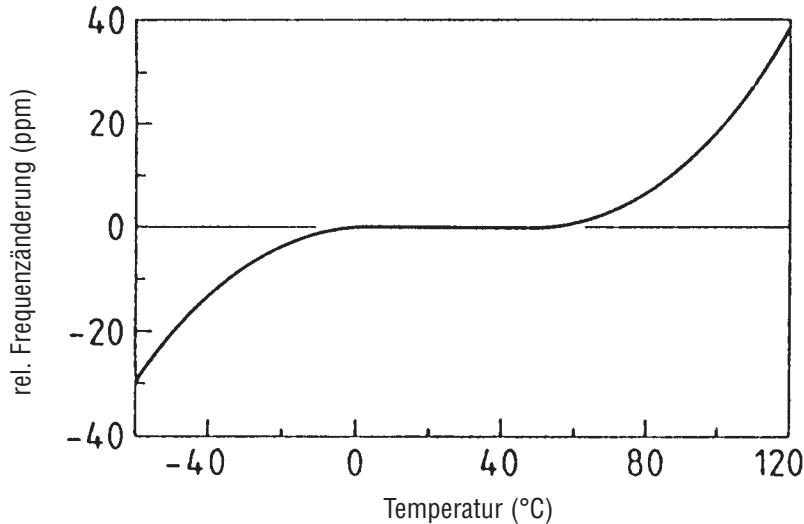


Abb. 6.1  
Temperaturabhängigkeit der Eigenfrequenz beim AT-Schnitt

Der Auswahl des »richtigen« Quarzhalters spielt also bei allen Messungen mit Schwingquarzen eine wichtige Rolle. Für unterschiedliche Anwendungen sind verschiedene Quarzhalter-Ausführungen zu empfehlen: Mit oder ohne Shutter, für UHV ausheizbar, Doppel- oder Sechsach Quarzhalter, sowie besondere Ausführungen für Sputter-Anwendungen. Neben diesen wichtigen, eher „mechanischen“ Dingen sollen im folgenden die Meß- und Regeltechnischen Fortschritte und Geräteneigenschaften besprochen werden.

### 6.2 Grundlagen der Schichtdickenmessung mit Schwingquarzen

Das Schwingquarz-Schichtdickenmeßgerät nützt die piezoelektrische Empfindlichkeit eines Schwingquarzes (Monitor-Kristalles) auf zugeführte Masse aus. Diese Eigenschaft wird benutzt, um bei einer Vakuumbeschichtung die Beschichtungsrate und die Enddicke zu kontrollieren.

Bei bestimmten diskreten Frequenzen der angelegten Spannung tritt eine sehr scharfe elektromechanische Resonanz auf. Wird die Oberfläche des in Resonanz schwingenden Quarzkristalles mit Masse belegt, so verkleinert sich diese Resonanzfrequenz. Diese Frequenzverschiebung ist sehr reproduzierbar und wird heute für verschiedene Schwingungs-Modi des Quarzes

genau verstanden. Diese heuristisch leicht verständliche Erscheinung ist heute ein unverzichtbares Meß- und Prozeßleit-Werkzeug, mit dem leicht eine Beschichtungs-Zunahme von weniger als einer Atomlage nachgewiesen werden kann.

In den späten 50er Jahren fanden Sauerbrey und Lostis, daß die Frequenzverschiebung bei einer Beschichtung des Quarzkristalles mit der Massenänderung durch das Beschichtungsmaterial wie folgt zusammenhängt:

$$M_f = \frac{\Delta F}{F_q} \quad \text{oder} \quad M_f = M_q \cdot \frac{\Delta F}{F_q} \quad \text{mit} \quad (6.1)$$

$M_f$  ... Masse der Beschichtung

$M_q$  ... Masse des Quarzes vor Beschichtung

$F_q$  ... Frequenz vor Beschichtung

$F_c$  ... Frequenz nach Beschichtung

$\Delta F = F_f - F_c$  ... Frequenzverschiebung durch die Beschichtung

wird nun für  $M_f = (M_c - M_q) = D_f \cdot \rho_f \cdot A$  und für  $M_q = D_q \cdot \rho_q \cdot A$  eingesetzt, wobei  $T$  = Schichtdicke,  $\rho$  = Dichte und  $A$  Fläche bedeutet und die Indices  $q$  für den Zustand „unbeschichteter Quarz“ und  $c$  für den Zustand nach „Frequenzverschiebung durch Beschichtung (coating)“ stehen, ergibt sich für die Schichtdicke:

$$D_f = \frac{F_q}{F_c} \cdot D_q \cdot \rho_q \cdot \frac{\Delta F}{F_q \cdot \rho_f} = K \cdot \frac{\Delta F}{\rho_f} \quad \text{mit}$$

$$K = \frac{D_q \cdot F_q \cdot \rho_q}{F_q^2} = \frac{N_{AT} \cdot \rho_q}{F_q^2} \quad \text{worin}$$

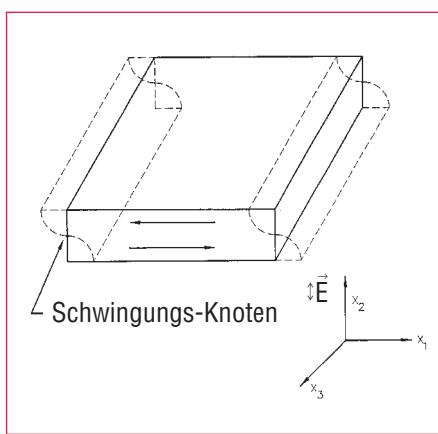


Abb. 6.2  
Dicken-Scherschwingungen

$N = F_q \cdot D_q$  die Frequenzkonstante (für den AT-Schnitt  $N_{AT} = 166100 \text{ Hz} \cdot \text{cm}$ ) und  $\rho_q = 2,649 \text{ g/cm}^3$  die Dichte des Quarzes ist. Die Schichtdicke ist also proportional der Frequenzverschiebung  $\Delta F$  und umgekehrt proportional der Dichte  $\rho_f$  des Schichtmaterials. Die Gleichung

$$D_f = K \cdot \frac{\Delta F}{\rho_f} \quad (6.2)$$

für die Schichtdicke wurde in den aller ersten Schichtdickenmeßgeräten mit "Frequenzmessung" verwendet. Nach dieser Gleichung zeigt ein Kristall mit einer Startfrequenz von 6,0 MHz nach der Belegung mit 1 Å Aluminium ( $d = 2,77 \text{ g/cm}^3$ ) einen Rückgang seiner Frequenz um 2,27 Hz. Auf diese Weise kann das Aufwachsen einer festen Beschichtung durch Bedampfen oder Sputtern durch eine genaue Messung der Frequenzverschiebung des Kristalls verfolgt werden. Erst die Kenntnis des quantitativen Zusammenhangs dieses Effektes erlaubte die genaue Bestimmung der Materialmenge, die im Vakuum auf einem Substrat niedergeschlagen wird. Vorher war dies praktisch nicht möglich.

### 6.3 Die Form der Schwingquarzkristalle

Unabhängig davon wie ausgeklügelt die elektronische Umgebung ist, bleibt der grundlegende Teil für die Beschichtungsmessung der Monitor-Quarzkristall. Die ursprüngliche Form der Monitor-Quarze war quadratisch. Abb. 6.4 zeigt das Resonanzspektrum eines Quarzresonators, der heute

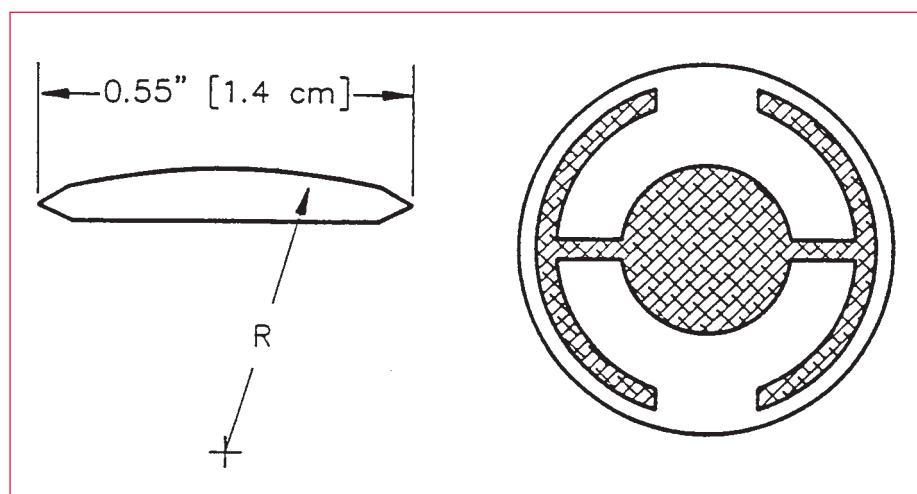


Abb. 6.3  
Form der Quarzkristalle von Leybold-Inficon

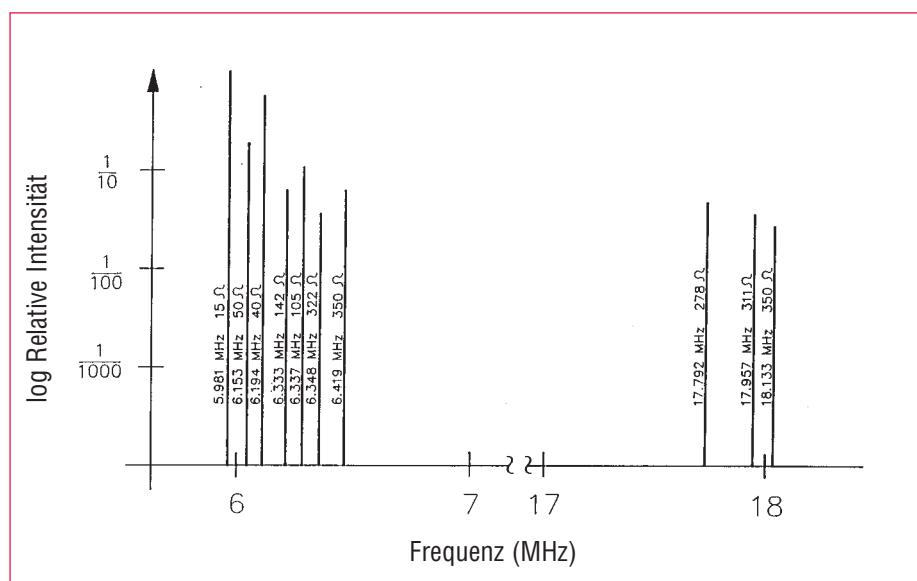


Abb. 6.4  
Frequenz-Resonanz-Spektrum

verwendeten Form (Abb. 6.3). Die niedrigste Resonanzfrequenz ist zunächst durch eine Dicken-Scherschwingung gegeben, die Fundamental- oder Grundschwingung genannt wird. Die charakteristischen Bewegungen der Dicken-Scherschwingung sind parallel zu den Hauptkristallbegrenzungsfächern. Mit anderen Worten: die Oberflächen sind Verschiebungs-Antiknoten, siehe Abb. 6.2. Die geringfügig über der Grundfrequenz liegenden Resonanzfrequenzen werden „Anharmonische“ genannt und sind eine Kombination von Dicken-Scher- und Dicken-Dreh-Schwingungsformen. Die Resonanzfrequenz bei dem etwa dreifachen Wert der Grundschwingung wird „Quasiharmonische“ genannt. In der Nähe der Quasiharmonischen gibt es, mit geringfügig größerer Frequenz,

auch noch eine Reihe von Anharmonischen.

Die Form der heute verwendeten Monitorkristalle (siehe Abb. 6.3) zeigt eine Reihe signifikanter Verbesserungen gegenüber den ursprünglichen quadratischen Kristallen. Die erste Verbesserung war die Verwendung von runden Kristallen. Die vergrößerte Symmetrie hat die Zahl der möglichen Schwingungsmodi stark reduziert. Eine zweite Gruppe von Verbesserungen war, eine der Oberflächen mit einer Kontur zu versehen und die Anregungselektrode zu verkleinern. Beides zusammen hat zur Folge, daß die akustische Energie festgehalten wird. Die Verkleinerung des Elektrodendurchmessers begrenzt die Anregung auf die mittlere Fläche. Die Ober-

flächenkontur verbraucht die Energie der wandernden akustischen Wellen ehe sie den Kristallrand erreichen. Sie wird nicht ins Zentrum reflektiert, wo sie mit neu ankommenden Wellen interferieren könnte.

Tatsächlich benimmt sich ein derartiger kleiner Kristall wie ein unendlich ausgedehnter Kristall. Wenn aber die Kristall-Vibrationen auf das Zentrum beschränkt bleiben, kann man den äußeren Rand an einen Kristallhalter klammern, ohne unerwünschte Nebeneffekte zu erzeugen. Außerdem reduziert das Konturieren die Stärke der Resonanz von unerwünschten Anharmonischen. Dadurch wird die Möglichkeit des Resonators, diese Schwingungen aufrecht zu erhalten, stark eingeschränkt.

Die Benutzung einer Haftschiicht hat die Haftung der Quarzelektrode verbessert. Auch die bei steigendem Filmstress (Spannungen) auftretenden, durch kleinste Risse in der Schicht (sogenannte „micro-tears“) verursachten Ratensprünge („rate-spikes“) wurden vermindert. An diesen Mikro-Rissen bleibt Schichtmaterial ohne Haftung und kann deshalb nicht mehr mitschwingen. Diese freien Areale werden nicht erfaßt und demzufolge wird eine falsche Dicke angezeigt.

Abb. 6.4 zeigt das Frequenzverhalten eines entsprechend Abb. 6.3 geformten Quarzkristalles. Die Ordinate repräsentiert die Größe (Amplitude) der Schwingung oder auch den Strom, der durch den Kristall fließt, in Abhängigkeit von der Frequenz auf der Abszisse.

Üblicherweise wird für die Schichtdickenmessung ein AT-Schnitt gewählt, weil man durch die Wahl des Schnittwinkels erreichen kann, daß seine Frequenz bei Raumtemperatur einen sehr kleinen Temperaturkoeffizienten hat.

Da man Frequenzverschiebungen zufolge

- Beschichtung: Frequenzverkleinerung = negativer Einfluß
- Temperaturänderung: negativer oder positiver Einfluß
- Temperaturgradienten auf dem Kristall, positiv oder negativ
- durch die Beschichtung verursachte Spannungen

nicht unterscheiden kann, ist es wichtig den Temperatureinfluß zu minimieren. Nur so kann man kleine Massenunterschiede messen.

## 6.4 Die Periodenmessung

Obwohl die nach Gleichung 6.2 arbeitenden Geräte sehr nützlich waren, erkannte man bald, daß für die gewünschte Genauigkeit ihr Anwendungsbereich typischer Weise auf  $\Delta F < 0,02 F_q$  begrenzt war. Schon bei einer relativen Frequenzänderung  $(F_q - F_c)/F_q < 2\%$  traten auch bei der Schichtdickenmessung Fehler von etwa 2% auf, so daß die für die Beschichtung „nutzbare Lebensdauer“ eines 6 MHz Monitorkristalles bei 120 kHz lag.

Im Jahre 1961 erkannte Behrndt, daß:

$$\frac{M_f}{M_q} = \frac{(T_c - T_q)}{T_q} = \frac{\Delta F}{F_c} \quad \text{mit} \quad (6.3)$$

$T_c = 1/F_c$  ... Schwingungsperiode, beschichtet

$T_q = 1/F_q$  ... Schwingungsperiode, unbeschichtet

Die Periodenmessung (Messung der Schwingungsdauern) war das Ergebnis der Einführung von digitaler Zeitmessung und der Entdeckung der Proportionalität von Kristalldicke  $D_q$  und Schwingungsdauer  $T_q$ . Die notwendige Präzision der Dickenbestimmung erlaubt eine Anwendung von Gleichung 6.3 immerhin bis etwa  $\Delta F < 0,05 F_q$ .

Praktisch wird bei der Periodenmessung ein zweiter Kristalloszillator als Referenzoszillator benutzt, der nicht beschichtet wird und üblicherweise mit einer viel höheren Frequenz schwingt als der Monitorkristall. Der Referenzoszillator erzeugt kleine Präzisionszeitintervalle mit denen die Schwingungsdauer des Monitorkristalles bestimmt wird. Das geschieht durch zwei Impulszähler: Der erste zählt eine fixe Anzahl von Monitorschwingungen  $m$ . Der zweite wird gleichzeitig mit dem ersten gestartet und zählt die Schwingungen des Referenzkristalles während  $m$  Schwingungen des Monitorkristalles. Weil die Referenzfrequenz  $F_r$  bekannt und stabil ist, kann die Zeit für  $m$  Monitorschwingungen auf  $\pm 2 / F_r$  genau bestimmt werden. Die Monitorschwingungsperiode ist dann

$$\frac{n}{F_r \cdot m}$$

wobei  $n$  die Anzeige im Referenzzählern ist. Die Genauigkeit der Messung wird durch die Frequenz des Referenzoszillators und die Länge der Zählzeit bestimmt, die durch die Größe von  $m$  festgelegt wird.

Für kleine Beschichtungsraten, kleine Dichten des Beschichtungsmaterials und für schnelle Messungen (die kurze Zählzeiten erfordern) ist es wichtig, einen Referenzoszillator mit hoher Frequenz zu haben. Das alles erfordert eine hohe Zeitpräzision um die kleinen, beschichtungsbedingten Frequenzverschiebungen auflösen zu können. Wenn die Frequenzverschiebung des Monitorkristalls zwischen zwei Messungen in die Größenordnung der Frequenzmeßgenauigkeit absinkt, wird eine gute Ratenregelung unmöglich (Ratenregelung: Regelung der Energiezufuhr zur Beschichtungsquelle so, daß ein vorgegebener Schichtdickenzuwachs pro Zeiteinheit eingehalten wird). Die größere Meßunsicherheit verursacht dann mehr Rauschen in der Regelschleife, dem nur durch längere Zeitkonstanten entgegen gewirkt werden kann. Das wiederum macht die Korrekturen durch die Regelabweichung langsam, so daß es relativ lange Abweichungen von der erwünschten Rate gibt. Für einfache Schichten mag das unwichtig sein, aber bei kritischen Schichten, wie bei optischen Filtern oder langsam wachsenden, sehr dünnen Einkristallschichten kann es unverzeihliche Fehler verursachen. In vielen Fällen gehen die gewünschten Eigenschaften solcher Schichten verloren, wenn die Ratenabweichungen mehr als ein oder zwei Prozent betragen. Schließlich bestimmen Frequenz und Stabilität des Referenzoszillators die Präzision der Messung.

## 6.5 Die Z-Match Technik

Miller und Bolef (1968) haben das System Schwingquarz und Beschichtung als einen eindimensionalen, zusammenhängenden akustischen Resonator behandelt. Daraus haben Lu und Lewis (1972) die vereinfachte Z-Match Gleichung entwickelt. Gleichzeitige Fortschritte in der Elektronik, vor allem der Mikroprozessor machten es möglich, die Z-Match Gleichung in „real-time“ zu lösen. Die meisten, heute verkauften Beschichtungsprozeß-Steuengeräte verwenden diese anspruchsvolle Gleichung, welche die akustischen Eigenschaften des Systems Schwingquarz – Schicht berücksichtigt:

$$T_f = \left( \frac{N_{AT} \cdot d_q}{\pi \cdot d_f \cdot F_c \cdot Z} \right) \cdot \operatorname{arctg} \left( Z \cdot \operatorname{tg} \left[ \frac{\pi \cdot (F_q - F_c)}{F_q} \right] \right) \quad (6.4)$$

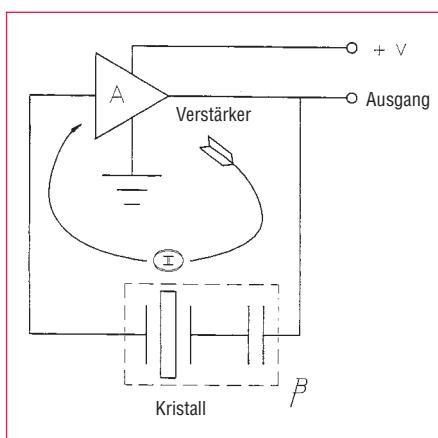


Abb. 6.5  
Schaltung des aktiven Oszillators

mit

$$Z = \frac{\sqrt{d_q \cdot U_q}}{d_f \cdot U_f} \text{ akustisches Impedanzverhältnis}$$

$U_q$  = Schermodul, Quarz  
 $U_f$  = Schermodul, Film

Das ergab erst die grundlegende Erkenntnis der Umrechnung von Frequenzverschiebung in Dicke, die korrekte Ergebnisse in einem für die Prozeßkontrolle praktikablen Zeitrahmen ermöglichte. Um dieses gehobene Genauigkeitsniveau zu erreichen, muß der Benutzer nur einen zusätzlichen Materialparameter  $Z_f$  für das Schichtmaterial eingeben. Die Gültigkeit der Gleichung wurde für viele Materialien bestätigt und sie gilt für Frequenzverschiebungen bis  $\Delta F < 0,4 F_q$ ! Beachte Gleichung 6.2 galt nur bis  $\Delta F < 0.02 F_q$  bzw. Gleichung 6.3 nur bis  $\Delta F < 0,05 F_q$ .

## 6.6 Der aktive Oszillator

Alle bisher entwickelten Geräte basieren auf der Benutzung eines aktiven Oszillators wie er in Abb. 6.5 schematisch gezeigt wird. Diese Schaltung hält den Kristall aktiv in Resonanz, so daß jede Art von Schwingungsdauer- oder Frequenzmessung gemacht werden kann. In diesem Schaltungstyp wird die Schwingung solange aufrechterhalten, wie durch die Verstärker genügend Energie zur Verfügung gestellt wird, um die Verluste im Kristall Schwingkreis auszugleichen und der Kristall die nötige Phasenverschiebung mitmachen kann. Die Grundstabilität des Kristalloszillators entsteht durch die plötzliche Pha-

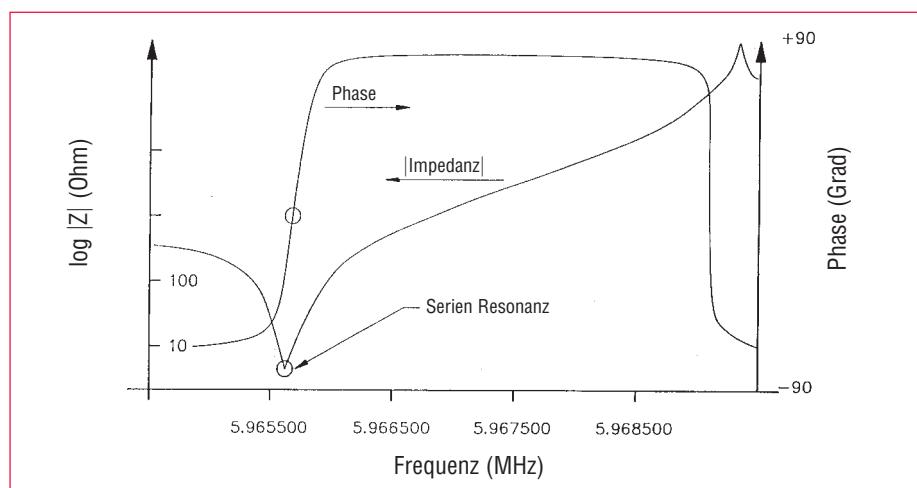


Abb. 6.6  
Kristall-Frequenzen nahe des Serienresonanzpunktes

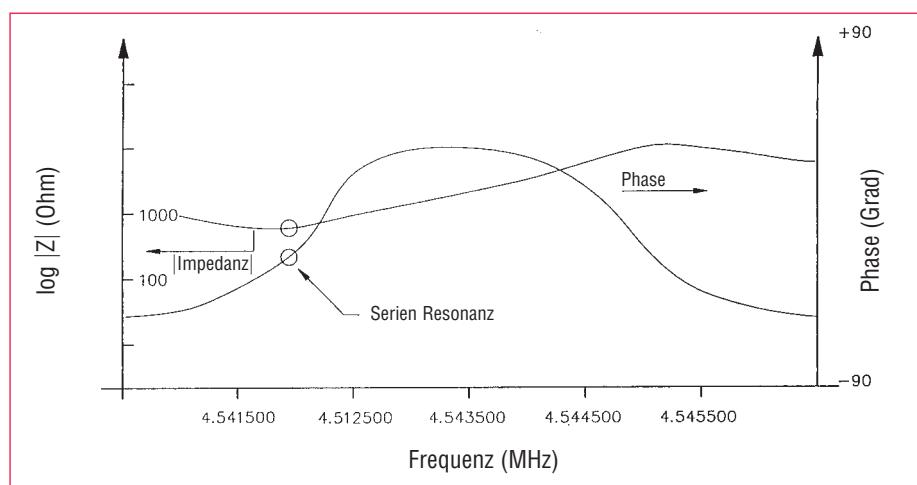


Abb. 6.7  
Schwingungen eines stark belegten Kristalles

senänderung, die schon bei einer kleinen Änderung der Kristallfrequenz in der Nähe des Serien-Resonanzpunktes auftritt, siehe Abb. 6.6

Normalerweise ist die Oszillatorschaltung so ausgelegt, daß vom Kristall eine Phasenverschiebung um 0 Grad verlangt wird, wodurch bei dem Serien-Resonanzpunkt gearbeitet werden kann. Lang- und Kurzzeit Frequenzstabilität sind Eigenschaften der Kristalloszillatoren, weil sehr kleine Frequenzunterschiede benötigt werden um die für die Schwingung nötige Phasenverschiebung aufrecht zu erhalten. Die Frequenzstabilität wird durch den Quarzkristall sichergestellt, auch wenn es Langzeitverschiebungen in den elektrischen Werten gibt, die durch Temperatur, Alterung oder durch Kurzzeitrauschen verursachtes »phase jitter« verursacht werden. Wenn Masse auf den Kristall aufgebracht wird, ändern sich seine elektrischen Eigenschaften.

Abb. 6.7 zeigt die gleiche Darstellung wie Abb. 6.6 jedoch für einen stark belegten Kristall. Er hat den steilen Anstieg – wie in Abb. 6.6 gezeigt – verloren. Weil der Phasenanstieg weniger steil ist, führt jedes Rauschen in der Oszillatorschaltung zu einer größeren Frequenzverschiebung, als dies bei einem neuen Kristall der Fall wäre. Im Extremfall ist die ursprüngliche Phasen/Frequenz Kurvenform nicht mehr erhalten; der Kristall ist nicht in der Lage eine volle 90° Phasenverschiebung zu vollziehen.

Die Impedanz  $|Z|$  kann zu sehr hohen Werten anwachsen. Passiert dies, so bevorzugt der Oszillator in Resonanz mit einer anharmonischen Frequenz zu schwingen. Manchmal ist diese Bedingung nur kurzfristig erfüllt und die Oszillatorschwingung springt zwischen Grund- und Anharmonischer Schwingung hin und her oder es bleibt bei einer Anharmonischen Schwin-

gung. Das ist als »mode hopping« bekannt. Zusätzlich zum entstehenden Rauschen des Ratensignals kann das wegen des auftretenden Phasensprunges auch zum falschen Beenden einer Beschichtung führen. Dabei ist wichtig, daß der Regler unter diesen Bedingungen häufig trotzdem weiterarbeitet. Ob dies passiert ist, kann man nur daran erkennen, daß die Schichtdicke plötzlich deutlich kleiner ist und zwar um den Betrag der Frequenzdifferenz zwischen der Grundschwingung und der Anharmonischen, welche die Schwingung übernommen hat.

### 6.7 Der Mode-Lock Oszillator

Leybold Inficon hat eine neue Technologie entwickelt, welche diese Einschränkungen des aktiven Oszillators überwindet. Das neue System erkundet dauernd die Antwort des Kristalls auf eine angelegte Frequenz: nicht nur um die (Serien-) Resonanzfrequenz zu bestimmen sondern auch um sicherzustellen, daß der Quarz im gewünschten Modus schwingt. Das neue System ist vor allem unempfindlich gegen »mode hopping« und die dadurch verursachten Ungenauigkeiten. Es ist schnell und genau. Die Kristallfrequenz wird 10 mal je Sekunde auf weniger als 0,005 Hz genau bestimmt.

Die Fähigkeit des Systems einen bestimmten Modus zunächst zu identifizieren und dann zu messen, eröffnet neue Möglichkeiten, durch die Vorteile zusätzlichen Informationsgehaltes dieser Modi. Dieses neue, »intelligente« Meßgerät nutzt die Phasen/Frequenz-Eigenschaften des Quarzkristalls um die Resonanzfrequenz zu bestimmen. Es arbeitet durch Anlegen einer synthetisierten Sinuswelle bestimmter Frequenz an den Kristall und Messung der Phasendifferenz zwischen angelegter Signalspannung und dem Strom durch den Kristall. Bei Serienresonanz ist diese Differenz genau Null Grad; dann benimmt sich der Kristall wie ein Ohm'scher Widerstand. Durch Trennen der angelegten Spannung und des Stromes, der vom Kristall zurückkommt, kann mit einem Phasenkomparator festgestellt werden, ob die angelegte Frequenz höher oder tiefer als der Kristall Resonanz Punkt ist.

Bei Frequenzen unterhalb der Grundschwingung ist die Kristall-Impedanz kapazitiv, bei Frequenzen oberhalb der Resonanz ist sie induktiv. Diese Information ist nützlich, wenn die Resonanzfrequenz eines Kristalles unbekannt ist. Es wird ein kurzer »frequenz-sweep« gemacht, bis der Phasenkomparator umschlägt und so die Resonanz markiert. Für AT-Quarze wissen wir, daß die niedrige in Frage kommende Frequenz die Grundschwingung ist. Geringfügig darüber liegen die anharmonischen. Diese Information ist nicht nur für den Beginn wichtig, sondern auch für den seltenen Fall, daß das Instrument die »Spur« der Grundschwingung verliert. Wenn das Frequenz Spektrum des Kristalls einmal festgestellt ist, ist es Aufgabe des Instrumentes der Verschiebung der Resonanzfrequenz zu folgen, laufend Frequenz-Messungen zu machen und diese anschließend in Dicke umzurechnen.

Die Benutzung des »intelligenten« Meßsystems hat im Vergleich mit der früheren Generation der aktiven Oszillatoren eine Reihe augenscheinlicher Vorteile. Hauptsächlich Unempfindlichkeit gegen »mode hopping« sowie Geschwindigkeit und Genauigkeit der Messung. Die Technik erlaubt aber auch die Einführung anspruchsvoller Eigenschaften, an die mit einem aktiven Oszillatortaufbau nicht einmal gedacht werden konnte. Die selbe Vorrichtung, die es der neuen Technologie erlaubt mit einem sweep die Grundschwingung zu identifizieren kann auch benutzt werden, um andere Schwingungsmodi zu identifizieren, wie zum Beispiel die Anharmonischen oder die Quasiharmonischen. Das Gerät hat nicht nur die Vorrichtung, um fortlaufend der Grundschwingung zu folgen, sondern es kann auch eingesetzt werden, um zwischen zwei oder mehr Modi hin und her zu springen. Diese Abfrage von verschiedenen Modi kann für zwei Modi mit 10 Hz an dem selben Kristall geschehen.

### 6.8 Auto-Z Match Technik

Der einzige Pfeilfuß bei Benutzung von Gleichung 6.4 ist, daß die akustische Impedanz bekannt sein muß. Es gibt eine Reihe von Fällen, wo wegen unvollständiger oder beschränkter Kenntnis der Materialkonstanten des Beschichtungsmaterials

ein Kompromiß mit der Genauigkeit gemacht werden muß:

- 1) Oft weichen die Z-Werte des massiven Materials von denen einer Beschichtung ab. Dünne Schichten sind besonders in einer Sputter-Umgebung sehr empfindlich gegenüber den Prozeßparametern. Demzufolge sind die vorhandenen Werte für massives Material nicht ausreichend.
- 2) Für viele exotische Stoffe einschließlich der Legierungen ist der Z-Wert nicht bekannt und auch nicht leicht zu bestimmen.
- 3) Immer wieder ist es notwendig, eine genaue Schichtdickenmessung bei Vielfachschichten mit demselben Kristallsensor zu machen. Das gilt insbesondere für optische Vielfach- und Halbleiterschichten mit hohen Temperaturkoeffizienten  $T_K$ . Aber der wirkliche Z-Wert der Mischung von Vielfachschichten ist unbekannt.

Deshalb ist in einem solchen Fall die einzige Möglichkeit einen Z-Wert von 1 anzunehmen, d. h. die Realität bei der Wellenfortpflanzung in Mehrstoffsystemen zu ignorieren. Diese falsche Voraussetzung verursacht Fehler in den Vorhersagen von Dicke und Rate. Die Größe des Fehlers hängt dabei von der Schichtdicke und der Größe der Abweichung des tatsächlichen Z-Wertes von 1 ab.

Im Jahr 1989 erfand A.Wajid den »Mode-lock«-Oszillator. Er vermutete einen Zusammenhang zwischen der Fundamentalschwingung und einer der Anharmonischen, ähnlich wie der, den Benes zwischen der Fundamentalschwingung und der dritten quasiermonischen Schwingung festgestellt hat. Die Frequenzen der Fundamentalen und der Anharmonischen sind sehr ähnlich, sie lösen das Problem der Kapazität von langen Kabeln. Die nötigen Überlegungen um den Zusammenhang herzustellen fand er in Arbeiten von Wilson 1954, sowie Tiersten und Smythe 1979.

Die Kontur des Kristalles, also die sphärische Form der einen Seite hat den Effekt die einzelnen Modi weiter voneinander zu trennen und den Energietransfer von einem zum anderen Modus zu verhindern. Für die Identifizierung ist es üblich, die Fundamentalschwingung mit (100) die niedrigste anharmonische Frequenz mit (102)

und die nächsthöhere Anharmonische mit (120) zu bezeichnen. Die drei Indizes der Mode-Nomenklatur beziehen sich auf die Anzahl der Phasenumkehrungen in der Wellenbewegung entlang der drei Kristallachsen. Die oben erwähnten Arbeiten von Wilson und von Tiersten und Smythe überprüfen die Eigenschaften der Modi indem sie den Einfluß des Radius des Schnittes auf die Lage der Anharmonischen in Bezug Fundamentalschwingung untersuchen.

Wenn eine Seite des Quarzes mit Material beschichtet wird, wird das Spektrum der Resonanzen zu niederen Frequenzen verschoben. Es wurde beobachtet, daß die drei oben erwähnten Modi eine etwas unterschiedliche Massenempfindlichkeit haben und daher auch etwas andere Frequenzverschiebungen erfahren. Und dieser Unterschied wird benutzt um den Z-Wert des Materials zu bestimmen. Wenn man die Gleichungen für die einzelnen Modi benutzt und Frequenzen für den (100) und den (102) Modus beobachtet, kann man das Verhältnis der zwei elastischen Konstanten  $C_{60}$  und  $C_{55}$  berechnen. Diese beiden elastischen Konstanten beziehen sich auf die Scherbewegung. Das wichtige Element in Wajids Theorie ist die folgende Gleichung

$$\frac{(C_{55}/C_{66})_{\text{beschichtet}}}{(C_{55}/C_{66})_{\text{unbeschichtet}}} \approx \frac{1}{(1+M \cdot Z)} \quad (6.5)$$

mit

M ... Flächenmassen-Dichteverhältnis  
(Verhältnis von Schichtmasse  
zu Quarzmasse pro Flächeneinheit)

Z ... Z-Wert

Es ist ein glücklicher Zufall, daß das Produkt  $M \cdot Z$  auch in der Lu-Lewis Gleichung (Gleichung 6.4) vorkommt. Sie kann dazu benutzt werden, um aus den folgenden Gleichungen eine Abschätzung des effektiven Z-Wertes zu gewinnen:

$$\operatorname{tg}\left(M \cdot Z \cdot \pi \cdot \frac{F_c}{F_q}\right) + Z \cdot \operatorname{tg}\left(\pi \cdot \frac{F_c}{F_q}\right) = 0 \quad (6.6)$$

$$\text{oder } Z = -\frac{\operatorname{tg}\left(M \cdot Z \cdot \pi \cdot \frac{F_c}{F_q}\right)}{\operatorname{tg}\left(\pi \cdot \frac{F_c}{F_q}\right)} \quad (6.7)$$

Hier sind  $F_q$  und  $F_c$  die Frequenzen des unbedampften bzw. bedampften Quarzes im (100) Modus der Grundschiwngung. Wegen der Mehrdeutigkeit der benutzten ma-

thematischen Funktionen ist der auf diese Weise errechnete Z-Wert nicht immer eine positiv definierte Größe. Das hat kaum irgendwelche Konsequenzen, weil M auf andere Weise durch die Abschätzung von Z und die Messung der Frequenzverschiebung bestimmt wird. Daher werden Dicke und Rate der Beschichtung nacheinander aus dem bekannten M berechnet.

Man muß sich der Grenzen dieser Technik bewußt sein. Da die Abschätzung von Z von Frequenzverschiebungen zweier Modi abhängt, wird jede geringfügige Verschiebung aufgrund großer mechanischer oder thermischer Spannungen zu Fehlern führen. Es ist unnötig zu erwähnen, daß unter solchen Umständen auch die Z-Match-Technik zu ähnlichen Fehlern führt. Trotzdem ist die automatische Z-Wert-Bestimmung der Z-Match Technik etwas sicherer gegen das Auftreten von Fehlern, weil die Amplitudenverteilung des (102) Modus über die aktive Kristallfläche asymmetrisch und die des (100) Modus symmetrisch ist.

Nach unseren Erfahrungen haben schichtbedingte Spannungen den ungünstigsten Einfluß auf den Kristall. Dieser Effekt ist bei der Anwesenheit von Gas besonders ausgeprägt, zum Beispiel in Sputterprozessen oder reaktiven Aufdampf- oder Sputterprozessen. Wenn der Z-Wert für massives Material bekannt ist, ist es besser, diesen zu verwenden, als die automatische Bestimmung der »Auto-Z-Ratio« zu machen. In Fällen von Parallelbeschichtung und Schichtfolgen aber ist die automatische Z-Bestimmung deutlich besser.

## 6.9 Schichtdickenregelung

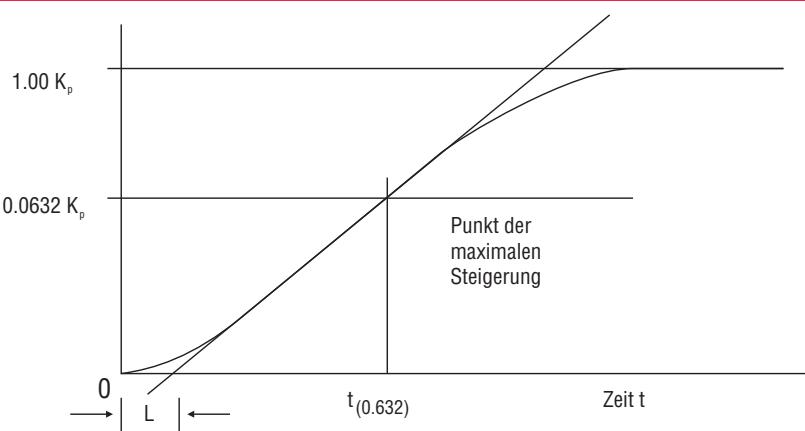
Als letzter Punkt soll die Theorie der Regelschleife für Schichtdicken Meßgeräte zum Erzielen eines Schichtwachstums mit kontrollierter (gleichbleibender) Wachstumsgeschwindigkeit behandelt werden. Die meßtechnischen Vorteile von Geräten wie Geschwindigkeit, Präzision und Verlässlichkeit wären unvollkommen genutzt, wenn man diese Informationen nicht in eine verbesserte Prozeßkontrolle einbringen würde. Für einen Beschichtungsprozeß heißt das, die Beschichtungsrate soll so nahe und stabil wie möglich von einem

Sollwert gehalten werden. Der Zweck der Regelschleife ist es, den Informationsfluß des Meßsystems zu nutzen um die Leistung für eine spezielle Verdampfungsquelle in einer für diese angepassten Weise zu regulieren. Bei richtiger Funktion übersetzt der Regler kleine Abweichungen des geregelten Parameters (der Rate) vom Sollwert in Korrekturwerte des nachgeregelten Parameters Verdampferleistung. Die Fähigkeit des Reglers schnell und genau zu messen verhindert, daß der Prozeß sich weit vom Sollwert entfernt.

Die meist verwendete Reglertype ist der PID-Regler. Dabei steht **P** für proportionale, **I** für integrale und **D** für differentielle Regelfunktion. Im folgenden werden einige Eigenschaften dieses Reglers näher besprochen. Auskunft über das Systemverhalten bekommt man durch eine Sprungantwort auf eine Regelstörung bei bestimmten Reglereinstellungen. Diese Antwort wird registriert und dann werden daraus verbesserte Regelparameter für einen neuerlichen Test abgeschätzt. Das wird solange fortgeführt, bis ein zufriedenstellendes Ergebnis vorliegt. Am Ende ist der Regler optimiert, so daß seine Parameter genau zur Charakteristik der Verdampferquelle passen.

Es ist ziemlich langwierig und frustrierend, einen Regler auf eine Verdampfungsquelle einzustellen, die mehrere Minuten zur Stabilisierung braucht und es kann Stunden dauern, bis man zufriedenstellende Ergebnisse erzielt. Oft passen die für eine bestimmte Rate ausgewählten Parameter dann nicht zu einer veränderten Rate. Also sollte sich ein Regler idealerweise selbst einstellen und die neuen Regler in Beschichtungsmeßgeräten von Leybold-Inficon tun dies auch. Am Anfang des Aufbaues und Anschlusses mißt das Gerät auf Veranlassung des Bedieners die Charakteristik der Verdampfungsquelle. Dabei wird entweder für langsame Quellen ein PID-Regler oder für schnelle Quellen ohne nennenswerte Totzeit ein anderes Reglermodell zugrunde gelegt.

In der Literatur werden drei verschiedene Arten, Regler einzustellen unterschieden. Je nach dem welche Daten für die Einstellung benutzt werden, unterscheidet man die Methode der geschlossenen Regel-



$$T_1 = t_{(0.632)} - L$$

$K_p$  = (Änderung des Ausgangssignals)/(Änderung des Regelsignals)

Abb. 6.8  
Prozeßantwort auf eine Stufenänderung bei  $t = 0$  (offene Regelschleife, Regelsignal verstärkt)

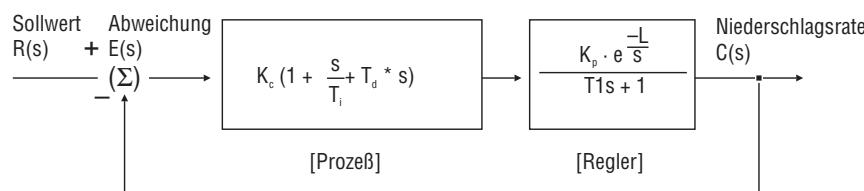


Abb. 6.9  
Blockdiagramm des PID-Reglers

schleife, der offenen Regelschleife und der Resonanz-Antwort.

Wegen der Einfachheit mit der die experimentellen Daten gewonnen werden können, wurde von uns die Methode der offenen Regelschleife bevorzugt. Außerdem erlaubt die Anwendung dieser Technik eine weitgehende Eliminierung des Herausfindens der Parameter durch probieren (»trial and error«-Methode).

Die Auto-Control-Tune Funktion von Leybold-Inficon charakterisiert einen Prozeß auf Grund seiner Sprungantworten. Nach einer stufenweisen Veränderung der Leistung werden die resultierenden Veränderungen der Rate als Funktion der Zeit geglättet und gespeichert. Die wichtigen Sprungantworten werden bestimmt, siehe Abb. 6.8.

Im Allgemeinen ist es nicht möglich alle Prozesse exakt zu charakterisieren, daher müssen einige Näherungen gemacht wer-

den. Normalerweise wird die Annahme zu Grunde gelegt, daß die dynamische Charakteristik durch einen Prozeß erster Ordnung plus einer Totzeit wiedergegeben werden kann. Die Laplace-Transformation für diese Annahme (Übertragung in die s-Ebene) ist angenähert:

$$\frac{\text{Ausgangsgröße}}{\text{Eingangsgröße}} = \frac{K_p \cdot 10^{\frac{-L}{\tau}}}{\tau \cdot s + 1} \quad \text{mit} \quad (6.8)$$

$K_p$  = Verstärkung im stationären Zustand  
 $L$  = Totzeit  
 $\tau$  = Zeitkonstante

Diese drei Parameter werden durch die Reaktionskurve des Prozesses bestimmt. Es wurde mit einigen Methoden versucht, die benötigten Parameter der Systemantwort aus Kurven zu ermitteln, wie sie in Abb. 6.8 dargestellt sind. Dies ergibt eine 1-Punkt Übereinstimmung bei 63,2% des

Überganges (eine Zeitkonstante), eine exponentielle Übereinstimmung an zwei Punkten und eine nach der Methode der kleinsten Quadrate gewichtete exponentielle Übereinstimmung. Durch diese Information ist ein Prozeß ausreichend charakterisiert, damit der Regleralgorithmus einsetzen kann. Die Gleichung 6.9 zeigt die Laplace-Transformation für den besonders oft verwendeten PID-Regler:

$$M(s) = K_c \cdot \left( 1 + \frac{s}{T_i} + T_d \cdot s \right) \cdot E(s) \quad (6.9)$$

mit

$M(s)$  = geregelte Variable oder Leistung  
 $K_c$  = Regelverstärkung  
(der proportionale Term)  
 $T_i$  = Integrationszeit  
 $T_d$  = Differentiationszeit  
 $E(s)$  = Prozeß – Abweichung

Abb. 6.9 zeigt den Regleralgorithmus und einen Prozeß mit einer Phasenverschiebung erster Ordnung und einer Totzeit. Die Dynamik der Meßeinrichtung und der Regelelemente (in unserem Fall die Verdampfer und die Stromversorgung) sind implizit im Prozeßblock enthalten.  $R(s)$  repräsentiert den Raten-Sollwert. Der Rückführungsmechanismus ist die entstandene Abweichung zwischen gemessener Niederschlagsrate  $C(s)$  und dem Raten-Sollwert  $R(s)$ .

Der Schlüssel zur Nutzung jedes Regel- systems ist die richtigen Werte für  $K_c$ ,  $T_d$  und  $T_i$  auszuwählen. Die „optimale Regelung“ ist ein etwas subjektiver Begriff, was durch das Vorhandensein verschiedener mathematischer Definitionen deutlich wird:

Üblicherweise wird das kleinste Fehlerquadrat  $ISE$  (Integral Square Error) als Maß für die Güte des Regelung verwendet:

$$ISE = \int e^2(t) \cdot dt \quad (6.10)$$

Darin ist  $e$  der Fehler (die Abweichung):  $e = \text{Raten-Sollwert} - \text{gemessene Rate}$ .  $ISE$  ist relativ unempfindlich auf kleine Abweichungen, aber große Abweichungen tragen stark zum Wert des Integrals bei. Das Ergebnis sind kleine »Überschwingen«, aber lange Abklingzeiten, weil kleine spät auftretende Abweichungen wenig zum Integral beitragen.

Auch das Integral des Absolutwertes der Abweichung *IAE* (Integral Absolute Error) wurde als Maß für die Regelgüte vorgeschlagen:

$$\text{IAE} = \int |e(t)| \cdot dt \quad (6.11)$$

Dieses ist empfindlicher für kleine Abweichungen, aber weniger empfindlich für große Abweichungen als *ISE*.

Graham und Lanthrop haben das Integral über die Zeit, multipliziert mit dem absoluten Fehler *ITAE* (Integral Time Absolute Error) als Maß für die Regelgüte eingeführt:

$$\text{ITAE} = \int t \cdot |e(t)| \cdot dt \quad (6.12)$$

Das *ITAE* ist empfindlich auf Anfangs- und gewissermaßen unvermeidliche Abweichungen. Durch *ITAE* definierte optimale Regelantworten zeigen folglich kurze Antwortzeiten und größere „Überschwinger“ als bei den beiden anderen Kriterien. Es hat sich aber gezeigt, daß für die Beurteilung der Regelung von Beschichtungsprozessen *ITAE* besonders nützlich ist.

**Auto Control Tune** von Leybold-Inficon basiert auf Messungen der Systemantwort mit offener Schleife. Ausgehend von einer Stufenänderung des Regelsignals wird die Charakteristik der Systemantwort berechnet. Ihre experimentelle Bestimmung erfolgt durch zwei Arten von Kurvenübereinstimmung in zwei Punkten. Das erfolgt entweder schnell mit einer willkürlichen Rate oder genauer mit einer Rate in der Nähe des gewünschten Sollwertes. Da die Prozeßantwort von der Position (Stelle) des Systems (in unserem Falle der Schichtwachstumsrate) abhängt, wird sie am besten in der Nähe des gewünschten Arbeitspunktes gemessen. Die so gemessenen Prozeßinformationen (Porzellanverstärkung  $K_p$ , Zeitkonstante  $T_1$  und Totzeit  $L$ ) werden verwendet, um die am besten passenden PID-Regelparameter zu generieren.

Die besten Ergebnisse bei der Beurteilung von Beschichtungsregelgeräten erzielt man mit *ITAE*. Es gibt Überschwingungen, aber die Reaktion ist schnell und die Abklingzeit kurz. Für alle eben besprochenen Integral-Beurteilungskriterien wurde Regelereinstellungsbedingungen erarbeitet, um die mit ihnen verbundenen Abweichungen zu minimieren. Sowohl bei manueller Eingabe als auch bei experimentel-

ler Bestimmung der Prozeßantwortkoeffizienten können die idealen PID-Koeffizienten für die *ITAE*-Beurteilung leicht aus den Gleichungen 6.13, 6.14 und 6.15 berechnet werden:

$$K_c = \left( \frac{1,36}{K_p} \right) \cdot \left( \frac{L}{T_1} \right)^{-0,947} \quad (6.13)$$

$$T_i = \left( \frac{1,19}{T_1} \right) \cdot \left( \frac{L}{T_1} \right)^{0,738} \quad (6.14)$$

$$T_d = (0,381 \cdot T_1) \cdot \left( \frac{L}{T_1} \right)^{0,995} \quad (6.15)$$

Für langsame Systeme wird die Zeitspanne zwischen den erzwungenen Änderungen der Steuerspannung verlängert, um ein »Aufhängen« des Reglers zu vermeiden (Aufhängen = das schnelle Anwachsen des Regelsignals ohne daß das System die Möglichkeit hat, auf das veränderte Signal zu antworten). Dadurch wird eine Antwort auf die vorhergegangene Änderung der Reglereinstellung möglich und außerdem können »kräftige« Reglereinstellungen gemacht werden. Ein weiterer Vorteil ist die größere Unempfindlichkeit gegen Prozeßrauschen, weil die für die Regelung benutzten Daten nicht nur von einer sondern von mehreren Messungen stammen und so die massenintegrierende Natur des Quarz-Kristalles genutzt wird.

Bei Prozessen mit kurzen Reaktionszeiten (kurzen Zeitkonstanten) und mit kleinen bis unmeßbaren Totzeiten hat der PID-Regler oft Schwierigkeiten mit dem Rauschen des Beschichtungsprozesses (Strahlablenkung, schnelle, thermische Kurzschlüsse zwischen Schmelze und Verdampfer etc.). In diesen Fällen wird erfolgreich ein Regelalgorithmus vom Integral-Rücksetzungstyp verwendet. Dieser Regler integriert immer die Abweichung und drückt das System in Richtung Abweichung Null. Diese Technik arbeitet bei kleinen oder ganz verschwindenden Totzeiten gut, aber wenn sie bei merklicher Phasenverschiebung oder Totzeit angewendet wird, neigt der Regler zu Schwingungen, weil er das Reglersignal überkompensiert, bevor das System eine Chance hat zu antworten.

**Auto Control Tune** erkennt die Eigenschaften dieser schnellen Systeme während der Messung einer Sprungantwort und benutzt die Information um die Regelverstärkung für einen nicht PID Regelalgorithmus zu berechnen.

## 6.10 Leybold-Inficon Gerätevarianten

Die angebotenen Geräteausführungen unterscheiden sich sowohl in der Hardware- als auch in der Software-Ausstattung: Das einfachste Gerät XTM/2 ist ein reines Meß- bzw. Anzeigegerät, das keine Aufdampfquelle steuern kann.

Die Gruppe XTC/2 und XTC/C kann auch Aufdampfquellen und bis zu drei verschiedene Schichten eines Prozesses steuern (nicht zu verwechseln mit neun verschiedenen Schichtprogrammen). In den Geräten XTM/2, XTC/2 und XTC/C sind die Funktionen AutoZero und AutoTune nicht verfügbar und auch die Messung mit mehreren Sensoren gleichzeitig sowie die Steuerung von zwei Aufdampfquellen gleichzeitig kann nicht durchgeführt werden.

Das IC/5 aber bietet allen heute verfügbaren Komfort: Messung mit bis zu acht Sensoren mit AutoZero und AutoTune aber auch die Möglichkeit der gleichzeitigen Steuerung von zwei Verdampferquellen. Darüber hinaus bietet es 24 Material-Programme, aus denen 250 Schichten in 50 Prozessen programmiert werden können. Zur Vereinfachung der Bedienung und Vermeidung von Fehlern verfügt das Gerät auch über ein Diskettenlaufwerk. Selbstverständlich können hier alle Arten von Quarzhaltern angeschlossen werden. Die Dickenauflösung liegt bei 1 Å, die Ratenauflösung für Raten zwischen 0 und 99,9 Å/s bei 0,1 Å/s und für Raten zwischen 100 und 999 Å/s bei 1 Å/s. Als besonderen Leckerbissen bietet das IC/5 als Option eine Mikrowaagen-Karte mit einem hochstabilen Referenzquarz. Dieser Oszillator ist 50 mal stabiler als der Standard Oszillator; Langzeitstabilität und Genauigkeit sind dann 2 ppm über den ganzen Temperaturbereich. Diese Option ist besonders für Beschichtungen von mit Material niedriger Dichte und geringen Beschichtungsraten. Das ist zum Beispiel für Weltraumkontaminations- und Sorptions-Studien wichtig.

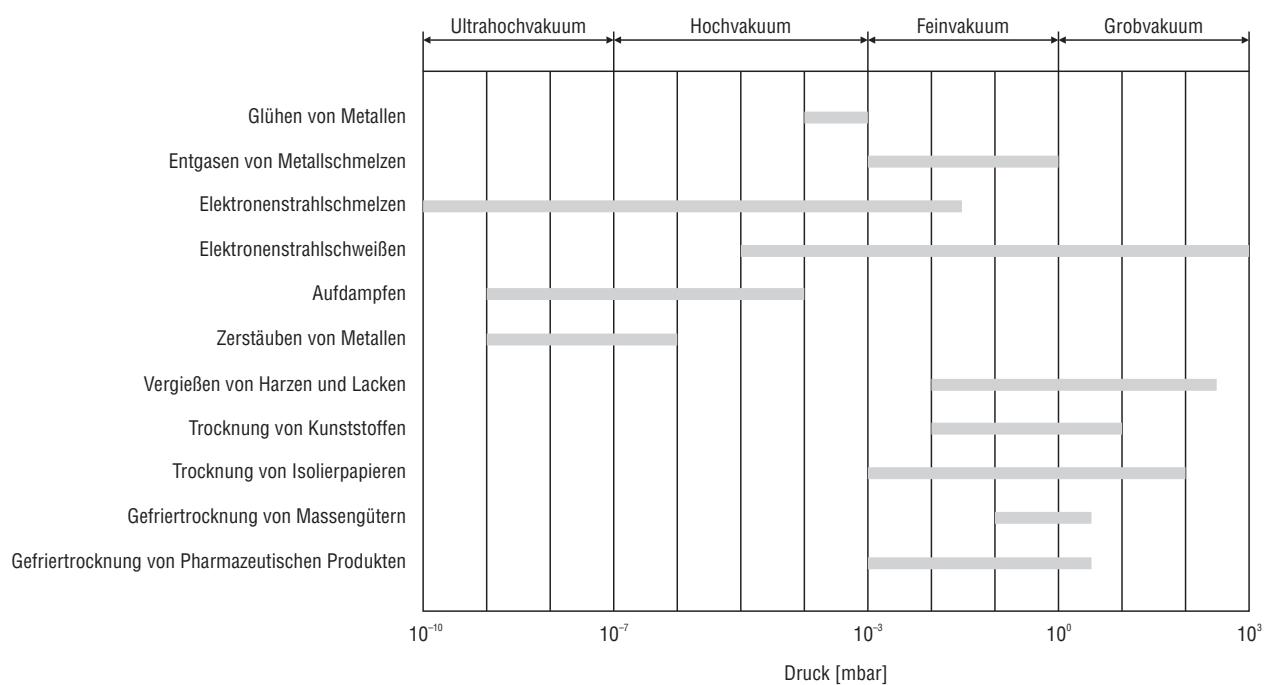


Abb. 7.1  
Druckgebiete in denen verschiedene Vakuumverfahren arbeiten

## 7. Anwendungen der Vakuumtechnik für Beschichtungsverfahren

### 7.1 Vakuumbeschichtungstechnik

Die Vakuumtechnik hat in den letzten beiden Jahrzehnten viele Anwendungen bei industriellen Produktionsverfahren gefunden. In Abb. 7.1 sind einige dieser Verfahren mit ihren typischen Arbeitsdruckbereichen zusammengestellt.

Da eine Diskussion aller Verfahren weit über den Rahmen dieser Broschüre hinausgeht, beschränken wir uns im folgenden exemplarisch auf einige Anwendungen aus dem wichtigen Bereich der Beschichtungstechnik.

Beschichtungsverfahren werden angewendet, um die Oberflächeneigenschaften des beschichteten Grundmaterials – des Substrats – zu verändern. Zum Beispiel lassen sich mit geeigneten Schichtsystemen auf Gläsern, deren optische Eigenschaften wie Transmission oder Reflexion in einem weiten Bereich einstellen. Metall-schichten auf Kunststofffolien ergeben le-

tende Beläge für Wickelkondensatoren und Polymerschichten erhöhen die Korrosionsresistenz von Metallen.

Mit Vakuumbeschichtungsverfahren ist es möglich, Schichten mit Dicken zwischen wenigen Nanometern und mehr als 100 µm mit hoher Schichtdickengleichmäßigkeit und sehr guter Reproduzierbarkeit der Schichteigenschaften herzustellen. Es lassen sich ebene Substrate, Folien und Bänder ebenso beschichten, wie komplexe Formteile, wobei es kaum Einschränkungen bezüglich des Substratmaterials gibt. So sind Metalle, Legierungen, Gläser, Keramiken, Kunststoffe und Papier beschichtbar. Auch die Anzahl der Beschichtungsmaterialien ist sehr groß. Neben Metall- und Legierungsschichten können Schichten aus vielen chemischen Verbindungen hergestellt werden. Dabei können sandwichartige Schichtfolgen aus unterschiedlichen Materialien in einer Anlage aufgebracht werden. Ein entscheidender Vorteil der Vakuumbeschichtungsverfahren gegenüber anderen Beschichtungsmethoden besteht darin, daß allein durch die Wahl des speziellen Verfahrens und der Verfahrensparameter für ein gegebenes Material bestimmte gewünschte Schichteigenschaften wie Gefügestruktur, Härte, elektrische Leitfähigkeit

oder Brechungsindex eingestellt werden können.

### 7.2 Beschichtungsquellen

Bei allen Vakuumbeschichtungsverfahren erfolgt der Schichtaufbau aus der Gasphase. Der abzuscheidende Dampf kann dabei durch die physikalischen Prozesse des Verdampfens und Zerstäubens oder durch chemische Reaktionen bereitgestellt werden. Man unterscheidet daher zwischen physikalischer und chemischer Dampfabscheidung

- physical vapor deposition = PVD
- chemical vapor deposition = CVD.

#### 7.2.1 Thermische Verdampfer (Schiffchen etc.)

Zum Verdampfen wird das Material so hoch erhitzt, daß sich ein ausreichend hoher Dampfdruck bildet und die gewünschte Verdampfungs- bzw. Kondensationsrate einstellt. Die einfachsten Verdampfungsquellen bestehen aus Drahtwendeln oder Schiffchen aus Blech oder elektrisch leitfähiger Keramik, die durch di-

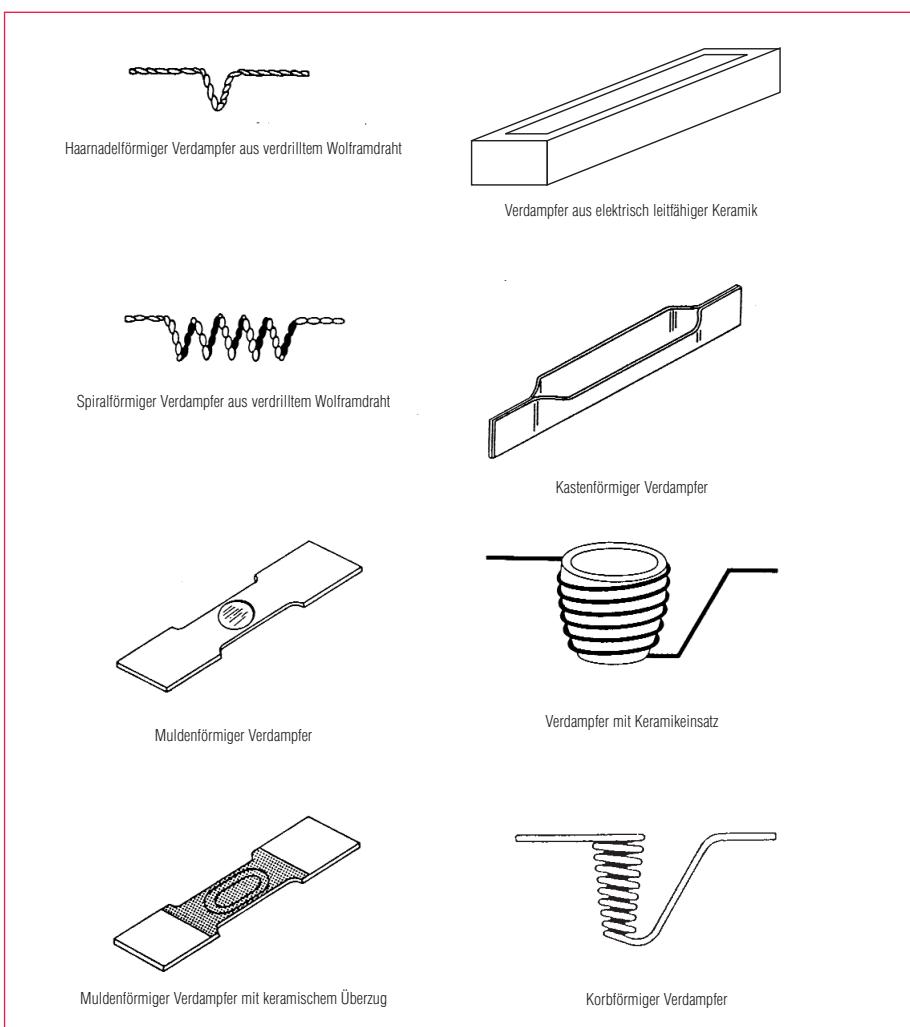


Abb. 7.2  
Verschiedene thermische Verdampfer

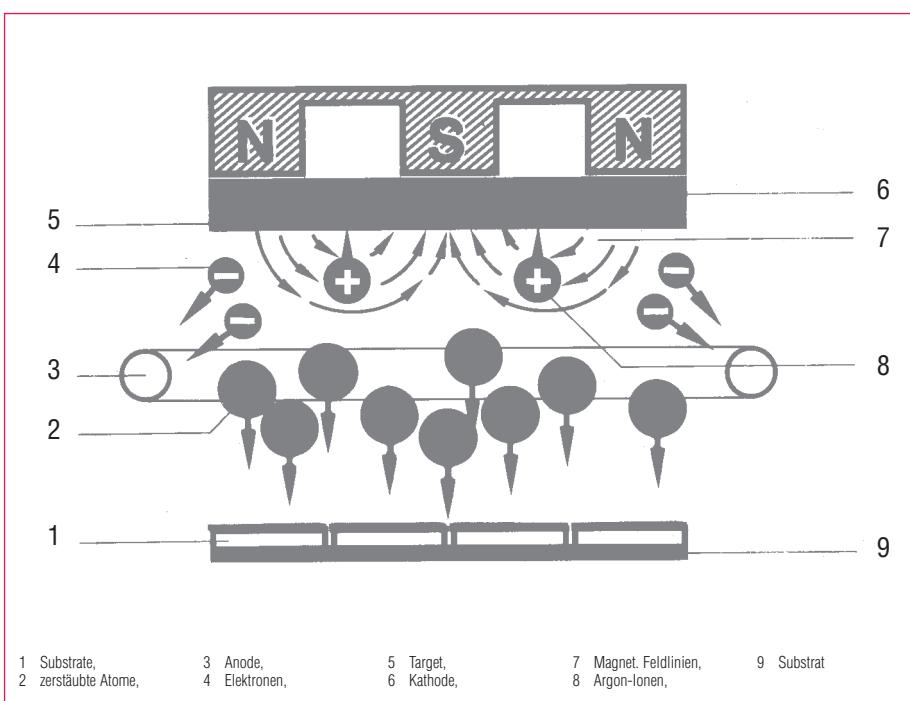


Abb. 7.3  
Funktionschema einer Hochleistungs-Kathodenzerstäubungsanordnung

rekten Stromdurchgang aufgeheizt werden (Abb. 7.2). Allerdings gibt es hierbei Einschränkungen bezüglich der verdampfbaren Materialien. Nicht in allen Fällen können die notwendigen Verdampfertemperaturen erreicht werden, ohne daß es zu Reaktionen zwischen Quellenmaterial und dem zu verdampfenden Material kommt oder das Quellenmaterial verdampft ebenfalls merklich und verunreinigt dadurch die aufgedampfte Schicht.

### 7.2.2 Elektronenstrahlverdampfer (Elektronenkanonen)

Beim Verdampfen mit Elektronenstrahlkanonen wird das Beschichtungsmaterial, das sich in einem wassergekühlten Tiegel befindet, mit einem gebündelten Elektronenstrahl beschossen und dadurch aufgeheizt. Da der Tiegel kalt bleibt, ist eine Verunreinigung der Schicht durch Tiegelmaterial prinzipiell ausgeschlossen, so daß hohe Schichtreinheiten erreicht werden können. Mit dem gebündelten Elektronenstrahl lassen sich sehr hohe Temperaturen des zu verdampfenden Materials und damit sehr hohe Abdampfraten erreichen. So können neben Metallen und Legierungen auch hochschmelzende Verbindungen wie Qxide verdampft werden. Über die Leistung des Elektronenstrahls kann man die Abdampfrate einfach und nahezu trägeheitslos steuern.

### 7.2.3 Kathodenzerstäubung (Sputtern)

Bei der Kathodenzerstäubung (engl.: sputter) wird ein Festkörper, das Target, mit energiereichen Ionen aus einer Gasentladung beschossen (Abb. 7.3). Durch Impulsübertrag werden aus dem Target Atome herausgeschlagen, die auf dem gegenüberliegenden Substrat kondensieren. Die abgestäubten Teilchen haben wesentlich höhere Energien als beim Verdampfen. Daher sind die Kondensations- und Schichtwachstumsbedingungen bei beiden Verfahren sehr unterschiedlich. Gesputterte Schichten weisen in der Regel höhere Haftfestigkeit und kompakteren Schichtaufbau auf, als aufgedampfte Schichten. Sputterkathoden werden in vielen unterschiedlichen geometrischen Konfigurationen und elektrischen Schaltungen eingesetzt.

Allen gemeinsam ist die gegenüber Verdampferquellen großflächige Ausdehnung der Teilchenquelle, so daß große Substrate mit hoher Schichtgleichmäßigkeit beschichtet werden können. Als Beschichtungsmaterialien sind neben Metallen und Legierungen beliebiger Zusammensetzung auch Oxide einsetzbar.

### 7.2.4 Chemische Dampfabscheidung

Im Gegensatz zu den PVD-Verfahren, bei denen die abzuscheidende Substanz fest oder flüssig vorliegt, wird bei chemischer Dampfabscheidung das Material bereits in einer dampfförmigen Verbindung in die Vakuumanlage eingelassen. Zum Abscheiden des Materials muß die Verbindung thermisch, d.h. durch entsprechende hohe Temperaturen, oder mit Hilfe eines Plasmas angeregt werden. Dabei laufen im allgemeinen eine große Zahl chemischer Reaktionen ab, die man nutzt, um die Zusammensetzung und Eigenschaften der entstehenden Schichten gezielt zu beeinflussen. So kann man z.B. aus dampfförmigen Silizium-Wasserstoff-Verbindungen weiche Si-H-Polymerenschichten, harte Siliziumschichten oder – durch Zugabe von Sauerstoff – Quarzsichten herstellen.

### 7.3 Vakumbeschichtungsverfahren / Anlagentypen

#### 7.3.1 Teilebeschichtung

Vakuumverfahren ersetzen bei Formteilen zunehmend herkömmliche Beschichtungsverfahren wie z.B. die Galvanik. So werden mit Vakuumverfahren u.a. Automobilreflektoren verspiegelt, Kunststoffartikel der Möbel-, Schmuck-, Uhren- und Elektronikindustrie metallisiert und optische Effekte auf Artikeln der Schmuckindustrie erzeugt.

Einen Vakuum-Anlagentyp, in dem große Chargen von Formteilen gleichzeitig beschichtet werden können, zeigt Abb. 7.4. Die zu beschichtenden Substrate befinden sich auf einem Käfig, der sich an der Beschichtungsquelle – in diesem Beispiel eine Sputterkathode – vorbeidreht.

Vor Beginn der eigentlichen Beschichtung werden bei einigen Anwendungen die Sub-

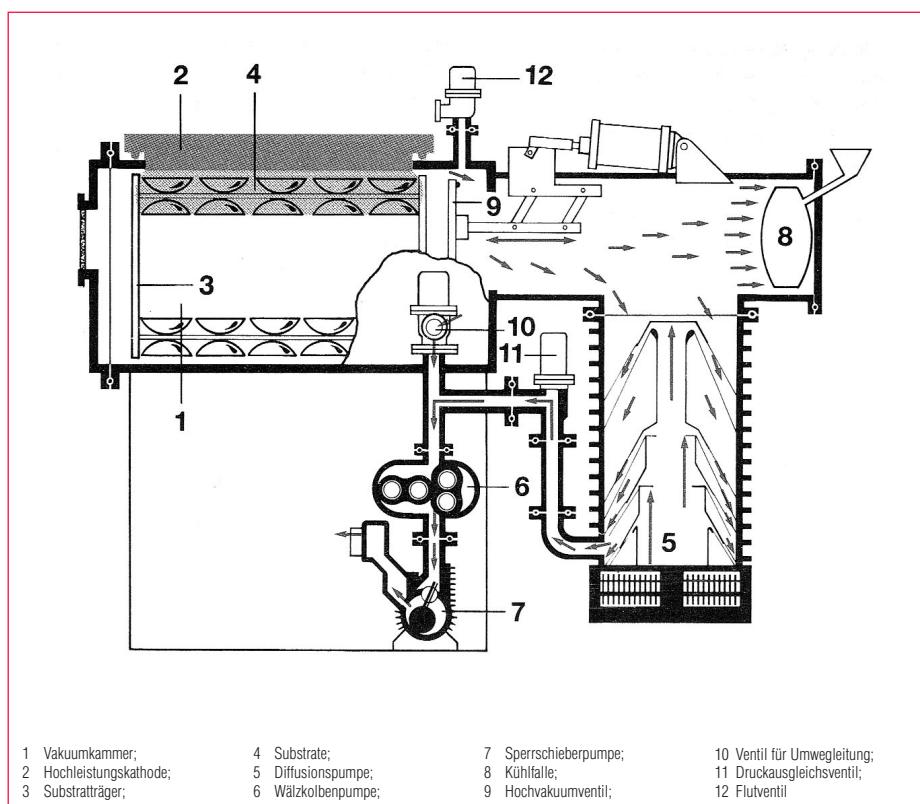


Abb. 7.4  
Schema einer »Batch«-Anlage für die Teilebeschichtung



Abb. 7.5  
Mehrkanal-Teilebeschichtungsanlage (Rotationsymmetrisches In-line System DYNAMET 4V)

strate durch eine Glimmbehandlung gereinigt und die Oberfläche aktiviert. Dies erhöht die Haftfestigkeit und die Reproduzierbarkeit der Schichteigenschaften. Nach dem Sputtern kann eine Korrosions-

schutzschicht aufgebracht werden. Dazu wird ein gasförmiges Monomer in die Anlage eingelassen und eine Hochfrequenz-Plasmaentladung gezündet. Das Monomer wird im Plasma aktiviert und schlägt sich

als Polymerschicht auf den Substraten niedriger. Bei diesem Anlagentyp können sich auf dem Käfig Kunststoff-Substrate mit einer Oberfläche von einigen  $10 \text{ m}^2$  und entsprechend hohen Desorptionsgasströmen befinden. Das Vakuumsystem der Anlage muß in der Lage sein, trotz dieser hohen Gaslasten die notwendigen Drücke zuverlässig zu erreichen. Im gezeigten Beispiel wird die Anlage mit einer Kombination aus Vor- und Wälzkolbenpumpe vorvakuiert. Eine Diffusionspumpe bildet zusammen mit einer Kaltfläche das Hochvakuumpumpensystem. Die Kaltfläche pumpt einen Großteil des Wasserdampfs und der flüchtigen Substanzen, die von den Kunststoffteilen abgegeben werden, während die Diffusionspumpe im wesentlichen die nicht kondensierbaren Gase sowie das für den Sputterprozeß benötigte Edelgas pumpt.

Ein völlig anderes Anlagenkonzept für die gleichen Prozeßschritte ist in Abb. 7.5 dargestellt. Die Anlage besteht aus vier vakuumentechnisch voneinander getrennten Stationen, die von einer sich um die senkrechte Achse drehenden Trommel mit vier Substratkammern und den in den Vakuumkessel eingebauten Prozeßstationen gebildet werden. Bei der Rotation bewegt sich eine Substratkammer von der Be- und Entladestation über die Vorbehandlungs-Metallisier- und Schutzbeschichtungsstation wieder zur Be- und Entladeposition. Da jede Station ihr eigenes Pumpensystem besitzt, können alle vier Prozesse gleichzeitig mit voneinander völlig unabhängig einstellbaren Prozeßparametern betrieben werden. Das Vakuumsystem der Anlage besteht aus Turbo-Molekularpumpen mit Vorpumpsätzen aus Wälzkolben- und Drehschieberpumpen.

### 7.3.2 Bandbeschichtung

Metallisierte Kunststofffolien und Papiere spielen eine wichtige Rolle bei Lebensmittelverpackungen. Sie machen die Lebensmittel entsprechend den Ansprüchen von Lager- und Transportlogistik haltbar und geben der Verpackung ein ansprechendes Erscheinungsbild. Ein weiteres wichtiges Einsatzgebiet von metallisierten Folien ist die Herstellung von Folienkondensatoren für elektrische und elektronische Anwendungen. Die Metallisierung

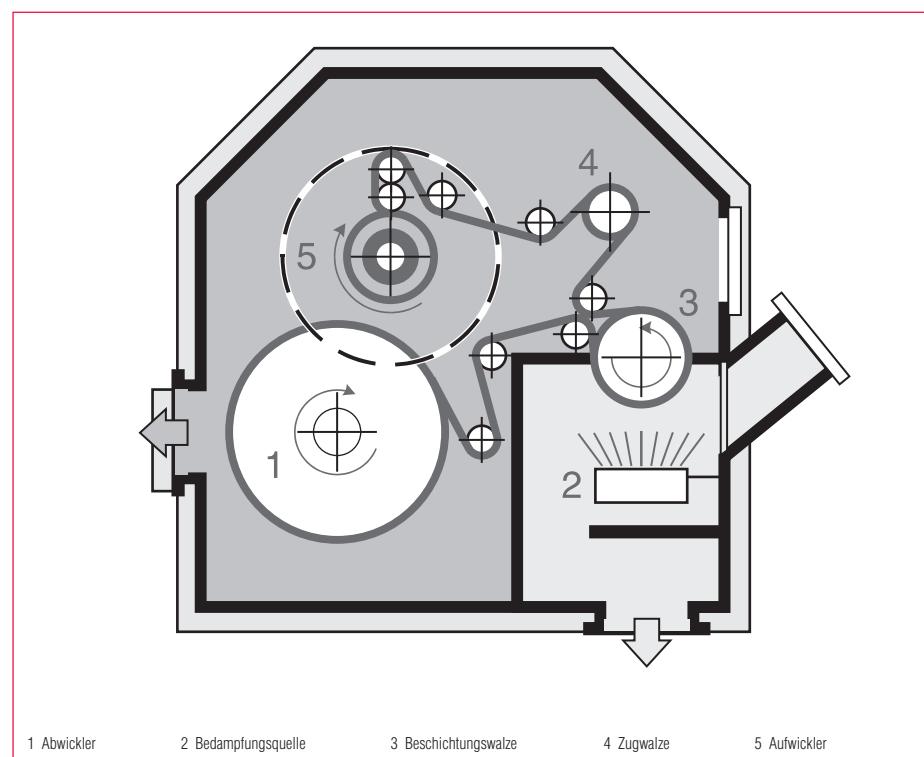


Abb. 7.6  
Schema einer Band-Beschichtungsanlage

erfolgt in Vakuum-Bandbeschichtungsanlagen. Ein typisches Schema zeigt Abb. 7.6. Die Anlage besteht aus zwei Kammern, der Wickelkammer mit der Rolle der zu beschichtenden Folie und dem Wickelsystem sowie der Beschichtungskammer, in der sich die Verdampfer befinden. Beide Kammern sind, bis auf zwei Schlitze, durch welche die Folie läuft, vakuumentechnisch voneinander getrennt. Damit ist es möglich, die hohen Gaslasten aus dem Kunststoffwickel mit einem relativ kleinen Pumpstand abzupumpen. Der Druck in der Wickelkammer kann dabei um mehr als Faktor 100 höher sein als der sich gleichzeitig einstellende Druck in der Bedampfungskammer. Der Pumpstand für die Wickelkammer besteht üblicherweise aus einer Kombination von Wälzkolben- und Drehschieberpumpen.

Bei extrem stark entgasenden Wickeln aus Papier kann es notwendig sein, in der Wickelkammer zusätzlich eine Kaltfläche als Wasserdampfpumpe zu installieren.

Die Rollen der Folien oder Papiere haben eine Durchmesser zwischen 400 und 1000 mm und eine Breite zwischen 400 und 3000 mm. Für das Auf- und Abwickeln sowie die Bandführung ist ein präzises, elektronisch geregelter Wickelsystem notwendig.

Für die Beschichtung wird das Band mit einer Geschwindigkeit von mehr als  $10 \text{ m/s}$  über einer Anordnung von Verdampfern aus keramischen Schiffchen vorbeigeführt, aus denen Aluminium verdampft wird. Um bei den hohen Bandgeschwindigkeiten die notwendigen Al-Schichtdicken zu erreichen, sind sehr hohe Abdampfraten notwendig. Dazu müssen die Verdampfer mit Temperaturen von mehr als  $1400^\circ\text{C}$  betrieben werden. Die Wärmestrahlung der Verdampfer, zusammen mit der Kondensationsleistung der aufwachsenden Schicht stellen eine erhebliche thermische Belastung für das Band dar. Mit Hilfe gekühlter Walzen wird die Folie während und nach der Beschichtung so temperiert, daß sie während der Beschichtung nicht beschädigt und vor dem Aufwickeln ausreichend abgekühlt ist.

Während des gesamten Beschichtungsvorgangs wird laufend die Schichtdicke mit einem optischen Meßsystem oder über eine elektrische Widerstandsmessung bestimmt. Die Meßwerte werden mit den an der Anlage eingestellten Schichtdicken-sollwerten verglichen und damit die Verdampferleistung automatisch geregelt.

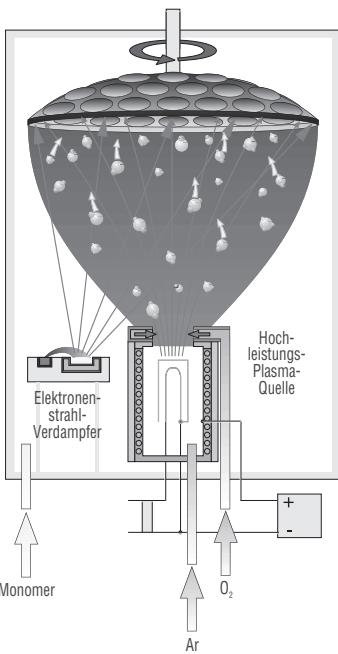


Abb. 7.7  
Aufdampfanlage für optische Schichtsysteme

### 7.3.3 Optische Schichten

Vakuumbeschichtungen finden breite Anwendungen in der Brillenoptik, bei Linsen für Kameras und anderen optischen Instrumenten sowie bei vielfältigen optischen Filtern und Spezialspiegeln. Um die gewünschten Transmissions- oder Reflexionseigenschaften zu erreichen werden mindestens drei, aber manchmal bis zu 50 Schichten auf das Glas- oder Kunststoffsubstrat aufgebracht. Dabei müssen die Schichteigenschaften wie Dicke und Brechungsindex der einzelnen Schichten untereinander sehr genau eingehalten werden. Die meisten dieser Schichtsysteme werden durch Aufdampfen mittels Elektronenstrahlverdampfern in Einkammeranlagen hergestellt (Abb. 7.7). Am Boden des Rezipienten befinden sich die Verdampfer, in der Regel mit automatisch betätigten Tiegeln, in denen sich mehrere unterschiedliche Materialien befinden. Die Substrate werden auf einer rotierenden Kalotte über den Verdampfern gehalten. Durch geeignete Blenden und durch die Relativbewegung zwischen Verdampfern und Substraten werden sehr hohe Schichtgleichmäßigkeiten erreicht. Mit Hilfe von Quarz-Schichtdickenmeßgeräten (siehe Abschnitt 6) und direkter Messung der erreichten optischen Eigenschaften des

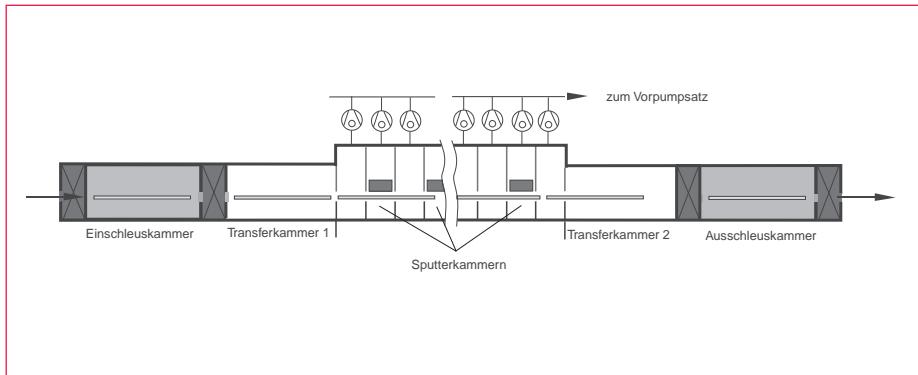


Abb. 7.8  
Anlage für die Beschichtung von Glasscheiben – 3-Kammer In-Line System, Durchsatz bis 3,600.000 m<sup>2</sup>/Jahr

Schichtsystems während des Aufdampfens wird der Beschichtungsprozeß vollautomatisch gesteuert.

Eine der wesentlichen Anforderungen an die Schichtsysteme ist, daß sie ihre Eigenschaften unter üblichen Umgebungsbedingungen über lange Zeiten beibehalten. Dazu ist es notwendig, beim Aufdampfprozeß dafür zu sorgen, daß möglichst dichte Schichten entstehen, in die kein Sauerstoff oder Wasser eindringen kann. Bei Mineralgläsern wird dies erreicht, indem man die Substrate während der Beschichtung durch Strahlungsheizer auf Temperaturen von bis zu 300°C hält. Kunststofflinsen, wie sie in der Brillenoptik eingesetzt werden, dürfen aber nicht über 80°C erwärmt werden. Um auch hier dichte, stabile Schichtsysteme zu erhalten, werden während der Beschichtung die Substrate mit Ar-Ionen aus einer Ionenquelle beschossen. Durch das Ionenbombardement wird in der aufwachsenden Schicht gezielt soviel Energie eingebracht, so daß sich die aufgedampften Teilchen auf den energetisch günstigsten Gitterplätzen anordnen ohne daß die Substrattemperatur unzulässig hohe Werte erreicht. Gleichzeitig kann dem Argon Sauerstoff beigemischt werden. Die so entstehenden Sauerstoffionen sind sehr reaktiv und stellen sicher, daß in die aufwachsende Schicht in gewünschter Weise Sauerstoff eingebaut wird.

Das Vakuumsystem einer solchen Aufdampfanlage besteht in der Regel aus einem Vorpumpenstand mit Vorpumpe und Wälzkolbenpumpe sowie einem Hochvakuum-Pumpensystem. Hier werden – je nach Anforderungen – Diffusionspumpen, Kryopumpen oder Turbo-Molekularpumpen eingesetzt, meist in Verbindung mit großen maschinengekühlten Kaltflächen. Die Pumpen müssen so angebracht und

durch Abschirmungen geschützt werden, daß kein Aufdampfmaterial in die Pumpen gelangen kann und daß die in der Anlage eventuell angebrachten Heizer die Pumpen thermisch nicht überlasten. Da Abschirmungen grundsätzlich das effektive Saugvermögen reduzieren, muß der Anlagenhersteller einen geeigneten Kompromiß zwischen Abschirmwirkung und Reduktion des Saugvermögens finden.

### 7.3.4 Glasbeschichtung

Beschichtetes Glas spielt eine wichtige Rolle in einer Reihe von Anwendungen: Fensterscheiben in gemäßigten und kalten Klimazonen werden mit wärmereflektierenden Schichtsystemen versehen, um die Heizkosten zu senken; in Ländern mit hoher Sonneneinstrahlung verwendet man Sonnenschutzschichten, welche die Klimatisierungskosten reduzieren; beschichtete Autoscheiben verringern das Aufheizen des Innenraumes, und Spiegel finden sowohl in der Möbel- als auch in der Automobilindustrie Verwendung. Die meisten dieser Beschichtungen erfolgen in großen Vakuum In-line Anlagen. Ein typisches Anlagenschema zeigt Abb. 7.8. Die einzelnen Glasscheiben werden bei Atmosphärendruck in eine Einschleuskammer eingefahren. Nachdem das Einschleusventil geschlossen ist, wird die Kammer mit einem Vorpumpenstand evakuiert. Sobald der Druck hinreichend niedrig ist, kann das Ventil zu der evakuierten Transferkammer geöffnet werden. Die Glasscheibe fährt in die Transferkammer und von hier aus mit konstanter Geschwindigkeit in die Prozeßkammern, wo die Beschichtung mit Hilfe von Sputterkathoden erfolgt. Auf der Ausschleusseite der Anlage gibt es analog zur

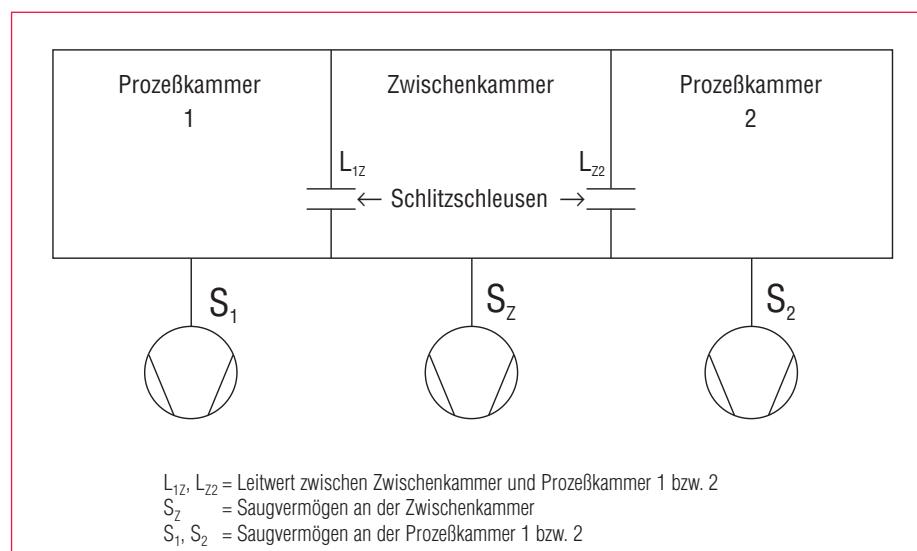


Abb. 7.9  
Prinzip der Kamertrennung durch Druckstufen

Einschleusseite eine Transferkammer, in der die Scheibe geparkt wird, bis sie durch die Ausschleuskammer ausgeschleust werden kann.

Da die meisten Schichtsysteme abwechselnd aus Metall- und Oxydschichten bestehen, aber die Metallschichten nicht durch Sauerstoff verunreinigt werden dürfen, müssen die einzelnen Prozeßstationen sowohl untereinander als auch von den Transferstationen vakuumtechnisch getrennt werden. Das Einsetzen von Ventilen zur Trennung der Prozeßkammern ist ungünstig, weil daraus viel größere Anlagenabmessungen resultieren. Um auch die häufigen und unerwünschten Anfahr- und Abbremsvorgänge zu vermeiden, erfolgt die vakuumtechnische Trennung der Prozeßkammern durch sogenannte „Schlitzschleusen“, das sind ständig offene Schlitze und eine Zwischenkammer mit eigener Vakuumpumpe (Abb. 7.9). Die Leitwerte der Schlitzschleusen und damit der Slitze werden so klein wie technisch möglich gemacht, so daß die Glasscheiben gerade noch durch transportiert werden können. Das Saugvermögen der Pumpe an der Zwischenkammer wird so groß wie möglich gemacht. Damit ergibt sich in der Zwischenkammer ein sehr viel niedrigerer Druck als in den Prozeßkammern, so daß der Gasfluß von einer Prozeßkammer über die Zwischenkammer in die benachbarte Prozeßkammer stark reduziert ist. Für besonders hohe Anforderungen kann es notwendig sein, mehrere Zwischenkammern zwischen zwei Prozeßkammern zu setzen.

Als Hochvakumpumpen werden fast ausschließlich Turbo-Molekularpumpen eingesetzt, da nur mit diesen die für die Sputterprozesse notwendigen hohen Gasflüsse in den Prozeßkammern mit großer zeitlicher Stabilität des Saugvermögens und niedrigen Kohlenwasserstoffkonzentrationen erreicht werden können.

Während Transfer- und Prozeßkammern ständig evakuiert sind, müssen Ein- und Ausschleuskammer zyklisch geflutet und wieder evakuiert werden. Hierfür werden wegen der großen Volumina dieser Kammern und der kurzen Taktzeiten große Saugvermögen benötigt, die mit Kombinationen aus Drehschieber- und Wälzkolbenpumpen realisiert werden. Bei besonders kurzen Taktzeiten kommen auch vor-einlaßgekühlte Wälzkolbenpumpen zum Einsatz.

Alle wesentlichen Funktionen einer Anlage, wie Glastransport, Regelung der Sputterprozesse und Steuerung der Pumpen erfolgen vollautomatisch. Nur so können hohe Produktivität bei gleichzeitig hoher Produktqualität sichergestellt werden.

### 7.3.5 Anlagen für die Herstellung von Datenspeichern

Beschichtungen für magnetische oder magnetooptische Datenspeichermedien bestehen in der Regel aus mehreren funktionalen Schichten, die auf die mechanisch fertig bearbeiteten Speicherplatten aufgebracht werden. Setzt man mehrere Platten

auf einen gemeinsamen Träger, können die Beschichtungsprozesse in einer vom Prinzip ähnlichen Anlage erfolgen, wie sie für die Glasbeschichtung eingesetzt wird. Allerdings müssen die meisten Speicherplatten beidseitig beschichtet werden und es werden wesentlich höhere Anforderungen an Partikelfreiheit gestellt. Daher verwenden In-line Anlagen für Datenspeicher einen senkrecht stehenden Carrier, der durch die Anlage fährt. (Abb. 7.10). In den Prozeßstationen befinden sich auf beiden Seiten des Trägers die Sputterkathoden, so daß gleichzeitig Vorder- und Rückseite der Speicherplatten beschichtet werden können.

Ein völlig anderes Anlagenkonzept wird bei der Einzelbeschichtung der Speicherplatten angewandt. Hier sind die einzelnen Prozeßstationen an einer Vakuumkammer auf einem Kreis angeordnet. (Abb. 7.11). Die Platten werden einzeln aus einem Magazin an einen sternförmigen Transportarm übergeben. Der Transportarm taktet jeweils um eine Station weiter und transportiert so die Substrate von einer Prozeßstation zur nächsten. Während des Takts sind alle Prozesse ausgeschaltet und die Stationen sind vakuumtechnisch miteinander verbunden. Sobald der Arm die Prozeßstellung erreicht hat, werden die einzelnen Stationen durch Schließen von Abdichtungen voneinander getrennt, jede durch ihre eigene Turbo-Molekularpumpe gepumpt und die einzelnen Prozesse gestartet. Es laufen dann so viele Prozesse parallel ab, wie Prozeßstationen an der Anlage vorhanden sind. Durch die Abdichtung der Prozeßstationen kann eine sehr gute vakuumtechnische Trennung der einzelnen Prozesse voneinander erreicht werden. Allerdings bestimmt der langsamste Prozeßschritt die Taktzeit. Für besonders zeitintensive Prozesse müssen daher u.U. zwei Prozeßstationen reserviert werden.

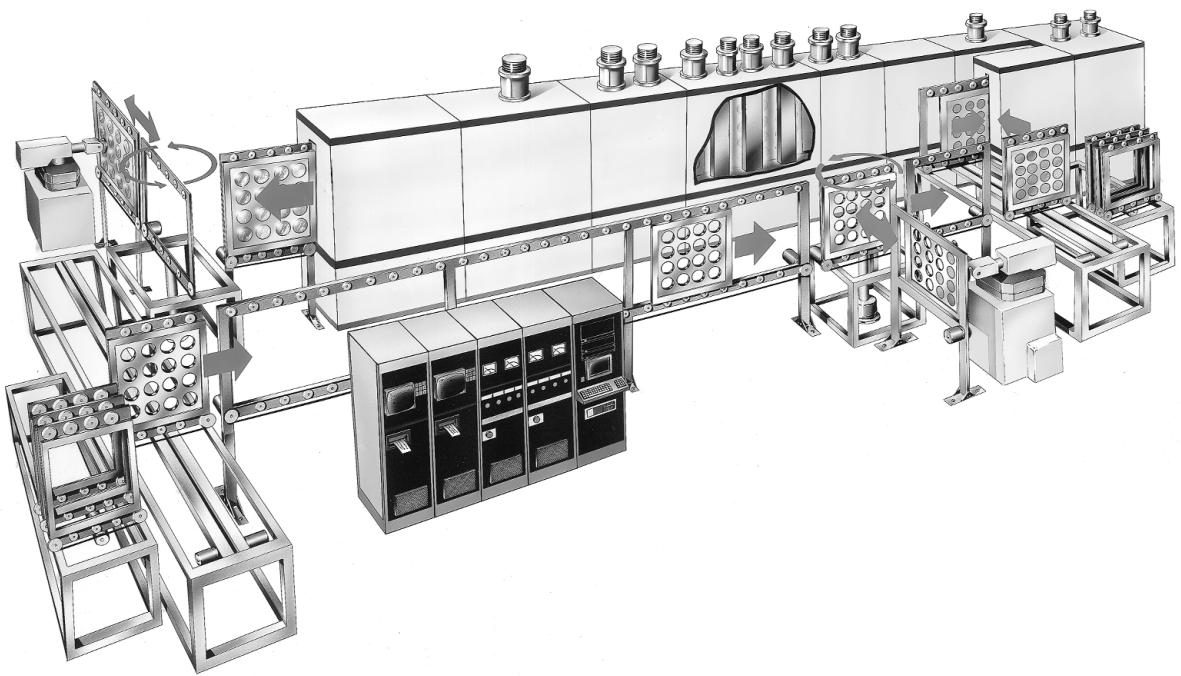


Abb. 7.10  
Anlage zur Beschichtung von Datenspeicherplatten mit Carrier-Transportsystem

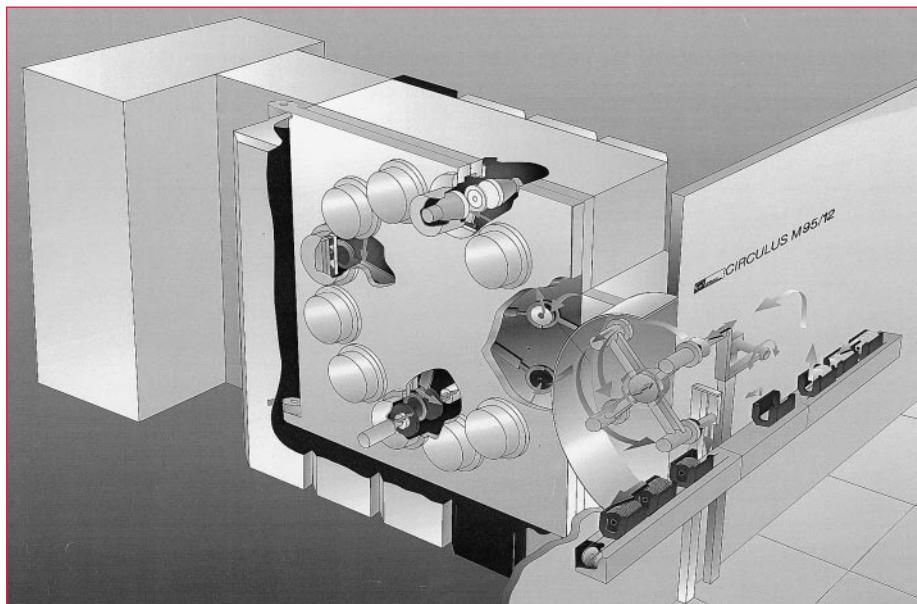


Abb. 7.11  
Anlage für Einzelbeschichtung von Datenspeichern

## 8. Betriebshinweise für Vakuum-Apparaturen

### 8.1 Fehlerursachen bei Nicht-Erreichen oder zu spätem Erreichen des gewünschten Enddruckes

Wird in Vakuum-Apparaturen der gewünschte Enddruck nicht oder erst nach viel zu langer Pumpzeit erreicht, so können folgende Fehler hierfür verantwortlich sein:

Wird der gewünschte Enddruck nicht erreicht, kann

- die Apparatur undicht oder verschmutzt,
- die Pumpe verschmutzt oder beschädigt,
- das Vakuummeter defekt sein.

Wird der gewünschte Enddruck erst nach sehr langer Zeit erreicht, kann

- die Apparatur verschmutzt,
- die Saugleitung mit den Drosselstellen zu eng,
- die Pumpe verschmutzt oder zu klein dimensioniert oder
- das Saugvermögen der Pumpe durch andere Ursachen vermindert sein.

Um den Fehler zu finden, geht man gewöhnlich so vor, daß man den evakuierten Rezipienten, wo es möglich ist, von dem Pumpensystem abtrennt und diesen z. B. mit Hilfe der Druckanstiegsmethode für sich auf Dichtheit und Verschmutzung untersucht. Hat sich ergeben, daß der Behälter in dieser Hinsicht fehlerfrei ist, so wird man als nächstes das Meßsystem auf Sauberkeit überprüfen (siehe Abschn. 8.38) und schließlich – falls erforderlich – die Pumpe oder das Pumpensystem selbst untersuchen.

### 8.2 Verschmutzung von Vakuumbehältern und ihre Beseitigung

Neben der Druckanstiegsmethode (Abschnitt 6.1) gibt es eine Methode, Verschmutzungen festzustellen, die darauf beruht, daß kondensierbare Dämpfe im allgemeinen den Hauptanteil am Gasgemisch in verschmutzten Behältern ausmachen: Den

Vergleich der Druckanzeige eines Kompressions-Vakuummeters (Partialdruck der nicht kondensierbaren Gase) mit der eines elektrischen Vakuummeters z.B. Wärmeleitungs- oder Ionisations-Vakuummeter (Totaldruck). Diese beiden Vakuummeter müssen allerdings ihrerseits sauber sein. Bei der Anwesenheit von Dämpfen zeigt das Kompressions-Vakuummeter einen viel besseren Druck an, als das elektrische Vakuummeter. Dies ist ein sicheres Zeichen für meist durch Öl verschmutzte Behälterwände. Ein sehr gebräuchliches Verfahren ist ferner der Vergleich der Druckanzeige ein und desselben Vakuummeters (kein Kompressions-Vakuummeter) mit und ohne vorgeschalteter Kühlfalle: Das Füllen der Kühlfalle mit flüssigem Stickstoff senkt bei verschmutzten Behältern den Druck schlagartig um eine Zehnerpotenz oder mehr, da die Dämpfe in der Falle ausfrieren.

#### Beseitigung der Verschmutzung bei Glasapparaturen

Haben die Verunreinigungen einen hohen Dampfdruck, so lassen sie sich relativ schnell abpumpen. Gelingt das nicht, so muß die Apparatur gereinigt werden. Verschmutzte Glasteile werden zunächst mit Chromschwefelsäure oder – falls dies erforderlich ist – mit verdünnter Flußsäure (1 : 30) gereinigt. Anschließend werden sie mit destilliertem Wasser nachgespült. Wenn diese Mittel nicht zum Erfolg führen, kann noch ein organisches Lösungsmittel versucht werden. Danach müssen die Glasteile wieder mit Methylalkohol und destilliertem Wasser nachgespült werden (keinen vergällten Alkohol verwenden!).

#### Beseitigung der Verschmutzung bei Metallapparaturen

Metallteile weisen meist Spuren von Verschmutzung durch Fette oder Öle auf. Lassen sich diese nicht schnell durch Abpumpen entfernen, so müssen sie mit einem organischen Lösungsmittel, etwa Trichlorethylen gereinigt werden (vergällter Alkohol ist in jedem Fall ungeeignet). Größte Sauberkeit erzielt man mit Dampfbädern, wie sie in der Industrie üblich sind, z.B. mit Trichlorethylen als Dampf. Will man zu tiefen Drücken ( $< 10^{-7}$  mbar) vorstoßen, so müssen die Metallteile nach der Reinigung bei Temperaturen bis zu 200°C ausgeheizt

werden. Grob verunreinigte Metallteile müssen zunächst durch Abspangen oder Sandstrahlen gereinigt werden. Diese Methoden haben aber den Nachteil, daß die behandelte Oberfläche durch Aufrauhen vergrößert wird und sich eventuell aktive Zentren bilden können, die leicht Dampfmoleküle adsorbieren. Eine zusätzliche Reinigung im Dampfbad (siehe oben) empfiehlt sich. Manchmal kann auch elektrolytisches Beizen der Oberfläche von Vorteil sein. Bei Hochvakuum-Bauteilen muß darauf geachtet werden, daß das Beizen nicht in eine Ätzung übergeht, welche die Oberfläche stark vergrößern würde. Für Grob- und Feinvakuumzwecke ist ein Polieren sandgestrahlter Flächen nicht notwendig, da die Oberfläche in diesen Druckbereichen nur eine untergeordnete Rolle spielt.

### 8.3 Allgemeine Betriebshinweise für Vakuumpumpen

Sind bei der Fehlersuche keine Fehler im Rezipienten und an den Meßröhren zu finden oder arbeitet die Apparatur auch nach Beseitigung der Fehler nicht zufriedenstellend, so sollte man zunächst die pumpenseitigen Flanschdichtungen und eventuell das Absperrventil prüfen. Flanschdichtungen sind bekanntlich die Stellen, an denen durch leichte Kratzer und geringfügig erscheinende mechanische Beschädigungen am leichtesten Undichtheiten auftreten können. Ist auch hierbei kein Fehler festzustellen, so empfiehlt es sich zu prüfen, ob die Pumpen gemäß den Betriebsanweisungen gewartet sind.

In diesem Abschnitt werden zunächst einige allgemeine Hinweise über die Wartung der Pumpen gegeben, um solche Fehler von vornherein zu vermeiden. Außerdem werden mögliche Fehler und ihre Ursachen besprochen.

#### 8.3.1 Ölgedichtete Rotationsverdrängerpumpen (Drehtriebelpumpen und Sperrschieberpumpen)

##### 8.3.1.1 Ölverbrauch, Ölverschmutzung, Ölwechsel

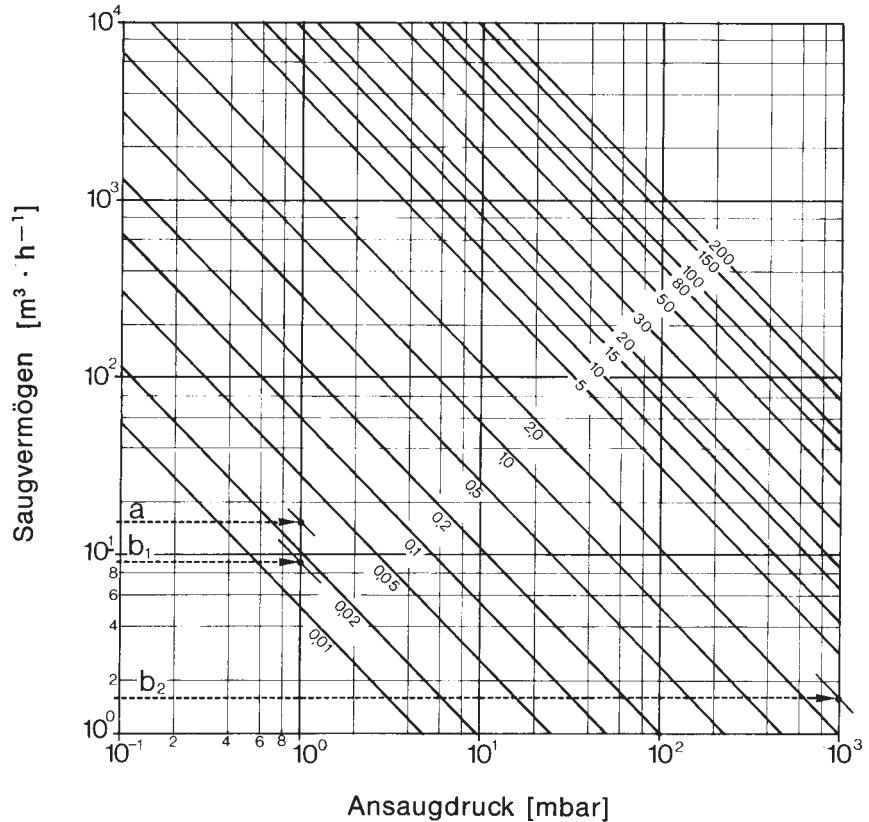
Die Ölfüllung hat verschiedene Funktionen zu erfüllen: Sie dient

- zur Schmierung der bewegten Teile,
- zur Abdichtung der bewegten Teile gegen Atmosphärendruck,
- zur Abdichtung des Ventils,
- zur Ausfüllung des schädlichen Raumes unter dem Ventil,
- zur Abdichtung der Arbeitsräume gegeneinander.

Bei allen Pumpen kann die Ölfüllung durch eingebaute Ölstands-Schaugläser während des Betriebs kontrolliert werden. Vor allem bei Dauerbetrieb muß darauf geachtet werden, daß die Ölfüllung nicht unter den Minimalwert sinkt. Während eines Pumpprozesses stoßen ölgedichtete Rotationspumpen infolge ihrer hohen Arbeitstemperatur Öldämpfe aus dem Auspuffstutzen aus. Das führt zu einem Ölverlust, der von der Menge des angesaugten Gases oder Dampfes abhängig ist. Durch Einbau einer Grobabscheidung in die Auspuffleitung werden größere Öltröpfchen zurückgehalten, so daß der Ölverlust erheblich verringert wird. Mittels eines bei einigen Pumpen integrierten Ölnebelfilters werden auch allerfeinste Öltröpfchen zurückgehalten (Feinabscheidung), so daß auspuffseitig kein Ölnebel mehr auftritt und der Ölverlust praktisch auf Null reduziert ist, da – wie auch bei der Grobabscheidung – das abgeschiedene Öl der Pumpe wieder zugeführt wird. Für Pumpen ohne integrierte Feinabscheidung wird diese als Zusatzausrüstung angeboten.

Wird eine ölfüllte Rotationspumpe ohne Einrichtungen zur Ölabscheidung und Ölrückführung betrieben, so muß mit einem je nach Pumpengröße und Arbeitsprozeß unterschiedlichem **Ölverbrauch** gerechnet werden. Dieser beträgt je angesaugtem m<sup>3</sup> (NTP) Luft (einschließlich angesaugtem Gasballast) in ungünstigen Fällen etwa 2 cm<sup>3</sup>. Mit Hilfe des Diagramms der Abb. 8.1 läßt sich der bei einem Pumpprozeß zu erwartende Ölverlust in praktischen Fällen bestimmen. Das erläuternde Beispiel zeigt, daß beim Betrieb der Pumpe mit Gasballast mit einem höheren Ölverlust zu rechnen ist. Dieser allgemein gültige Sachverhalt ist in der Praxis stets zu berücksichtigen!

Ist das Pumpenöl durch Dämpfe oder Verunreinigungen, die im Arbeitsprozeß angefallen sind, unbrauchbar geworden, so muß es erneuert werden. Eine verbindliche



Beispiel: Ölverlust einer TRIVAC S16A beim Druck von 1 mbar:

- a) *ohne Gasballast*: lt. Saugvermögenskurve  $S = 15 \text{ m}^3/\text{h}$ ; laut Diagramm; Ölverlust =  $0,03 \text{ cm}^3/\text{h}$  (Linie a)
- b) *mit Gasballast*:  $S = 9 \text{ m}^3/\text{h}$  bei 1 mbar; Ölverlust =  $0,018 \text{ cm}^3/\text{h}$  (Linie b1), plus zusätzlicher Verlust durch Gasballastmenge (0,1 des Nennsaugvermögens  $1,6 \text{ m}^3/\text{h}$ ) das ist: Diagramm auf der Horizontalen b2 bis Atmosphärendruck: Zusätzlicher Verlust:  $3 \text{ cm}^3/\text{h}$  (schräge Linie). Gesamtverlust bei Gasballastbetrieb  $0,018 + 3 = 3,018 \text{ cm}^3/\text{h}$ .

Abb. 8.1  
Ölverlust ölgedichteter Pumpen (bezogen auf einen ungefähren Maximalwert von 2 cm<sup>3</sup> Ölverlust je angesaugtem m<sup>3</sup> Luft (NTP)).

Angabe, wann ein Ölwechsel vorzunehmen ist, kann nicht gemacht werden, weil die Zeit bis zum Unbrauchbarwerden des Öles nur von den Betriebsbedingungen abhängt. Unter sauberen Bedingungen (z. B. Vorpumpen zu Diffusionspumpen an Teilchenbeschleunigern) können Rotationsvakuumpumpen jahrelang ohne Ölwechsel laufen. Unter extrem unsauberen Bedingungen (z. B. bei Imprägnierung) kann es nötig sein, das Öl täglich zu wechseln. Ein Ölwechsel ist dann vorzunehmen, wenn das ursprünglich helle Öl durch Altern dunkelbraun bis schwarz geworden ist oder trüb, weil Flüssigkeit (z. B. Wasser) in die Pumpe gelangt ist. Ein Ölwechsel ist auch erforderlich, wenn bei Verwendung von Korrosionsschutzöl durch Flockenbildung angezeigt wird, daß das Korrosionsschutzmittel verbraucht ist.

## Ausführung eines Ölwechsels

Der Ölwechsel soll immer bei ausgeschalteter, aber betriebswarmer Pumpe vorgenommen werden, wobei die bei jeder Pumpe angebrachte Ölablaßöffnung bzw. Öleinfüllöffnung zu benutzen ist. Bei starker Verschmutzung der Pumpe sollte eine Reinigung vorgenommen werden. Hierzu ist die entsprechende Betriebsanleitung zu berücksichtigen.

### 8.3.1.2 Wahl des Pumpenöls beim Abpumpen aggressiver Dämpfe

Sind korrodierende Dämpfe (z. B. Dämpfe von Säuren) abzupumpen, so sollte ein Korrosionsschutzöl PROTELEN® an Stelle des normalen Pumpenöls (N 62) verwendet werden. Solche Dämpfe reagieren mit dem basischen Korrosionsschutz des Öls. Durch die fortlaufend erfolgenden neutra-

lisierenden Reaktionen wird der Korrosionsschutz je nach Menge und Säuregehalt der Dämpfe verbraucht. Entsprechend muß das Öl häufiger gewechselt werden. Korrosionsschutzöle sind entweder sehr hygroskopisch oder sie bilden mit Wasser leicht Emulsionen. Eine mit Korrosionsschutzöl gefüllte Pumpe nimmt daher, wenn sie längere Zeit nicht in Betrieb ist, Feuchtigkeit aus der Luft auf. Keinesfalls sollte man Wasserdampf durch eine mit Korrosionsschutzöl gefüllte Pumpe abpumpen, da die Schmiereigenschaften und der Korrosionsschutz des Öls dadurch beeinträchtigt werden. Durch die Wasseraufnahme des Öls können außerdem in solchen Pumpen nicht mehr die gleichen Enddrücke erreicht werden, wie sie mit sauberem Korrosionsschutzöl oder mit normalem Pumpenöl (N 62) erreicht werden. Unter normalen Betriebsbedingungen sollten ölgefüllte Pumpen nicht mit einem Korrosionsschutzöl betrieben werden. Zum Absaugen von Luft, Wasserdampf und nicht korrodierenden organischen Dämpfen ist das Öl N 62 vorzuziehen, so lange dafür gesorgt ist, daß die Dämpfe nicht in der Pumpe kondensieren können.

### 8.3.1.3 Maßnahmen beim Abpumpen verschiedener chemischer Substanzen

Dieser Absatz kann keine erschöpfende Behandlung der vielfältigen Anwendungsmöglichkeiten ölgedichteter Vakuumpumpen in der Chemie geben; für spezielle Fragen stehen unsere langjährigen Erfahrungen mit schwierigsten chemischen Applikationen zur Verfügung. Drei Teilespekte sollen jedoch kurz behandelt werden: Das Abpumpen explosionsfähiger Gasgemische, kondensierbarer Dämpfe und korrosiver Dämpfe und Gase.

#### Explosionsschutz

Bei der Planung und Auslegung von Vakumsystemen sind die einschlägigen Sicherheits- und Umweltschutzbestimmungen zu beachten. Der Betreiber muß die im System anfallenden Förderströme kennen und hierbei nicht nur die möglichen Betriebszustände berücksichtigen, sondern auch auf Störungsfälle achten. – Die wichtigsten Hilfsmittel zur Vermeidung explosionsfähiger Gemische sind neben der Inertisierung durch Schutzgase das Einhalten der Explosionsgrenzen mit Hilfe von

Kondensatoren, Adsorptionsfallen und Gaswäscher.

#### Schutz vor Kondensation

Leybold-Pumpen bieten drei Möglichkeiten an, um das Kondensieren von Dämpfen in der Pumpe zu vermeiden:

- Das Gasballastprinzip (siehe Abb. 2.14). Dieses erhöht die Dampfverträglichkeit der Pumpe erheblich.
- Erhöhte Pumpentemperatur. Die robuste Bauart unserer Pumpen erlaubt einen Betrieb bis zu einer Pumpentemperatur von max. 120°C. Damit erhöht sich z.B. die Verträglichkeit für reinen Wasserdampf um das fünffache gegenüber dem normalen Gasballastbetrieb.
- Einsatz von Vakuumkondensatoren (siehe Abschnitt 2.15). Diese wirken als partial fördernde Pumpen und sind so zu dimensionieren, daß die nachgeschaltete Gasballastpumpe neben der Inertgasmenge nicht mehr Dampf fördert als der entsprechenden Dampfverträglichkeit entspricht.

#### Korrosionsschutz

Die ölgedichteten Pumpen sind durch ihren in allen Teilen vorhandenen Ölfilm bereits sehr gut gegen Korrosion geschützt. Unter Korrosion ist hier elektrochemische Auflösung von Metallen zu verstehen, d.h. die Abgabe von Elektronen durch das Metallatom und deren Aufnahme durch das Oxidationsmittel (korrosive Gase). Einem korrosionsbereiten Metallatom muß daher ein aktionsbereites Teilchen des Oxidationsmittels gegenüberstehen.

Hiermit wird der Korrosionsschutz der ölgedichteten Pumpen verständlich, denn die Konzentration des Oxidationsmittels im Öl ist vernachlässigbar gering und damit die Möglichkeit des Metalls Elektronen abzugeben. Weiterhin wird damit deutlich, daß der Einsatz von sogenannten »nichtrostenden« Stählen nicht sinnvoll ist, denn für die Passivierung dieser Stähle ist eine Oxidation notwendig, um das sogenannte Passivgebiet der Stähle zu erreichen. Die kritische Passivierungsstromdichte tritt im allgemeinen bei ölgedichteten Pumpen nicht auf.

#### a) Säuren

Grundsätzlich sind unsere Pumpen zum Abpumpen von Säuren geeignet. In be-

sonderen Fällen können sich Probleme mit dem Öl und mit saug- und/oder auspuffseitig angeschlossenen Zusatzeinrichtungen ergeben. Zur Lösung solcher Probleme steht Ihnen unsere Beratung in Köln zur Verfügung.

#### b) Anhydride

CO (Kohlenmonoxid) ist ein starkes Reduktionsmittel. Beim Abpumpen von CO darf daher keine Luft für den Gasballast verwendet werden, sondern allenfalls Inertgas (z. B. Ar oder N<sub>2</sub>). Auch SO<sub>2</sub>, SO<sub>3</sub> und H<sub>2</sub>S sollten mit Inertgas-Gasballast abgepumpt werden. Bei diesen drei Anhydriden ist außerdem ein Korrosionsschutzöl zu verwenden. Das Abpumpen von CO<sub>2</sub> (Kohlendioxid) ist ohne besondere Maßnahmen durchführbar.

#### c) Basische Lösungen

Zum Abpumpen basischer Lösungen ist normales Pumpenöl N 62 zu verwenden. Natron- und Kalilauge sollte nicht in konzentrierter Form abgepumpt werden. Ammoniak läßt sich bei geschlossenem Gasballast gut abpumpen. Organisch-basische Medien wie Methylamin und Dimethylamin sind ebenfalls gut abzupumpen, allerdings bei geöffnetem Gasballastventil.

#### d) Elementgase

Das Abpumpen von Stickstoff und von Edelgasen bedarf keiner besonderen Maßnahme.

Beim Abpumpen von **Wasserstoff** muß die Gefahr des Entstehens eines explosiven Gemisches beachtet werden. Bei Wasserstoff darf keinesfalls das Gasballastventil geöffnet werden. Die Motoren der Pumpen sollten explosionsgeschützt sein.

**Sauerstoff: Besondere Vorsicht ist beim Abpumpen von reinem Sauerstoff geboten!** Hierfür müssen Spezialpumpenöle verwendet werden, die wir Ihnen nach Beratung durch uns mit einem Abnahmegerichtnis des Bundesamtes für Materialprüfung (BAM) liefern können.

#### e) Paraffine

Die niedrigen Paraffine, z. B. Methan, Butan, lassen sich bei geschlossenem Gasballastventil oder mit Inertgas als Gasballast und/oder bei erhöhter Pumpentemperatur gut fördern. Achtung – erhöhte Explosionsgefahr!

## f) Alkohole

Nach Erreichen der Betriebstemperatur kann Methyl- und Äthylalkohol ohne Gasballast abgepumpt werden (Pumpenöl N 62). Zum Abpumpen höherer Alkohole (Butylalkohol u.a.) ist das Gasballast-Ventil zu öffnen oder andere Schutzmaßnahmen gegen Kondensation zu ergreifen.

## g) Lösungsmittel

**Azeton:** Ohne Schwierigkeit abzupumpen; Betriebstemperatur abwarten.

**Benzol:** Vorsicht, Dämpfe leicht brennbar. Verschlechtert durch Auflösen des Pumpenöls den Enddruck. Luft-Benzol-Gemische sind explosiv und brennbar. Ohne Gasballast arbeiten! Eventuell Inertgas als Gasballast.

**Tetrachlorkohlenstoff und Trichlor:** Gut abzupumpen; nicht entzündbar und nicht explosiv, allerdings auch öllösend und so ebenfalls Enddruck verschlechternd; Betriebstemperatur abwarten. Beim Abpumpen von Tetra und anderen nicht brennbaren Lösungsmitteln Gasballastventil geöffnet halten. Pumpenöl N 62.

**Toluol:** Über Tiefkühlbaffle abpumpen. Ohne Gasballast abpumpen. Inertgas als Gasballast verwenden, keine Luft.

### 8.3.1.4 Betriebsfehler bei Gasballastpumpen – Mögliche Fehlerquellen bei Nichterreichen des geforderten Enddruckes

a) Das Pumpenöl ist (insbesondere durch gelöste Dämpfe) verschmutzt. Farbe und Beschaffenheit prüfen. Abhilfe: Pumpe längere Zeit bei abgesperrtem Rezipienten und geöffnetem Gasballastventil laufen lassen. In Fällen starker Verschmutzung ist ein Ölwechsel zu empfehlen. Mit verschmutztem Öl soll die Pumpe nicht längere Zeit stehen bleiben!

b) Die gleitenden Teile der Pumpe sind abgenutzt oder beschädigt. Unter sauberen Bedingungen können unsere Pumpen jahrelang ohne besondere Wartung laufen. Wenn die Pumpe jedoch längere Zeit mit verschmutztem Öl gelaufen ist, so können die Lager und die Schieber mechanische Beschädigungen auf-

weisen. Dies ist immer dann anzunehmen, wenn die Pumpe trotz Ölwechsel nicht mehr den katalogmäßigen Enddruck erreicht. In diesem Fall sollte die Pumpe zur Reparatur gegeben oder unser Kundendienst in Anspruch genommen werden.

c) Das Meßinstrument ist verunreinigt (siehe Abschn. 8.4.2).

### Mögliche Fehlerquellen, wenn sich die Pumpe nicht mehr dreht

- Elektrische Versorgung der Pumpe überprüfen.
- Die Pumpe hat länger mit verschmutztem / verharztem Öl stillgestanden.
- Die Pumpe ist kälter als 10°C. Das Öl ist steif. Pumpe erwärmen!
- Es liegt ein mechanischer Fehler vor. Setzen Sie sich bitte mit unserem Kundendienst in Verbindung.

### Ölaustritt aus der Welle

Tritt Öl aus der Welle aus, so muß der Simmerring im Antriebslager nachgesehen und eventuell erneuert werden. Die Konstruktion der Pumpen ermöglicht ein leichtes Auswechseln des Simmerringes gemäß der mitgelieferten Betriebsanleitung.

## 8.3.2 Wälzkolbenpumpen (Rootspumpen)

### 8.3.2.1 Allgemeine Betriebshinweise, Aufstellung und Inbetriebnahme

Die Wälzkolbenpumpen müssen exakt waagerecht stehen. Beim Befestigen der Pumpe ist darauf zu achten, daß die Pumpe nicht verspannt wird. Auch ein Verspannen des Pumpengehäuses durch die Anschlußleitungen **unbedingt vermeiden**. Jedes Verspannen gefährdet die Pumpe, da die Spalte innerhalb der Wälzkolbenpumpe nur gering sind.

Die Wälzkolbenpumpen werden über das Motorklemmleiste an das Netz angeschlossen, wobei entsprechend den VDE-Bestimmungen ein Motorschutzschalter vorzusehen ist.

Die Drehrichtung des Motors soll vor Einbau der Pumpe bei offenen Ansaug- und Druckstutzen geprüft werden. Die Antriebswelle muß von der Motorseite her geschen gegen den Uhrzeigersinn laufen.

Drehrichtungspfeil auf dem Motor beachten! Läuft die Wälzkolbenpumpe umgekehrt, so muß die Drehrichtung durch Vertauschen von zwei Phasen der Anschlußleitung am Motor geändert werden.

Die Wälzkolbenpumpe darf erst eingeschaltet werden, wenn die Vorpumpe den Vakuumbehälter auf den Einschaltdruck evakuiert hat.

Der zulässige Einschaltdruck  $p_E$  hängt vom Abstufungsverhältnis der Wälzkolbenpumpe zur Vorpumpe ab und errechnet sich, indem man die zulässige Druckdifferenz  $\Delta p_{max}$  durch das um 1 verminderte Kompressionsverhältnis teilt :

$$p_E = \frac{\Delta p_{max}}{k_{th} - 1} \text{ mit}$$

$$k_{th} = \frac{\text{theoretisches Saugvermögen der Wälzkolbenpumpe}}{\text{Nenn-Saugvermögen der Vorpumpe}}$$

Ist die Pumpe über einen Membran-Druckschalter gesichert, geschieht das Einschalten automatisch. Falls mit einer aus Wälzkolbenpumpe und Vorpumpe bestehenden Kombination stark flüchtige Substanzen, z. B. Flüssigkeiten mit niedrigem Siedepunkt, abgepumpt werden sollen, empfiehlt es sich, eine Wälzkolbenpumpe zu verwenden, die mit einer integrierten Umwegleitung und einem Ventil ausgerüstet ist, das auf einen vorher eingestellten Druck anspricht. Beispiel: Wälzkolbenpumpe RUVAC WAU / WSU.

Wälzkolbenpumpen mit Umwegleitung aus der Typenreihe RUVAC-WAU/WSU können grundsätzlich mit der Vorpumpe zusammen eingeschaltet werden. Die Umwegleitung schützt diese Wälzkolbenpumpen vor Überlastung.

### 8.3.2.2 Ölwechsel, Wartungsarbeiten

Bei sauberen Betriebsbedingungen wird das Öl in den Wälzkolbenpumpen nur durch natürlichen Verschleiß in den Lagern und im Getriebe beansprucht. Wir empfehlen jedoch, nach ca. 500 Betriebsstunden den ersten Ölwechsel vorzunehmen, um möglichen Abrieb, der durch das Einlaufen entstanden sein kann, zu entfernen. Sonst genügt ein Ölwechsel nach jeweils 3000 Betriebsstunden. Beim Absaugen staubhaltiger Gase oder Vorliegen anderer Verunreinigungen ist das Öl häufiger zu wechseln. Müssen die Pumpen bei hohen Umgebungstemperaturen arbeiten, sollte bei jedem Ölwechsel auch das Öl der

Simmerringkammer ausgetauscht werden.

Als Pumpenöl empfehlen wir unser Spezialöl N 62.

Bei unsauberer Betriebsbedingungen können sich im Pumpenraum z. B. Staubkrusten oder ähnliches bilden. Diese Verunreinigungen setzen sich zum Teil im Förderraum und zum Teil auf den Wälzkolben der Pumpe ab. Sie können nach Entfernen der beiden Anschlußleitungen entweder durch Ausblasen mit trockener Preßluft oder durch Auswaschen mit einem geeigneten Reinigungsmittel, z. B. Waschbenzin, entfernt werden.

Das Öl in der Wälzkolbenpumpe muß anschließend gewechselt werden. Beim Reinigen darf der Rotor nur von Hand gedreht werden, da bei motorischem Antrieb infolge der hohen Drehzahl die sich lösenden Ablagerungen die Pumpe beschädigen können.

Verunreinigungen, die sich nicht durch Auswaschen beseitigen lassen, können mechanisch mittels Drahtbürste, Metallschwamm oder Schaber entfernt werden.

#### Achtung!

Die gelösten Rückstände dürfen nicht im Förderraum bleiben. Nach der Reinigung Betriebsfähigkeit der Pumpe durch langsames Durchdrehen der Wälzkolben von Hand prüfen. Man darf dabei keinen Widerstand spüren. Ein Zerlegen der Wälzkolbenpumpe ist im allgemeinen nicht notwendig. Sollte dieses aber wegen zu starker Verschmutzung erforderlich werden, ist es ratsam, dieses vom Hersteller ausführen zu lassen.

#### 8.3.2.3 Hinweise bei Betriebsstörungen

##### 1. Pumpe wird zu warm: (maximale Betriebstemperatur 100 – 115°C)

Mögliche Ursache:

- **Überlastung:** Zu hohe Kompressionswärme durch zu hohes Druckverhältnis. Eingestellte Druckwerte und Dichtheit des Vakuumbehälters überprüfen!
- **Falsche Spiele:** Durch Verschmutzung oder Verspannung sind die Abstände zwischen Rotoren und Gehäuse verengt.
- **Verschmutzte Lager:** Zu hoher Reibungswiderstand.

• **Falscher Ölstand:** Bei zu hohem Ölstand wird das Öl von den Zahnrädern erfaßt und führt zu Reibungswiderstand. Bei zu niedrigem Ölstand fällt die Schmierung aus.

• **Falsches Öl:** Für die Pumpe muß ein Öl Klasse SAE 30 verwendet werden.

**2. Leistungsaufnahme zu hoch:** Alle Faktoren, die zu erhöhter Temperatur führen, bedingen auch eine zu hohe Leistungsaufnahme. Bei zu hoher Leistungsaufnahme ohne Temperaturerhöhung der Pumpe liegt ein Defekt im Motor vor.

##### 3. Verölung des Schöpfraumes:

Mögliche Ursache:

- **Zu hoher Ölstand:** Öl wird thermisch zu stark belastet. Ölschaum wird mitgerissen.
- **Öl mit Produkt vermischt:** Azeotrope Entgasung des Öls.
- **Pumpe undicht:** Lufteinbruch über die Ölableß- oder Nachfüllschrauben führt zu einem starken Luftstrom und Öltransport in den Schöpfraum.

##### 4. Anormale Laufgeräusche:

Mögliche Ursachen:

- **Verschmutzung des Kolbens**
- **Lager- oder Getriebeschaden**
- **Anlaufen der Kolben am Gehäuse**

Bei Lager- oder Getriebeschäden oder bei Anlaufen der Kolben am Gehäuse sollte die Pumpe nur vom Hersteller repariert werden.

#### 8.3.3 Turbo-Molekularpumpen

##### 8.3.3.1 Allgemeine Betriebshinweise

Die Turbo-Molekularpumpen sind trotz der relativ großen Spalte zwischen Pumpenrotor und Stator gegen das Eindringen von Fremdkörpern durch den Saugstutzen zu schützen. Daher sollten die Pumpen nur mit dem mitgelieferten Splitterschutz betrieben werden. Außerdem sind harte Stöße auf die laufende Pumpe und plötzliche Lageänderungen zu vermeiden.

Darüber hinaus ist vor allem bei den großen Typen mit langen Rotorflügeln ein Belüften der drehenden Pumpe auf Atmosphärendruck nur unter Beachtung der

Vorschriften der Gebrauchsanweisung durchzuführen. Unter gewissen Voraussetzungen ist auch der Betrieb von Turbo-Molekularpumpen unter außergewöhnlichen Bedingungen möglich.

So darf z.B. die Turbo-Molekularpumpe im Bereich von Magnetfeldern ungeschützt zum Einsatz kommen, wenn die magnetische Induktion an der Manteloberfläche der Pumpe nicht größer als  $B = 3 \cdot 10^{-3}$  T bei radialem Eintritt und  $B = 15 \cdot 10^{-3}$  T bei axialem Eintritt ist.

In einer strahlenbelasteten Umgebung sind bei Dosisleistungen von  $10^4$  –  $10^5$  rad seriennäßige Turbo-Molekularpumpen ohne Gefahr einsetzbar. Treten höhere Dosisleistungen auf, so können gewisse Werkstoffe in der Pumpe modifiziert werden, um den erhöhten Belastungen standzuhalten. Die elektronischen Frequenzwandler sind in solchen Fällen außerhalb der strahlenbelasteten Zonen aufzustellen, da die in ihnen verwendeten Halbleiter nur eine Strahlendosis von ca.  $10^3$  rad vertragen. Eine weitere Möglichkeit bietet der Einsatz von motorischen Frequenzwandlern, die bis  $10^8$  rad strahlenbeständig sind.

Für den Betrieb von Turbo-Molekularpumpen sind Vorvakuumpumpen notwendig. Je nach Größe des zu evakuierenden Behälters können Turbo-Molekularpumpen und Vorpumpen gleichzeitig eingeschaltet werden. Ist jedoch die Auspumpzeit des zu evakuierenden Behälters auf ca. 1 mbar mit der vorgesehenen Vorpumpe länger als die Hochlaufzeit der Pumpe (siehe Betriebsanleitungen), so empfiehlt sich ein verzögertes Einschalten der Turbo-Molekularpumpe. Umwegleitungen sind beim Einsatz von Turbo-Molekularpumpen in Anlagen für einen Chargenbetrieb empfehlenswert, um die Hochlaufzeit der Pumpe einzusparen. Ein Öffnen des Hochvakuumventils ist bei Drücken von ca.  $10^{-1}$  mbar ohne Gefahr möglich.

##### 8.3.3.2 Wartung

Turbo-Molekularpumpen und Frequenzwandler sind nahezu wartungsfrei. Bei ölgeschmierten Pumpen ist in bestimmten Abständen (zwischen 1500 und 2500 Betriebsstunden je nach Typ) das Lagerschmiermittel zu wechseln. Bei fettgeschmierten Pumpen entfällt das (Lifesetschmierung). Sollte eine Reinigung der Turbineneinheit der Pumpe notwendig

werden, so kann dies vom Kunden leicht unter Beachtung der Betriebsanleitungen durchgeführt werden.

## 8.3.4 Diffusions- und Dampfstrahlpumpen

### 8.3.4.1 Treibmittelwechsel und Reinigen der Pumpe

Ein Treibmittelwechsel wird stets dann erforderlich, wenn die Pumpe das geforderte Endvakuum nicht mehr erreicht oder ihr Saugvermögen nachläßt. Die Haltbarkeit des Treibmittels beträgt in der Regel Wochen bis Monate, ja sogar Jahre, und hängt stark von den Betriebsbedingungen der Pumpe ab. Sie wird durch häufiges Pumpen bei hohen Drücken, Absaugen aggressiver Dämpfe und durch länger anhaltende Lufteinbrüche beschränkt (dies gilt nicht für Silikonöl und Quecksilber).

Bei Öl-Diffusions- und Dampfstrahlpumpen wird die Gefährdung des Treibmittels durch Lufteinbrüche bei heißer Pumpe häufig überschätzt. Bei gelegentlich auftretenden, kurzzeitigen Lufteinbrüchen bis auf Atmosphärendruck wird Silikonöl gar nicht, das Treibmittel DIFFELEN nur wenig angegriffen. Die Produkte mit erheblich höherem Dampfdruck, die durch Oxidation entstehen, werden durch die Fraktionierungs- und die Entgasungseinrichtung der Pumpe (siehe Abschn. 2.1.6.1.) in kurzer Zeit wieder entfernt. Selbst wenn das ursprünglich helle Treibmittel durch Lufteinbrüche gebräunt ist, braucht es noch nicht unbrauchbar geworden zu sein; ist das Treibmittel allerdings trübe und außerdem noch zäher geworden, was nach Lufteinbrüchen, die mehrere Minuten dauern, der Fall sein kann, so ist ein Treibmittelwechsel erforderlich. Unter Umständen kann durch Crackprodukte aus dem Treibmittel auch das Öl der Vorpumpe unbrauchbar werden, so daß auch hier ein Ölwechsel vorgenommen werden muß.

Quecksilber-Diffusions- und -Dampfstrahlpumpen sind gegen Lufteinbrüche weniger empfindlich als Öl-Diffusionspumpen. Die durch Lufteinbrüche verursachte Oxidation des heißen Quecksilbers ist im Hinblick auf das Betriebsverhalten der Pumpe gegenüber dem Quecksilberverlust in die Vorpumpenleitung hinein vernachlässigbar.

#### Ausführung eines Treibmittelwechsels :

Das Innenteil wird aus der Pumpe herausgezogen und das verschmutzte Treibmittel ausgegossen; dann werden Innenteil und Pumpenkörper mit rückstandsfreiem Waschbenzin gereinigt. Innenteil und Pumpenkörper von Quecksilber-Pumpen sollten zuvor mit einem sauberen Pinsel, Düsenbohrungen mit einer Flaschenbürste gereinigt werden. Man achte darauf, daß alle Düsenöffnungen gut gereinigt sind! Von Vorteil ist es, in einem Trockenofen Lösungsmittelreste abzudampfen. Dann wird das Innenteil wieder eingesetzt und das frische Treibmittel durch den Vorvakuumstutzen eingefüllt. Es ist darauf zu achten, daß die obere Düsenhaube nicht mit Treibmittel benetzt wird! Nicht zuviel Treibmittel einfüllen!

### 8.3.4.2 Betriebsfehler bei Diffusions- und Dampfstrahlpumpen

#### Mögliche Fehlerquellen bei Nichteinreichen des gewünschten Enddruckes

- Kühlwassertemperatur ist zu hoch: Wasserdurchlauf ist ungenügend. Der Kühlwasserfluß soll stets durch einen Wasserströmungswächter überprüft werden, um die Pumpe vor Schaden zu schützen. Abhilfe: Austrittstemperatur des Kühlwassers messen (sie sollte 30°C nicht überschreiten). Kühlwasserdurchfluß vergrößern. Eventuell Kühlwasserschlangen der Pumpe entkalken.
- Vorvakuumdruck ist zu hoch: Dies ist besonders dann möglich, wenn Dämpfe, die entweder abgepumpt werden oder als Crackprodukte des Treibmittels (z. B. bei Lufteinbrüchen) entstehen, in die Vorpumpe gelangen. Vorvakuumdruck bei abgetrennter Öl-Diffusionspumpe kontrollieren. Abhilfe: Vorvakumpumpe längere Zeit mit Gasballast betreiben. Falls dies nicht ausreicht, muß das Öl der Vorpumpe gewechselt werden.
- Treibmittel der Diffusionspumpe verbraucht oder unbrauchbar: Treibmittel wechseln.
- Heizung ist falsch: Heizleistung kontrollieren, außerdem guten Wärmekontakt zwischen Heizplatte und Boden des Siedegefäßes überprüfen. Eventuell Heizung auswechseln.

#### • Undichtheiten, Verschmutzung:

Abhilfe: Wenn die Pumpe durch Dämpfe verunreinigt ist, kann es helfen, wenn mit einem Dosierventil einige Zeit etwas Luft durch die Apparatur geleitet wird; hierbei sollte der Druck bei Verwendung von DIFFELEN nicht über  $10^{-2}$  mbar steigen.

- Meßsystem gealtert oder verschmutzt (siehe Abschnitt 8.4.2)

#### Mögliche Fehlerquellen bei ungenügendem Saugvermögen :

- Vorvakuumdruck ist zu hoch: Vorvakuum kontrollieren, Gasballastpumpe längere Zeit mit geöffnetem Gasballastventil laufen lassen. Eventuell ist ein Ölwechsel der Vorpumpe erforderlich.
- Treibmittel der Diffusionspumpe ist unbrauchbar geworden: Treibmittelwechsel ist erforderlich.
- Düsen der Diffusionspumpe sind verstopft: Diffusionspumpe reinigen.
- Heizung ist zu schwach: Heizleistung kontrollieren, Heizplatte auf guten Wärmekontakt mit dem Boden des Siedegefäßes überprüfen.
- Im Rezipienten sind Substanzen vorhanden, die einen höheren Dampfdruck als das verwendete Treibmittel haben: Hierzu gehört z. B. Quecksilber, das besonders gefährlich ist, weil die Quecksilberdämpfe mit den Nichteisenmetallen der Öl-Diffusionspumpe Amalgame bilden und dadurch das Erreichen einwandfreier Vakua unmöglich machen.

## 8.3.5 Adsorptionspumpen

### 8.3.5.1 Verringerung der Adsorptionskapazität

Eine erhebliche Verminderung des Saugvermögens und Nichteinreichen des normalerweise erreichbaren Enddrucks trotz vorhergegangener thermischer Regenerierung deutet darauf hin, daß das verwendete Zeolith durch Fremdstoffe verunreinigt ist. Es ist nicht sinnvoll, das verunreinigte Zeolith durch besondere thermische Prozesse wieder brauchbar machen zu wollen. Das Zeolith sollte ausgewechselt werden.

### 8.3.5.2 Auswechseln des Molekularsiebes

Vor dem Einfüllen des neuen Zeoliths muß die Adsorptionspumpe mit Lösungsmitteln gründlich ausgewaschen werden. Vor Inbetriebnahme der mit frischem Zeolith gefüllten Adsorptionspumpe sollte ferner die Zeolithfüllung mit Hilfe des zu der Pumpe gehörigen Heizstabes unter Vakuum mehrere Stunden ausgeheizt werden, damit Verunreinigungen, die sich möglicherweise während der Lagerzeit angesammelt haben, entweichen können.

### 8.3.6 Titan-Verdampferpumpen

Jede der drei Wendeln des Titan-Verdampfers enthält ungefähr 1,2 g nutzbaren Titanvorrat. Bei einem Heizstrom von 50 A beträgt die Oberflächentemperatur etwa 1850 K, die Verdampfungsrate ungefähr 0,12 g/h, d. h. eine Wendel kann etwa 10 Stunden kontinuierlich betrieben werden. Da man bei Drücken unter  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar nicht kontinuierlich, sondern nur in Zeitabständen verdampft, die bei niedrigen Drücken (unter  $5 \cdot 10^{-8}$  mbar) und geringem Gasanfall bereits das mehr als 10-fache der echten Verdampfungszeit betragen, kann bei  $10^{-10}$  mbar Arbeitsdruck pro Wendel eine Pumpzeit von fast einem Monat erreicht werden.

Das effektive Saugvermögen einer Titanverdampferpumpe hängt von der Getterschirmfläche und der Geometrie der Ansaugöffnung ab. Das flächenbezogene Saugvermögen der Getterschirmfläche ist abhängig von der Gasart und der Getterschirmtemperatur. Da z. B. Edelgase überhaupt nicht gepumpt werden, sollen Titanverdampferpumpen immer mit einer zusätzlichen Pumpe (Ionen-Zerstäuberpumpe, Turbo-Molekularpumpe) kombiniert werden, die diese Gasanteile abpumpt. Die Zusatzpumpe kann sehr viel kleiner als die Titanverdampferpumpe sein. Nur in wenigen Sonderfällen kann man auf die Zusatzpumpe verzichten.

Die Wahl des Kühlmittels richtet sich nach den Arbeitsbedingungen und den Anforderungen an den Enddruck. Bei hohen Drucken über  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar wird durch häufiges Verdampfen dem Getterschirm mehr Wärme zugeführt. Deshalb ist eine Flüssig-Stickstoffkühlung günstiger. Bei niedrigen Drücken kann eine Wasserkühlung ausrei-

chend sein. Vor dem Belüften ist der Getterschirm möglichst auf Raumtemperatur zu erwärmen, sonst sammelt sich Luftfeuchtigkeit an der Oberfläche.

### 8.3.7 Ionen-Zerstäuberpumpen

Ionen-Zerstäuberpumpen arbeiten mit Hochspannung. Einbau und Anschluß sollen nur unter Verantwortung eines Fachmannes vorgenommen werden. Die Gebrauchsanweisung ist zu beachten!

Die Lebensdauer der Ionen-Zerstäuberpumpen hängt linear vom Betriebsdruck der Pumpe ab. Für Pumpen von Leybold gilt:

$$p \cdot T = 45 \cdot 10^{-3} \text{ mbar} \cdot \text{h}$$

(p = Betriebsdruck, T = Lebensdauer)

Das heißt für einen Betriebsdruck von

$10^{-3}$  mbar ist die Lebensdauer 45 Stunden  
 $10^{-6}$  mbar ist die Lebensdauer 45.000 Stunden  
 $10^{-9}$  mbar ist die Lebensdauer 45.000.000 Stunden.

Wird eine Triodenpumpe für längere Zeit nicht gebraucht, kann sie entweder bei niedrigem Druck praktisch ohne einen Einfluß auf die Lebensdauer ständig weiterlaufen oder sie wird belüftet, ausgebaut und staubdicht abgedeckt. Das Startverhalten der IZ-Pumpen (Trieden) von LEYBOLD ist so gut, daß auch nach längerer Aufbewahrungszeit bei erneuter Inbetriebnahme keine Probleme entstehen.

Bei Einbau der IZ-Pumpen achtet man darauf, daß die magnetischen Streufelder nicht die Funktion von anderen Apparaturen (Ionisations-Vakuummeter, Partialdruck-Meßgerät usw.) beeinflussen. Halteworrichtungen für die IZ-Pumpen dürfen nicht den Induktionsfluß kurzschließen und damit Luftpaltinduktion und Saugvermögen schwächen.

Ist der erreichbare Enddruck trotz einwandfrei vakuumdichter Apparatur unbefriedigend, genügt meist ein Ausheizen der angeschlossenen Apparatur auf ungefähr 200 – 250°C. Wenn der Druck dabei auf etwa  $1 \cdot 10^{-5}$  mbar ansteigt, wird die IZ-Pumpe bei Abpumpen des Gases nach 2 Stunden so heiß, daß man sie nicht zusätzlich zu heizen braucht. Man kann auch die Pumpe durch Lufteinlaß für 2 Stunden bei  $10^{-5}$  mbar auf diese Weise erwärmen, bevor die übrige Apparatur dann anschließend ausgeheizt wird. Ist der Enddruck immer noch unbefriedigend, muß

die Pumpe selbst einige Stunden bei 250 – 300°C ausgeheizt werden (nicht höher als 350°C!). Die Pumpe soll währenddessen unbedingt in Betrieb bleiben! Wenn der Druck über  $5 \cdot 10^{-5}$  mbar steigt, muß entweder langsamer aufgeheizt oder eine Hilfspumpe angeschlossen werden. Vor dem Belüften soll man einer heißen IZ-Pumpe Zeit lassen, zumindest bis 150°C abzukühlen.

## 8.4. Hinweise zum Arbeiten mit Vakuummetern

### 8.4.1 Hinweise zum Einbau von Vakuummeter-Meßsystemen

Hierbei sind sowohl die äußeren Verhältnisse in der nächsten Umgebung der Vakuumapparatur als auch die Betriebsbedingungen der Apparatur (z. B. Arbeitsdruck, Zusammensetzung des Gasinhaltes) maßgebend. Zunächst ist darauf zu achten, ob das einzubauende Meßsystem lageempfindlich ist. Manche Meßröhren dürfen nur senkrecht mit dem Vakuumflansch unten eingebaut werden um zu verhindern, daß sich Kondensate, Metallflitter, Abrieb in der Meßröhre ansammeln oder gar Kleinteile wie kleine Schräubchen in die Röhre / das Meßsystem hineinfallen. Auch können sich heiße Glühfäden unzulässig durchbiegen und elektrische Kurzschlüsse im Meßsystem verursachen. Daraus resultiert die allgemeine Regel: **Sensoren möglichst senkrecht und unten offen einbauen**. Sehr wichtig ist es weiterhin, Meßsysteme möglichst an solchen Stellen des Vakuumsystems einzubauen, die während des Betriebes erschütterungsfrei sind.

Die Außentemperatur muß berücksichtigt werden, vor allem muß vermieden werden, daß heiße Öfen oder andere intensive Strahlungsquellen für das Meßsystem eine Umgebungstemperatur erzeugen, die über der jeweils zulässigen Grenze liegt. Zu hohe Umgebungstemperaturen führen bei Wärmeleitungs-Vakuummeter-Röhren zu falschen Druckanzeigen.

### 8.4.2 Verschmutzung des Meßsystems und ihre Beseitigung

Die in der Vakuumtechnik zur Druckmessung verwendeten Vakuummeter arbeiten durchwegs unter unsauberen Bedingun-

gen. Dies ist verständlich, denn eine Vakuumapparatur oder -anlage dient ja nicht dazu lediglich niedrige Drücke zu erzeugen, sondern in erster Linie dazu, um bei niedrigen Drücken chemische, metallurgische oder kernphysikalische Prozesse ablaufen zu lassen. Dabei werden je nach der Art des Prozesses entweder kontinuierlich oder stoßweise zum Teil erhebliche Mengen an Gasen oder Dämpfen frei, die auf die im Vakuumsystem eingebauten, zur Druckmessung vorgesehenen Meßsysteme gelangen und durch Oberflächenreaktionen oder auch durch bloße Anlagerung die Druckmessung beträchtlich verfälschen können. Dies trifft für alle Arten von Vakuummetern zu, wobei natürlich Meßsysteme hoher Meßempfindlichkeit und Meßgenauigkeit für Verschmutzung durch die genannten Ursachen besonders anfällig sind. Man kann versuchen, durch geeignete Abschirmungen die Meßsysteme vor Verschmutzung zu schützen. Dies führt jedoch oft dazu, daß der mit dem zwar sauberen Meßsystem gemessene Druck von dem tatsächlich herrschenden Druck erheblich abweicht.

Die Verschmutzung des Meßsystems eines Vakuummeters läßt sich grundsätzlich nicht vermeiden. Man muß also dafür sorgen, daß:

- der Einfluß der Verschmutzung auf die Druckmessung möglichst gering bleibt und
- das Meßsystem sich leicht reinigen läßt.

Diese beiden Bedingungen sind bei den meisten Vakuummetern in der Praxis nicht leicht zu erfüllen.

Eine Verschmutzung bewirkt bei Kompressions-Vakuummetern eine falsche, unkontrollierbare Druckanzeige. Verschmutzte THERMOVAC-Röhren zeigen im unteren Meßbereich einen zu hohen Druck an, weil die Oberfläche des heißen Drahtes sich verändert hat. Beim Penning-Vakuummeter täuscht Verschmutzung einen viel zu niedrigen Druck vor, weil die Entladungsströme kleiner werden. Bei Ioniisations-Vakuummetern mit heißer Kathode können Elektroden und Röhrenwand verschmutzt werden, was unter Umständen eine Verringerung der Isolationswiderstände zur Folge haben kann. Hier aber können die Meßsysteme meist durch Stromdurchgang oder Elektronenbombardement ausgeheizt und ent gast

werden, ganz abgesehen davon, daß Ioni sations-Vakuummeter vielfach im Ultrahochvakuum eingesetzt werden, wo aus anderen Gründen auf saubere Verhältnisse geachtet werden muß.

### 8.4.3 Einfluß magnetischer und elektrischer Felder

Bei allen Meßinstrumenten, die als Meßprinzip die Ionisierungswahrscheinlichkeit von Gasmolekülen verwenden (Kaltkathoden- und Glühkathoden-Ionisations-Vakuummeter), können starke magnetische Streufelder oder elektrische Potentiale die Druckanzeige stark verändern. Bei tiefen Drücken können auch Wandpotentiale, die vom Kathodenpotential abweichen, den Ionenfängerstrom beeinflussen.

Bei Vakuum-Meßsystemen, die im Hoch- und Ultrahochvakuum eingesetzt werden, muß besonders darauf geachtet werden, daß die erforderliche hohe Isolation von Hochspannungselektroden und Ionenfängern auch während des Betriebes, ja manchmal sogar während des Ausheizens, erhalten bleibt. Isolationsfehler können sowohl in der äußeren Zuleitung als auch im Meßsystem selbst auftreten. Ist die Auf fängerleitung nicht hinreichend isoliert, so können Kriechströme – namentlich bei niedrigen Drücken – zu hohe Druckwerte vortäuschen. Wegen der sehr geringen Ionenfängerströme muß diese Leitung beson ders gut isoliert sein. Auch innerhalb der Meßröhre können Kriechströme auftreten, wenn der Auffänger nicht wirkungsvoll gegen die übrigen Elektroden abgeschirmt ist.

Ein häufig begangener Fehler beim An schlüß von Meßröhren an das Vakuum system ist die Verwendung unzulässig langer und enger Verbindungsleitungen. Ihr Leitwert muß unbedingt so groß wie mög lich gehalten werden. Am günstigsten ver wendet man Einbaumeßsysteme. Bei Verwendung von Verbindungsleitungen ge ringen Leitwertes kann die Druckanzeige je nach der Sauberkeit der Meßröhren und der Verbindungsleitung entweder zu hoch oder zu niedrig sein. Hierbei sind Meßfehler um mehr als eine Größenordnung mög lich! In ausheizbaren Anlagen ist dafür zu sorgen, daß auch die Verbindungsleitung ausgeheizt wird.

### 8.4.4 Verbindungen, Netzgeräte, Meßsysteme

Die Meßkabel (Verbindungskabel zwischen Sensor und Vakuummeter-Betriebsgerät) sind durchweg 2 m lang. Sollen, etwa beim Einbau in Schalttafeln, längere Meßkabel verwendet werden, so ist zu untersuchen, ob dadurch die Druckanzeige verfälscht werden kann. Angaben über die Verwen dungsmöglichkeiten von Kabel-Überlängen können bei unserer Technischen Be ratung eingeholt werden.

## 9. Tabellen, Formeln, Nomogramme, Diagramme, Bildzeichen

Einheit	$N \cdot m^{-2}$ , Pa <sup>2)</sup>	mbar	bar	Torr
1 N · m <sup>-2</sup> (= 1 Pa)	1	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$7,5 \cdot 10^{-3}$
1 mbar	100	1	$1 \cdot 10^{-3}$	0,75
1 bar	$1 \cdot 10^5$	$1 \cdot 10^3$	1	750
1 Torr <sup>3)</sup>	133	1,33	$1,33 \cdot 10^{-3}$	1

1) Das Torr ist in der Tabelle nur deshalb aufgenommen worden, um den Übergang von dieser allgewohnten Einheit auf die gesetzlichen Einheiten N · m<sup>-2</sup>, mbar und bar zu erleichtern. In Zukunft dürfen die Druckeinheiten Torr, mm-Wasserwüle (mm WS), mm-Quecksilbersäule (mm Hg), % Vakuum, technische Atmosphäre (at), physikalische Atmosphäre (atm), Atmosphäre absolut (ata), Atmosphäre Überdruck (atü), Atmosphäre Unterdruck (atu) nicht mehr verwendet werden. In diesem Zusammenhang sei auf DIN 1314 verwiesen.  
2) Die Einheit Newton durch Quadratmeter ( $N \cdot m^{-2}$ ) wird auch mit Pascal (Pa) bezeichnet:  $1 N \cdot m^{-2} = 1 Pa$   
Newton durch Quadratmeter oder Pascal ist die SI-Einheit des Druckes von Fluiden.  
3) 1 Torr =  $\frac{1}{100}$  mbar;  $\frac{1}{133}$  Torr = 1 mbar.

Tabelle I: Die gesetzlichen Druckeinheiten sowie das Torr<sup>1)</sup> und ihre Umrechnung

Abk.	Gas	$C^* = \lambda \cdot p$ [cm · mbar]
H <sub>2</sub>	Wasserstoff	$12,00 \cdot 10^{-3}$
He	Helium	$18,00 \cdot 10^{-3}$
Ne	Neon	$12,30 \cdot 10^{-3}$
Ar	Argon	$6,40 \cdot 10^{-3}$
Kr	Krypton	$4,80 \cdot 10^{-3}$
Xe	Xenon	$3,60 \cdot 10^{-3}$
Hg	Quecksilber	$3,05 \cdot 10^{-3}$
O <sub>2</sub>	Sauerstoff	$6,50 \cdot 10^{-3}$
N <sub>2</sub>	Stickstoff	$6,10 \cdot 10^{-3}$
HCl	Chlorwasserstoff	$4,35 \cdot 10^{-3}$
CO <sub>2</sub>	Kohlendioxid	$3,95 \cdot 10^{-3}$
H <sub>2</sub> O	Wasser dampf	$3,95 \cdot 10^{-3}$
NH <sub>3</sub>	Ammoniak	$4,60 \cdot 10^{-3}$
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	Äthylalkohol	$2,10 \cdot 10^{-3}$
Cl	Chlor	$3,05 \cdot 10^{-3}$
Luft	Luft	$6,67 \cdot 10^{-3}$

Tabelle III: Mittlere freie Weglänge  $\lambda$

Werte des Produktes  $c^*$  aus mittlerer freier Weglänge  $\lambda$  und Druck  $p$  für verschiedene Gase bei 20°C (s. auch Abb. 9.1)

$1 \downarrow = \dots \rightarrow$	mbar	Pa (N/m <sup>3</sup> )	dyn · cm <sup>-2</sup> (μbar)	atm (phys.)	Torr (mm Hg)	inch Hg	Micron (μ)	cm H <sub>2</sub> O	kp · cm <sup>-2</sup> (at tech.)	lb · in <sup>-2</sup> (psi)	lb · ft <sup>-2</sup>
mbar	1	$10^2$	$10^3$	$9,87 \cdot 10^{-4}$	0,75	$2,953 \cdot 10^{-2}$	$7,5 \cdot 10^2$	1,02	$1,02 \cdot 10^{-3}$	$1,45 \cdot 10^{-2}$	2,089
Pa	$10^{-2}$	1	10	$9,87 \cdot 10^{-6}$	$7,5 \cdot 10^{-3}$	$2,953 \cdot 10^{-4}$	7,5	$1,02 \cdot 10^{-2}$	$1,02 \cdot 10^{-5}$	$1,45 \cdot 10^{-4}$	$2,089 \cdot 10^{-2}$
μbar	$10^{-3}$	0,1	1	$9,87 \cdot 10^{-7}$	$7,5 \cdot 10^{-4}$	$2,953 \cdot 10^{-5}$	$7,5 \cdot 10^{-1}$	$1,02 \cdot 10^{-3}$	$1,02 \cdot 10^{-6}$	$1,45 \cdot 10^{-5}$	$2,089 \cdot 10^{-3}$
atm	1013	$1,01 \cdot 10^5$	$1,01 \cdot 10^6$	1	760	29,92	$7,6 \cdot 10^5$	$1,03 \cdot 10^3$	1,033	14,697	2116,4
Torr	1,33	$1,33 \cdot 10^2$	$1,33 \cdot 10^3$	$1,316 \cdot 10^{-3}$	1	$3,937 \cdot 10^{-2}$	$10^3$	1,3595	$1,36 \cdot 10^{-3}$	$1,934 \cdot 10^{-2}$	2,7847
in Hg	33,86	$33,9 \cdot 10^2$	$33,9 \cdot 10^3$	$3,342 \cdot 10^{-2}$	25,4	1	$2,54 \cdot 10^4$	34,53	$3,453 \cdot 10^{-2}$	0,48115	70,731
μ	$1,33 \cdot 10^{-3}$	$1,33 \cdot 10^{-1}$	1,333	$1,316 \cdot 10^{-6}$	$10^{-3}$	$3,937 \cdot 10^{-5}$	1	$1,36 \cdot 10^{-3}$	$1,36 \cdot 10^{-6}$	$1,934 \cdot 10^{-5}$	$2,785 \cdot 10^{-3}$
cm H <sub>2</sub> O	0,9807	98,07	980,7	$9,678 \cdot 10^{-4}$	0,7356	$2,896 \cdot 10^{-2}$	$7,36 \cdot 10^2$	1	$10^{-3}$	1,422 · 10 <sup>-2</sup>	2,0483
at	$9,81 \cdot 10^2$	$9,81 \cdot 10^4$	$9,81 \cdot 10^5$	0,968	$7,36 \cdot 10^2$	28,96	$7,36 \cdot 10^5$	$10^3$	1	14,22	2048,3
psi	68,95	$68,95 \cdot 10^2$	$68,95 \cdot 10^3$	$6,804 \cdot 10^{-2}$	51,71	2,036	$51,71 \cdot 10^3$	70,31	$7,03 \cdot 10^{-2}$	1	$1,44 \cdot 10^2$
lb · ft <sup>-2</sup>	0,4788	47,88	478,8	$4,725 \cdot 10^{-4}$	0,3591	$1,414 \cdot 10^{-2}$	359,1	0,488	$4,88 \cdot 10^{-4}$	$6,94 \cdot 10^{-3}$	1

Normalbedingungen: 0°C und Meeressniveau also  $p = 1013$  mbar = 760 mm Hg = 760 Torr = 1 atm

in Hg = inch of mercury = Zoll Quecksilbersäule; 1 mTorr (Millitorr) =  $10^{-3}$  Torr = 1 μ (Micron ... μm Hg Säule)

Pound per square inch = lb · in<sup>-2</sup> = lb/sqin = psi (psig = psi gauge ... Überdruck, Manometerablesung; psia = psi absolute ... Absolutdruck)

Pound per square foot = lb/sqft = lb · ft<sup>-2</sup>; kgf/sqcm<sup>2</sup> = kg force per square cm = kp · cm<sup>-2</sup> = at; analog dazu auch: lbf/sqin = psi

1 dyn · cm<sup>-2</sup> (cgs) = 1 μbar (Mikrobar) = 1 barye; 1 bar = 0,1 MPa; 1 cm WS (cm Wassersäule = g/cm<sup>2</sup> bei 4°C) = 1 Ger (Guericke, engl. Geryk)

atm ... physikalische Atmosphäre – at ... technische Atmosphäre; 100 – (x mbar / 10,13) = y % Vakuum

Tabelle II: Umrechnung von Druckeinheiten

Größe	Größengleichung	Zahlenwertgleichung	Werte für Luft und 20°C
Wahrscheinlichste Teilchengeschwindigkeit $c_w$	$c_w = \sqrt{\frac{2 \cdot R \cdot T}{M}}$	$c_w = 1,29 \cdot 10^4 \sqrt{\frac{T}{M}} \frac{\text{cm}}{\text{s}}$	$c_w = 410 \text{ [m/s]}$
Mittlere Teilchengeschwindigkeit $\bar{c}$	$\bar{c} = \sqrt{\frac{8 \cdot R \cdot T}{\pi \cdot M}}$	$\bar{c} = 1,46 \cdot 10^4 \sqrt{\frac{T}{M}} \frac{\text{cm}}{\text{s}}$	$\bar{c} = 464 \text{ [m/s]}$
Mittleres Geschwindigkeitsquadrat $\bar{c}^2$ der Teilchen	$\bar{c}^2 = \frac{3 \cdot R \cdot T}{M}$	$\bar{c}^2 = 2,49 \cdot 10^8 \frac{T}{M} \frac{\text{cm}^2}{\text{s}^2}$	$\bar{c}^2 = 25,16 \cdot 10^4 \frac{\text{cm}^2}{\text{s}^2}$
Gasdruck $p$ der Teilchen	$p = n \cdot k \cdot T$ $p = \frac{1}{3} \cdot n \cdot m_T \cdot \bar{c}^2$ $p = \frac{1}{3} \cdot \frac{n}{m_T} \cdot \bar{c}^2$	$p = 13,80 \cdot 10^{-20} \cdot n \cdot T \text{ [mbar]}$	$p = 4,04 \cdot 10^{-17} \cdot n \text{ [mbar]} \text{ (gilt für alle Gase)}$
Teilchenanzahlichte $n$	$n = p/kT$	$n = 7,25 \cdot 10^{18} \cdot \frac{p}{T} \text{ [cm}^{-3}]$	$p = 2,5 \cdot 10^{16} \cdot p \text{ [cm}^{-3}] \text{ (gilt für alle Gase)}$
Flächenstoßrate $Z_A$	$Z_A = \frac{1}{4} \cdot n \cdot \bar{c}$ $Z_A = \sqrt{\frac{N_A}{2 \cdot \pi \cdot M \cdot k \cdot T}} \cdot p$	$Z_A = 2,63 \cdot 10^{22} \cdot \frac{p}{\sqrt{M \cdot T}} \cdot p \text{ [cm}^{-2} \text{ s}^{-1}]$	$Z_A = 2,85 \cdot 10^{20} \cdot p \text{ [cm}^{-2} \text{ s}^{-1}] \text{ (s. Abb. 78.2)}$
Volumenstoßrate $Z_V$	$Z_V = \frac{1}{2} \cdot \frac{n \cdot \bar{c}}{\lambda}$ $Z_V = \frac{1}{2} \cdot \frac{\sqrt{2 \cdot N_A}}{c^* \cdot \sqrt{M \cdot T}} \cdot p^2$	$Z_V = 5,27 \cdot 10^{22} \cdot \frac{p^2}{c^* \cdot \sqrt{M \cdot T}} \text{ [cm}^{-3} \text{ s}^{-1}]$	$Z_V = 8,6 \cdot 10^{22} \cdot p^2 \text{ [cm}^{-3} \text{ s}^{-1}] \text{ (s. Abb. 78.2)}$
Zustandsgleichung für ideale Gase	$p \cdot V = v \cdot R \cdot T$	$p \cdot V = 83,14 \cdot v \cdot T \text{ mbar} \cdot \text{cm}^{-3}$	$p \cdot V = 2,44 \cdot 10^4 v \text{ [mbar} \cdot \text{cm}^{-3}] \text{ (für alle Gase)}$
Flächenbezogener Massenstrom $q_{m, A}$	$q_{m, A} = Z_A \cdot m_T = \sqrt{\frac{M}{2 \cdot \pi \cdot k \cdot T \cdot N_A}} p$	$Q_{m, A} = 4,377 \cdot 10^{-2} \sqrt{\frac{M}{T}} \cdot p \text{ [g cm}^{-2} \text{ s}^{-1}]$	$q_{m, A} = 1,38 \cdot 10^{-2} \cdot p \text{ g cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$
$c^* = \lambda \cdot p$ in cm · mbar (s. Tab. III) k Boltzmannkonstante in mbar · I · K <sup>-1</sup>		$\lambda$ mittlere freie Weglänge in cm M molare Masse in g · mol <sup>-1</sup> $m_T$ Teilchenmasse in g	$N_A$ Avogadro Zahl in mol <sup>-1</sup> n Teilchenanzahlichte in cm <sup>-3</sup> v Stoffmenge in mol
		$R$ Gasdruck in mbar V Volumen in $\text{m}^3$	$p$ Gasdruck in mbar T thermodynamische Temperatur in K

Tabelle IV: Zusammenstellung wichtiger gaskinetischer Formeln

# Tabellen, Formeln, Diagramme

Benennung alphabetisch	Formel-Zeichen	Zahlenwert und Einheit	Bemerkung
Atomare Masseneinheit	$m_u$	$1,6605 \cdot 10^{-27} \text{ kg}$	
Avogadro-Konstante	$N_A$	$6,0225 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$	Teilchenanzahl je Mol, früher: Loschmidt'sche Zahl
Boltzmann-Konstante	$k$	$1,3805 \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$	
		$13,805 \cdot 10^{-23} \frac{\text{mbar} \cdot \text{K}}{\text{J}}$	
Elektronenruhmasse	$m_e$	$9,1091 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$	
Elementarladung	$e$	$1,6021 \cdot 10^{-19} \text{ A} \cdot \text{s}$	
Molare Gaskonstante	$R$	$8,314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$	
		$= 83,14 \frac{\text{mbar} \cdot \text{K}}{\text{mol} \cdot \text{K}}$	$R = N_A \cdot k$
Molares Normvolumen eines idealen Gases	$V_0$	$22,414 \text{ m}^3 \text{ kmol}^{-1}$	DIN 1343; früher: Molvolumen
Normfallbeschleunigung	$g_n$	$9,8066 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$	bei $0^\circ\text{C}$ und 1013 mbar
Planck-Konstante	$h$	$6,6256 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$	
Stefan-Boltzmann-Konstante	$\sigma$	$5,669 \cdot 10^{-8} \frac{\text{W}}{\text{m}^2 \text{ K}^4}$	auch: Strahlungszahl, Strahlungskonstante
Spezifische Elektronenladung	$\frac{-e}{m_e}$	$-1,7588 \cdot 10^{11} \frac{\text{A} \cdot \text{s}}{\text{kg}}$	
Vakuum-Lichtgeschwindigkeit	$c$	$2,9979 \cdot 10^8 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$	
Normdichte eines Gases	$\rho_n$	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	Dichte bei $\vartheta = 0^\circ\text{C}$ und $p_n = 1013 \text{ mbar}$
Normdruck	$p_n$	$101,325 \text{ Pa} = 1013 \text{ mbar}$	DIN 1343 (Nov. 75)
Normtemperatur	$T_n$	$T_n = 273,15 \text{ K}, \vartheta = 0^\circ\text{C}$	DIN 1343 (Nov. 75)

Tabelle V: Wichtige Zahlenwerte

Maßeinheit	$\text{~} \cdot \text{s}^{-1}$	$\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$	$\text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$	$\text{cuft min}^{-1}$
$1 \text{~} \cdot \text{s}^{-1}$	1	3,6	1000	2,12
$1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$	0,2778	1	277,8	0,589
$1 \text{ cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$	$10^{-3}$	$3,6 \cdot 10^{-3}$	1	$2,1 \cdot 10^{-3}$
$1 \text{ cuft} \cdot \text{min}^{-1}$	0,4719	1,699	471,95	1

Tabelle VI: Saugvermögenseinheiten und ihre Umrechnung

$1 \downarrow = \dots \rightarrow$	$\text{mbar} \cdot \text{~s}^{-1}$	$\text{kg} \cdot \text{h}^{-1} (20^\circ\text{C})$	$\text{kg} \cdot \text{h}^{-1} (0^\circ\text{C})$	$\text{cm}^3/\text{h} (\text{NTP})$	$\text{cm}^3/\text{s} (\text{NTP})$	$\text{Torr} \cdot \text{~s}^{-1}$	$\text{g/a (F12, 20^\circ\text{C})}$	$\text{g/a (F12, 25^\circ\text{C})}$	$\mu \cdot \text{cfm}$	$\text{lusec}$	$\text{Pa} \cdot \text{~s}^{-1}$	$\text{slpm}$
$1 \text{ mbar} \cdot \text{~s}^{-1}$	1	$4,28 \cdot 10^{-3}$	$4,59 \cdot 10^{-3}$	3554	0,987	0,75	$1,56 \cdot 10^5$	$1,54 \cdot 10^5$	1593	$7,52 \cdot 10^2$	100	$59,2 \cdot 10^{-3}$
$1 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1} (20^\circ\text{C})$	234	1	1,073	$8,31 \cdot 10^5$	231	175	—	—	$37,2 \cdot 10^4$	$1,75 \cdot 10^5$	$23,4 \cdot 10^3$	13,86
$1 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1} (0^\circ\text{C})$	218	0,932	1	$7,74 \cdot 10^5$	215	163	—	—	$34,6 \cdot 10^4$	$1,63 \cdot 10^5$	$21,8 \cdot 10^3$	12,91
$1 \text{ cm}^3/\text{h} (\text{NTP})$	$2,81 \cdot 10^{-4}$	$1,20 \cdot 10^{-6}$	$1,29 \cdot 10^{-6}$	1	$2,78 \cdot 10^{-4}$	$2,11 \cdot 10^{-4}$	44	—	$44,7 \cdot 10^{-2}$	$2,11 \cdot 10^{-1}$	$2,81 \cdot 10^{-2}$	$1,66 \cdot 10^{-5}$
$1 \text{ cm}^3/\text{s} (\text{NTP})$	1,013	$4,33 \cdot 10^{-3}$	$4,65 \cdot 10^{-3}$	3600	1	0,760	$1,58 \cdot 10^5$	—	1611	760	101	$6 \cdot 10^{-2}$
$1 \text{ Torr} \cdot \text{~s}^{-1}$	1,33	$5,70 \cdot 10^{-3}$	$6,12 \cdot 10^{-3}$	4727	1,32	1	$2,08 \cdot 10^5$	$2,05 \cdot 10^5$	2119	$1 \cdot 10^3$	133	$78,8 \cdot 10^{-3}$
$1 \text{ g/a (F12, 20^\circ\text{C})}$	$6,39 \cdot 10^{-6}$	—	—	$2,27 \cdot 10^{-2}$	$6,31 \cdot 10^{-6}$	$4,80 \cdot 10^{-6}$	1	—	$10,2 \cdot 10^{-3}$	$4,8 \cdot 10^{-3}$	$6,39 \cdot 10^{-4}$	$37,9 \cdot 10^{-8}$
$1 \text{ g/a (F12, 25^\circ\text{C})}$	$6,50 \cdot 10^{-6}$	—	—	—	—	$4,88 \cdot 10^{-6}$	—	1	$10,4 \cdot 10^{-3}$	$4,89 \cdot 10^{-3}$	$6,5 \cdot 10^{-4}$	$38,5 \cdot 10^{-8}$
$1 \mu \cdot \text{cfm}$	$6,28 \cdot 10^{-4}$	$2,69 \cdot 10^{-6}$	$2,89 \cdot 10^{-6}$	2,24	$6,21 \cdot 10^{-4}$	$4,72 \cdot 10^{-4}$	98,16	96,58	1	0,472	$6,28 \cdot 10^{-2}$	$37,2 \cdot 10^{-6}$
$1 \text{ lusec}$	$1,33 \cdot 10^{-3}$	$5,70 \cdot 10^{-6}$	$6,12 \cdot 10^{-6}$	4,737	$1,32 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	208	205	2,12	1	$13,3 \cdot 10^{-2}$	$78,8 \cdot 10^{-6}$
$1 \text{ Pa} \cdot \text{~s}^{-1}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$4,28 \cdot 10^{-5}$	$4,59 \cdot 10^{-5}$	35,54	$9,87 \cdot 10^{-3}$	$7,5 \cdot 10^{-3}$	$1,56 \cdot 10^3$	$1,54 \cdot 10^3$	15,93	7,50	1	$59,2 \cdot 10^{-5}$
$1 \text{ slpm}$	16,88	$72,15 \cdot 10^{-3}$	$77,45 \cdot 10^{-3}$	60,08	$10^3$	16,67	12,69	$2,64 \cdot 10^6$	$2,60 \cdot 10^6$	$26,9 \cdot 10^3$	$12,7 \cdot 10^3$	$16,9 \cdot 10^2$

1  $\text{cm}^3 (\text{NTP}) = 1 \text{ cm}^3$  unter Normalbedingungen ( $T = 273,15 \text{ K}; p = 1013,25 \text{ mbar}$ )  
 NTP = normal temperature and pressure (1 atm;  $0^\circ\text{C}$ )  $R = 83,14 \text{ mbar} \cdot \text{~s}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$   
 1  $\text{cm}^3 (\text{NTP}) \cdot \text{h}^{-1} = 1 \text{ atm} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{h}^{-1} = 1 \text{ Ncm}^3 \cdot \text{h}^{-1} = 1 \text{ std ccc}$   
 SI-System kohärent: 1 Pa  $\cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1} = 10 \text{ mbar} \cdot \text{~s}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ;  $R = 8,314 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ; M in kg/mol  
 1  $\text{cm}^3 (\text{NTP}) \cdot \text{s}^{-1} = 1 \text{ sccs} = 60 \text{ cm}^3 (\text{NTP}) \cdot \text{min}^{-1}$  60 sccm = 60 Ncm $^3 \cdot \text{min}^{-1}$   
 1 lusec =  $1 \text{~s}^{-1} \cdot \mu \cdot \text{s}^{-1}$   $1 \cdot \mu = 1 \text{ micron} = 10^{-3} \text{ Torr}$  1 lusec =  $10^{-3} \text{ Torr} \cdot \text{~s}^{-1}$   
 1 sccm =  $10^{-3} \text{ slpm} = 10^{-3} \text{ N} \cdot \text{~s}^{-1} \cdot \text{min}^{-1} = 60 \text{ sccs}$

Achtung: Anglo-amerikanische Einheiten werden uneinheitlich abgekürzt! Beispiel: Standard cubic centimeter per minute  $\rightarrow$  sccm = sccpm = std ccm = std ccpm

Tabelle VIIa: Umrechnung von Durchfluß ( $Q_{pv}$ )-Einheiten (Leckraten)-Einheiten

$1 \downarrow = \dots \rightarrow$	$\text{mbar} \cdot \text{~s}^{-1}$	$\text{cm}^3/\text{s}^{**}$	$\text{Torr} \cdot \text{~s}^{-1}$	$\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$	$\text{g/a}^{*}$	$\text{oz/yr}^{*}$	$\text{lb/yr}^{*}$	$\text{atm} \cdot \text{ft}^3/\text{min}$	$\mu \cdot \text{~s}^{-1}$	$\mu \cdot \text{ft}^3/\text{h}$	$\mu \cdot \text{ft}^3/\text{min}$
$1 \text{ mbar} \cdot \text{~s}^{-1}$	1	0,987	0,75	$10^{-1}$	$1,56 \cdot 10^5$	$5,5 \cdot 10^3$	$3,4 \cdot 10^2$	$2,10 \cdot 10^{-3}$	$7,52 \cdot 10^2$	$9,56 \cdot 10^4$	1593
$1 \text{ cm}^3/\text{s}^{**}$	1,013	1	0,76	$1,01 \cdot 10^{-1}$	$1,58 \cdot 10^5$	$5,6 \cdot 10^3$	$3,44 \cdot 10^2$	$2,12 \cdot 10^{-3}$	760	$96,6 \cdot 10^3$	1614
$1 \text{ Torr} \cdot \text{~s}^{-1}$	1,33	1,32	1	$1,33 \cdot 10^{-1}$	$2,08 \cdot 10^5$	$7,3 \cdot 10^3$	$4,52 \cdot 10^2$	$2,79 \cdot 10^{-3}$	$10^3$	$1,27 \cdot 10^5$	2119
$1 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$	10	9,9	7,5	1	$1,56 \cdot 10^6$	$5,51 \cdot 10^4$	$3,4 \cdot 10^3$	$2,09 \cdot 10^{-2}$	$7,5 \cdot 10^3$	$9,54 \cdot 10^5$	$15,9 \cdot 10^3$
$1 \text{ g/a}^{*}$	$6,39 \cdot 10^{-6}$	$6,31 \cdot 10^{-6}$	$4,80 \cdot 10^{-6}$	$6,41 \cdot 10^{-7}$	1	$3,5 \cdot 10^{-2}$	$2,17 \cdot 10^{-3}$	$1,34 \cdot 10^{-8}$	$4,8 \cdot 10^{-3}$	0,612	$10,2 \cdot 10^{-3}$
$1 \text{ oz/yr}^{*}$	$1,82 \cdot 10^{-4}$	$1,79 \cdot 10^{-4}$	$1,36 \cdot 10^{-4}$	$1,82 \cdot 10^{-5}$	28,33	1	$6,18 \cdot 10^{-2}$	$3,80 \cdot 10^{-7}$	0,136	17,34	0,289
$1 \text{ lb/yr}^{*}$	$2,94 \cdot 10^{-3}$	$2,86 \cdot 10^{-3}$	$2,17 \cdot 10^{-3}$	$2,94 \cdot 10^{-4}$	$4,57 \cdot 10^2$	16	1	$6,17 \cdot 10^{-6}$	2,18	280	4,68
$1 \text{ atm} \cdot \text{ft}^3/\text{min}$	$4,77 \cdot 10^2$	$4,72 \cdot 10^2$	$3,58 \cdot 10^2$	47,7	$7,46 \cdot 10^7$	$2,63 \cdot 10^6$	$1,62 \cdot 10^5$	1	$3,58 \cdot 10^5$	$4,55 \cdot 10^7$	$7,60 \cdot 10^5$
$1 \mu \cdot \text{~s}^{-1}$	$1,33 \cdot 10^{-3}$	$1,32 \cdot 10^{-3}$	$10^{-3}$	$1,33 \cdot 10^{-4}$	208	7,34	$4,52 \cdot 10^{-1}$	$2,79 \cdot 10^{-6}$	1	127	2,12
$1 \mu \cdot \text{ft}^3/\text{h}$	$1,05 \cdot 10^{-5}$	$1,04 \cdot 10^{-5}$	$7,87 \cdot 10^{-6}$	$1,05 \cdot 10^{-6}$	1,63	$5,77 \cdot 10^{-2}$	$3,57 \cdot 10^{-3}$	$2,20 \cdot 10^{-8}$	$7,86 \cdot 10^{-3}$	1	$1,67 \cdot 10^{-2}$
$1 \mu \cdot \text{ft}^3/\text{min}$	$6,28 \cdot 10^{-4}$	$6,20 \cdot 10^{-4}$	$4,72 \cdot 10^{-4}$	$6,28 \cdot 10^{-5}$	98	3,46	$2,14 \cdot 10^{-1}$	$1,32 \cdot 10^{-6}$	0,472	60	1

$1 \mu \cdot \text{ft}^3 \cdot \text{h}^{-1} = 1,04 \cdot 10^{-5} \text{ std cc per second}$   
 $1 \text{ cm}^3 \cdot \text{s}^{-1} (\text{NTP}) = 1 \text{ atm} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1} = 1 \text{ sccc} \cdot \text{s}^{-1}$   
 $1 \text{ atm} \cdot \text{ft}^3 \cdot \text{min}^{-1} = 1 \text{ cfm (NTP)}$   
 $1 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} = 1 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$  (anglo-amerik.) =  $10^3 \text{ Pa} \cdot \text{~s}^{-1}$   
 $(*) F12 (20^\circ\text{C}) \text{ CCl}_2\text{F}_2 \text{ M} = 120,92 \text{ g/mol}$   
 $(**) \text{ NTP) normal temperature and pressure 1 atm und } 0^\circ\text{C}$

Tabelle VIIb: Umrechnung von Durchfluß ( $Q_{pv}$ )-Einheiten (Leckraten)-Einheiten

	Gew. Prozente	Volumen-Prozente	Partialdruck mbar
N <sub>2</sub>	75,51	78,1	792
O <sub>2</sub>	23,01	20,93	212
Ar	1,29	0,93	9,47
CO <sub>2</sub>	0,04	0,03	0,31
Ne	1,2 · 10 <sup>-3</sup>	1,8 · 10 <sup>-3</sup>	1,9 · 10 <sup>-2</sup>
He	7 · 10 <sup>-5</sup>	7 · 10 <sup>-5</sup>	5,3 · 10 <sup>-3</sup>
CH <sub>4</sub>	2 · 10 <sup>-4</sup>	2 · 10 <sup>-4</sup>	2 · 10 <sup>-3</sup>
Kr	3 · 10 <sup>-4</sup>	1,1 · 10 <sup>-4</sup>	1,1 · 10 <sup>-3</sup>
N <sub>2</sub> O	6 · 10 <sup>-5</sup>	5 · 10 <sup>-5</sup>	5 · 10 <sup>-4</sup>
H <sub>2</sub>	5 · 10 <sup>-6</sup>	5 · 10 <sup>-5</sup>	5 · 10 <sup>-4</sup>
Xe	4 · 10 <sup>-5</sup>	8,7 · 10 <sup>-6</sup>	9 · 10 <sup>-5</sup>
O <sub>3</sub>	9 · 10 <sup>-6</sup>	7 · 10 <sup>-6</sup>	7 · 10 <sup>-5</sup>
	Σ 100%	Σ 100%	Σ 1013
50% RH bei 20°C	1,6	1,15	11,7

**Hinweis:** Bei der Zusammensetzung der Luft-Atmosphäre wird die relative Feuchtigkeit (RH) unter Angabe der Temperatur gesondert aufgeführt.  
Der am Barometer abgelesene Luftdruck beträgt bei der angegebenen relativen Feuchtigkeit und Temperatur somit 1024 mbar.

Tabelle VIII: Zusammensetzung der atmosphärischen Luft

	Grobvakuum	Feinvakuum	Hochvakuum	Ultrahochvakuum
Druck	p [mbar]	1013 – 1	1 – 10 <sup>-3</sup>	10 <sup>-3</sup> – 10 <sup>-7</sup>
Teilchenanzahlichte	n [cm <sup>-3</sup> ]	10 <sup>19</sup> – 10 <sup>16</sup>	10 <sup>16</sup> – 10 <sup>13</sup>	10 <sup>13</sup> – 10 <sup>9</sup>
Mittlere freie Weglänge	λ [cm]	< 10 <sup>-2</sup>	10 <sup>-2</sup> – 10	10 – 10 <sup>5</sup>
Flächenstoßrate	Z <sub>A</sub> [cm <sup>-1</sup> · s <sup>-1</sup> ]	10 <sup>23</sup> – 10 <sup>20</sup>	10 <sup>20</sup> – 10 <sup>17</sup>	10 <sup>17</sup> – 10 <sup>13</sup>
Volumenstoßrate	Z <sub>V</sub> [cm <sup>-3</sup> · s <sup>-1</sup> ]	10 <sup>29</sup> – 10 <sup>23</sup>	10 <sup>23</sup> – 10 <sup>17</sup>	10 <sup>17</sup> – 10 <sup>9</sup>
Bedeckungszeit	τ [s]	< 10 <sup>-5</sup>	10 <sup>-5</sup> – 10 <sup>-2</sup>	10 <sup>-2</sup> – 100
Art der Gasströmung		Strömungskontinuum (viskose Strömung)	Knudsen-Strömung	Molekular-Strömung
Weitere besondere Eigenschaften		Konvektion druckabhängig	stärkere Änderung der Wärmeleitfähigkeit des Gases	Teilchen auf den Oberflächen überwiegen bei weitem gegenüber den Teilchen im Gasraum

Tabelle IX: Druckbereiche der Vakuumtechnik und ihre Charakteristik (Zahlenangabe auf volle Zehnerpotenz abgerundet)

bei Raumtemperatur								
Richtwerte <sup>1</sup> (mbar · s <sup>-1</sup> cm <sup>-2</sup> )	Metalle 10 <sup>-9</sup> ... 10 <sup>-7</sup>				Nichtmetalle 10 <sup>-7</sup> ... 10 <sup>-5</sup>			
Abgegebene Gasmenge (Richtwerte) nach einer Meßzeit von								
Beispiele:	½ Std.	1 Std.	3 Std.	5 Std.	Beispiele:	½ Std.	1 Std.	3 Std.
Ag	1,5 · 10 <sup>-8</sup>	1,1 · 10 <sup>-8</sup>	2 · 10 <sup>-9</sup>		Silikon	1,5 · 10 <sup>-5</sup>	8 · 10 <sup>-6</sup>	3,5 · 10 <sup>-6</sup>
Al	2 · 10 <sup>-8</sup>	6 · 10 <sup>-9</sup>			Perburan	4 · 10 <sup>-6</sup>	3 · 10 <sup>-6</sup>	1,5 · 10 <sup>-6</sup>
Cu	4 · 10 <sup>-8</sup>	2 · 10 <sup>-8</sup>	6 · 10 <sup>-9</sup>	3,5 · 10 <sup>-9</sup>	Acrylglas	1,5 · 10 <sup>-6</sup>	1,2 · 10 <sup>-6</sup>	8 · 10 <sup>-7</sup>
Nichtrostender Stahl	9 · 10 <sup>-8</sup>	3,5 · 10 <sup>-8</sup>	2,5 · 10 <sup>-8</sup>		VITILAN	7 · 10 <sup>-7</sup>	4 · 10 <sup>-7</sup>	2 · 10 <sup>-7</sup>

<sup>1</sup> Alle Werte sind stark von der Vorbehandlung abhängig!

Tabelle X: Gasabgabe von Werkstoffen in mbar · s<sup>-1</sup> · cm<sup>-2</sup>

Nennweite (DN)		InnenØ (mm)
Reihe	R5	R10
		10
		16
		20
		25
		32
		41
		50
		63
		70
		80
		102
		125
		153
		200
		261
		320
		318
		400
		500
		501
		651
		800
		1000

<sup>1</sup> Die Nennweiten entsprechen annähernd den lichten Durchmessern der Rohleitungsteile“ (DIN 2402 – Feb. 1976). Die linke Nennweitenreihe wird bevorzugt verwendet.

Tabelle XI:

Nennweiten und Innendurchmesser (lichte Weiten) von Rohren und Öffnungen mit Kreisquerschnitt (nach PNEUROP).

Lösungsmittel	Relative Molekülmasse	Dichte g/cm <sup>3</sup> (20°C)	Schmelz-Punkt °C	Siedepunkt °C	Maximale Arbeitsplatz-Konzentration (MAK) cm <sup>3</sup> /m <sup>3</sup>
Äthylalkohol	46	0,7967	-114,5	78	1000
Azeton	58	0,798		56	
Benzin (leicht)		0,68 ... 0,72		> 100	
Benzol (Lösung)	78	0,8788	5,49	80,2	25
Chloroform	119,4	1,48	-63,5	61	50
Diäthyläther	74	0,713	-116,4	34,6	400
Hexan	86	0,66	-93,5	71	500
Isopropanol	60,1	0,785	-89,5	82,4	400
Methanol	32	0,795	-97,9	64,7	200 (giftig!)
Methylenchlorid	85	1,328		41	
Nitromethan	61	1,138	-29,2	101,75	100
Petroläther	Gemisch	0,64	-	40 ... 60	
Tetrachlor-Kohlenstoff	153,8	1,592	-22,9	76,7	25
Trichloräthylen („Tri“)	131,4	1,47		55	
Wasser	18,02	0,998	0,00	100,0	-

Tabelle XII: Die wichtigsten Daten (Kennzahlen) für gebräuchliche Lösungsmittel

t °C	p <sub>s</sub> mbar	% <sub>D</sub> g/m <sup>3</sup>	t °C	p <sub>s</sub> mbar	% <sub>D</sub> g/m <sup>3</sup>	t °C	p <sub>s</sub> mbar	% <sub>D</sub> g/m <sup>3</sup>	t °C	p <sub>s</sub> mbar	% <sub>D</sub> g/m <sup>3</sup>
- 100	$1.403 \cdot 10^{-5}$	$1.756 \cdot 10^{-5}$	- 35	0.2233	0.2032	30	42.43	30.38	95	845.3	504.5
- 99	1.719	2.139	- 34	0.2488	0.2254	31	44.93	32.07	96	876.9	522.1
- 98	2.101	2.599	- 33	0.2769	0.2498	32	47.55	33.83	97	909.4	540.3
- 97	2.561	3.150	- 32	0.3079	0.2767	33	50.31	35.68	98	943.0	558.9
- 96	3.117	3.812	- 31	0.3421	0.3061	34	53.20	37.61	99	977.6	578.1
- 95	$3.784 \cdot 10^{-5}$	$4.602 \cdot 10^{-5}$	- 30	0.3798	0.3385	35	56.24	39.63	100	1013.2	597.8
- 94	4.584	5.544	- 29	0.4213	0.3739	36	59.42	41.75	101	1050	618.0
- 93	5.542	6.665	- 28	0.4669	0.4127	37	62.76	43.96	102	1088	638.8
- 92	6.685	7.996	- 27	0.5170	0.4551	38	66.26	46.26	103	1127	660.2
- 91	8.049	9.574	- 26	0.5720	0.5015	39	69.93	48.67	104	1167	682.2
- 90	$9.672 \cdot 10^{-5}$	$11.44 \cdot 10^{-5}$	- 25	0.6323	0.5521	40	73.78	51.19	105	1208	704.7
- 89	11.60	13.65	- 24	0.6985	0.6075	41	77.80	53.82	106	1250	727.8
- 88	13.88	16.24	- 23	0.7709	0.6678	42	82.02	56.56	107	1294	751.6
- 87	16.58	19.30	- 22	0.8502	0.7336	43	86.42	59.41	108	1339	776.0
- 86	19.77	22.89	- 21	0.9370	0.8053	44	91.03	62.39	109	1385	801.0
- 85	$23.53 \cdot 10^{-5}$	$27.10 \cdot 10^{-5}$	- 20	1.032	0.8835	45	95.86	65.50	110	1433	826.7
- 84	27.96	32.03	- 19	1.135	0.9678	46	100.9	68.73	111	1481	853.0
- 83	33.16	37.78	- 18	1.248	1.060	47	106.2	72.10	112	1532	880.0
- 82	39.25	44.49	- 17	1.371	1.160	48	111.7	75.61	113	1583	907.7
- 81	46.38	52.30	- 16	1.506	1.269	49	117.4	79.26	114	1636	936.1
- 80	$0.5473 \cdot 10^{-3}$	$0.6138 \cdot 10^{-3}$	- 15	1.652	1.387	50	123.4	83.06	115	1691	965.2
- 79	0.6444	0.7191	- 14	1.811	1.515	51	129.7	87.01	116	1746	995.0
- 78	0.7577	0.8413	- 13	1.984	1.653	52	136.2	91.12	117	1804	1026
- 77	0.8894	0.9824	- 12	2.172	1.803	53	143.0	95.39	118	1863	1057
- 76	1.042	1.145	- 11	2.376	1.964	54	150.1	99.83	119	1923	1089
- 75	$1.220 \cdot 10^{-3}$	$1.334 \cdot 10^{-3}$	- 10	2.597	2.139	55	157.5	104.4	120	1985	1122
- 74	1.425	1.550	- 9	2.837	2.328	56	165.2	109.2	121	2049	1156
- 73	1.662	1.799	- 8	3.097	2.532	57	173.2	114.2	122	2114	1190
- 72	1.936	2.085	- 7	3.379	2.752	58	181.5	119.4	123	2182	1225
- 71	2.252	2.414	- 6	3.685	2.990	59	190.2	124.7	124	2250	1262
- 70	$2.615 \cdot 10^{-3}$	$2.789 \cdot 10^{-3}$	- 5	4.015	3.246	60	199.2	130.2	125	2321	1299
- 69	3.032	3.218	- 4	4.372	3.521	61	208.6	135.9	126	2393	1337
- 68	3.511	3.708	- 3	4.757	3.817	62	218.4	141.9	127	2467	1375
- 67	4.060	4.267	- 2	5.173	4.136	63	228.5	148.1	128	2543	1415
- 66	4.688	4.903	- 1	5.623	4.479	64	293.1	154.5	129	2621	1456
- 65	$5.406 \cdot 10^{-3}$	$5.627 \cdot 10^{-3}$	0	6.108	4.847	65	250.1	161.2	130	2701	1497
- 64	6.225	6.449	1	6.566	5.192	66	261.5	168.1	131	2783	1540
- 63	7.159	7.381	2	7.055	5.559	67	273.3	175.2	132	2867	1583
- 62	8.223	8.438	3	7.575	5.947	68	285.6	182.6	133	2953	1627
- 61	9.432	9.633	4	8.129	6.360	69	298.4	190.2	134	3041	1673
- 60	$10.80 \cdot 10^{-3}$	$10.98 \cdot 10^{-3}$	5	8.719	6.797	70	311.6	198.1	135	3131	1719
- 59	12.36	12.51	6	9.347	7.260	71	325.3	206.3	136	3223	1767
- 58	14.13	14.23	7	10.01	7.750	72	339.6	214.7	137	3317	1815
- 57	16.12	16.16	8	10.72	8.270	73	354.3	223.5	138	3414	1865
- 56	18.38	18.34	9	11.47	8.819	74	369.6	232.5	139	3512	1915
- 55	$20.92 \cdot 10^{-3}$	$20.78 \cdot 10^{-3}$	10	12.27	9.399	75	385.5	241.8	140	3614	1967
- 54	23.80	23.53	11	13.12	10.01	76	401.9	251.5			
- 53	27.03	26.60	12	14.02	10.66	77	418.9	261.4			
- 52	30.67	30.05	13	14.97	11.35	78	436.5	271.7			
- 51	34.76	33.90	14	15.98	12.07	79	454.7	282.3			
- 50	$39.35 \cdot 10^{-3}$	$38.21 \cdot 10^{-3}$	15	17.04	12.83	80	473.6	293.3			
- 49	44.49	43.01	16	18.17	13.63	81	493.1	304.6			
- 48	50.26	48.37	17	19.37	14.48	82	513.3	316.3			
- 47	56.71	54.33	18	20.63	15.37	83	534.2	328.3			
- 46	63.93	60.98	19	21.96	16.31	84	555.7	340.7			
- 45	$71.98 \cdot 10^{-3}$	$68.36 \cdot 10^{-3}$	20	23.37	17.30	85	578.0	353.5			
- 44	80.97	76.56	21	24.86	18.34	86	601.0	366.6			
- 43	90.98	85.65	22	26.43	19.43	87	624.9	380.2			
- 42	102.1	95.70	23	28.09	20.58	88	649.5	394.2			
- 41	$114.5 \cdot 10^{-3}$	$106.9 \cdot 10^{-3}$	24	29.83	21.78	89	674.9	408.6			
- 40	0.1283	0.1192	25	31.67	23.05	90	701.1	423.5			
- 39	0.1436	0.1329	26	33.61	24.38	91	728.2	438.8			
- 38	0.1606	0.1480	27	35.65	25.78	92	756.1	454.5			
- 37	0.1794	0.1646	28	37.80	27.24	93	784.9	470.7			
- 36	0.2002	0.1829	29	40.06	28.78	94	814.6	487.4			

<sup>1</sup> Quellen: Smithsonian Meteorological Tables 6th. ed. (1971) und VDI-Wasserdampftafeln 6. Ausgabe (1963).

Tabelle XIII: Sättigungsdampfdruck p<sub>s</sub> und Dampfdichte %<sub>D</sub> von Wasser im Temperaturbereich -100°C + 140°C<sup>1</sup>

Gruppe A		Gruppe B		Gruppe C	
Methan	c	Ethylen	c	Wasserstoff	c
Ethan	c	Butadien – 1,3	c	Acetylen	c
Propan	c	Acrylonitril	c	Kohlenstoffdisulfid	c
Butan	c	Wasserstoffcyanid	a		
Pantan	c	Diethylether (s)	c		
Hexan	c	Ethylenoxid	c		
Heptan	c	1.4 Dioxan	a		
Octan	a	Tetrahydrofuran	a		
Cyclohexan	c	Tetrafluoroethylen	a		
Propylen	a				
Styren (s)	b				
Benzol (s)	c				
Tuluol (s)	–	<b>Legende</b>		Gruppe A	Gruppe B
Xylen	a	MESG <sup>1</sup>	> 0.9 mm	0.5 ... 0.9 mm	< 0.5 mm
Naphtalen	–	MIC <sup>2</sup> -ratio	> 0.8 mm	0.45 ... 0.8 mm	< 0.45 mm
Methanol (s)	c				
Ethanol (s)	c				
Propylalkohol	c				
Butylalkohol	a				
Phenol	–				
Acetaldehyd	a				
Aceton (s)	c				
Methylethylketon (s)	c				
Ethylacetat (s)	a				
Butylacetat (s)	c				
Amylacetat (s)	–				
Ethilmethacrylat	–				
Essigsäure	b				
Methylchlorid (s)	a				
Methylenchlorid (s) (Dichlormethan)	–				
Ammoniak	a				
Acetonnitril	a				
Anilin	–				
Pyridin	–				

Tabelle XIV: Explosionsklassen von Fluiden: Klassifikation von Fluiden gemäß deren MESG<sup>1</sup> und/oder deren MIC<sup>2</sup> Werten.  
(Auszug aus: European Standard EN 50.014).

# Tabellen, Formeln, Diagramme

Medium

x = beständig

- = bedingt beständig

o = unbeständig

	Perbuan (NBR)	Perbuan (CR)	Siliconkautschuk	Viton (FKM)	Teflon (PTFE)	EPDM
--	---------------	--------------	------------------	-------------	---------------	------

Medium

	Perbuan (NBR)	Perbuan (CR)	Siliconkautschuk	Viton (FKM)	Teflon (PTFE)	EPDM
--	---------------	--------------	------------------	-------------	---------------	------

Medium

	Perbuan (NBR)	Perbuan (CR)	Siliconkautschuk	Viton (FKM)	Teflon (PTFE)	EPDM
--	---------------	--------------	------------------	-------------	---------------	------

Acetaldehyd  
Acetessigester  
Aceton  
Aceto-phenon  
Acetylen  
  
Acrylnitril  
Acrylsäureäthylester  
Äthan  
Ätherische Öle  
Äthylacetat  
  
Äthylacrylat  
Äthyläther  
Äthylalkohol, rein  
Äthylalkohol, denaturiert  
Äthylchlorid  
  
Äthylenbromid  
Äthylenchlorid  
Äthylenchlorid  
Äthylenglykol  
Aethylsilikat  
  
Ameisensäure  
Ameisensäure-Methylester  
Ammoniak wässrig  
Ammoniak gasförmig  
Amylacetat

Amylalkohol  
Anilin  
Anthrazenöl  
Apfelsinenöl  
ASTM-Öl Nr. 1

ASTM-Öl Nr. 2  
ASTM-Öl Nr. 3  
Baumwollsätol  
Benzin  
Benzin-Alkohol 3:1

Benzin-Benzol 4:1  
Benzin-Benzol 7:3  
Benzin-Benzol 3:2  
Benzin-Benzol 1:1  
Benzin-Benzol 3:7

Benzin-Benzol-Spiritus 5:3:2  
Benzaldehyd 100%  
Benzosäure  
Benzol  
Bitumen

Blausäure  
Bortrifluorid  
Brom  
Bromwasserstoff  
Bromwasserstoffsäure

Butadien  
Butan  
Butylacetat  
Butylglykol  
Butylalkohol

Butylaldehyd  
Clor, trocken  
Chlor, naß  
Chlorwasser  
Chlormethan

Chlorierte Lösungsmittel  
Chlorbenzol  
Chloressigsäure  
Chlormethyl  
Chlorform (Trichlormethan)

Citrusöle  
Cyclohexan  
Cyclohexanon  
Cyclohexylamin  
Dekalin

Desmodur T  
Desmophen 2000  
Diäthyläther  
Diäthylamin  
Diäthylenglykol  
Diäthylsebacat  
Dibenzyläther

Dibutylphthalat  
Dichloräthylen  
Dichloräthan  
Dichlorbenzol  
Dichlorbutylen  
  
Dieselöl  
Diisopropylketon  
Dimethyläther  
Dimethylanilin  
Dimethylformamid (BMF)  
  
Diocetylphthalat  
Dioxan  
Diphenyl  
Diphenyloxid  
Edenol 888  
  
Eisessigbromwasserstoff  
Erdgas  
Erdöl  
Eissigsäureäthylester  
(Essigester)

Eissigsäureanhydrid  
Eissigsäure techn.  
Eissigsäure 20%  
Eissigsäure 50%  
Eissigsäure 80%

Eissigsäure (Eisessig) konz.  
Eissigsäuredämpfe  
Fettalkohol  
Fettsäuren  
Fichtenöl

Fischtran  
Fluorbenzol  
Flußsäure kalt 5%  
Flußsäure kalt konz.  
Formaldehyd

Formalin 55%

Frigen 11

Frigen 12

Frigen 22

Frigen 113

Furan

Furfurol

Gasöl

Generatorgas

Glykol

Glyzerin

Grubengas

Halowaxöl

Heizöl Erdölbasis

Heizöl Stein- u. Br.-Kohl.-Basis

Heptan

Hexaldehyd

Hexan

Hochfengas

Holzöl

Hydraulikflüssigkeiten

Hydrauliköl DIN 51524

Phosphorsäureester HFD

Polyglykol-Wasser HFC

Isobutylalkohol

Isopropylacetat

Isopropyläther

Isopropylalkohol

Isopropylchlorid

Karbolineum

Karbolsäure, Phenol

Kerosen

Kohlendioxyd, trocken

Kohlendioxyd, naß

Kokosfettsäure

Kokosfengas

Kresol

Lachgas

Leuchtgas

Luft, rein

Luft, ölfältig

Maleinhydrat

Methan  
Methyläthylketon  
Methylalkohol (Methanol)  
Methylenechlorid  
Methylisobutylketon

Methylmethacrylat  
Methylacrylat  
Methylsalicylat  
Monobrombenzol  
Naphthalin

Nitrobenzol  
Ölsäure  
Ozon  
Palmölfeftsäure  
Palmitinsäure

Paraffin  
Paraffinöl  
Pentachlordiphenyl  
Pantan  
Perchloräthylen

Petroleum  
Phenol  
Phenyläthyläther  
Phosphortrichlorid  
Phthalsäureanhydrid

Piperidin  
Polyglykol  
Propylenoxyd  
Propan, gasförmig  
Propylalkohol

Pyridin  
Pydraul F-9  
Pydraul AC  
Pydraul A 150  
Pydraul A 200

Quicksilber  
Salicylsäure  
Sauerstoff  
Schwefel  
Schwefeldioxyd

Schweifelkohlenstoff  
Schwefeltetroxid trocken  
Schwefelwasserstoff  
Skydrol 500  
Skydrol 7000

Stearinsäure  
Styrol  
Teeröl  
Terpentin  
Terpentinöl, rein

Tetrachloräthylen  
Tetrachlorkohlenstoff  
Tetrahydrofuran  
Tetralin  
Toluol

Trafoöl  
Triäthanolamin  
Tributoxyäthylphosphat  
Tributylphosphat  
Trichloräthan

Trichloräthylen  
Trichloräthylphosphat 20  
Trichloräthylphosphat 80  
Trichloressigsäure 60  
Trikresylphosphat

Vinylacetat  
Vinylacetat-Essigsäure 3:2  
Vinylchlorid, flüssig  
Wasser 50  
Wasser 100

Wasserstoffgas 20

Xylamon

Xylol

Tabelle XV: Chemische Beständigkeit gebräuchlicher gummielastischer Dichtungswerkstoffe

## Vakuum-Symbole

Sämtliche Bildzeichen mit Ausnahme der durch \*\*) gekennzeichneten sind lageunabhängig.

\*\*) Diese Bildzeichen dürfen nur in der hier dargestellten Lage verwendet werden (Spitze des Winkels nach unten zeigend).

## Vakumpumpen

	Vakumpumpe, allgemein
	Hubkolben-Vakumpumpe
	Membran-Vakumpumpe
	Verdrängervakumpumpe, rotierend **
	Sperrschieber-Vakumpumpe **
	Drehschieber-Vakumpumpe **
	Kreiskolben-Vakumpumpe **
	Flüssigkeitsring-Vakumpumpe **
	Wälzkolben-Vakumpumpe **
	Turbovakumpumpe, allgemein
	Radialvakumpumpe
	Axialvakumpumpe

Die Bildzeichen für Vakuumpumpen sollten immer so angeordnet sein, daß die Seite der Verengung dem höheren Druck zugeordnet ist.

	Turbo-Molekularpumpe
	Treibmittel-Vakumpumpe **
	Diffusionspumpe **
	Adsorptionspumpe **
	Getterpumpe
	Ionenzerstäuberpumpe
	Kryopumpe
	Scrollpumpe **
	Verdampferpumpe

	Filter, Filterapparat, allgemein
	Dampfsperre, allgemein
	Dampfsperre, gekühlt
	Kühlfalle, allgemein
	Kühlfalle mit Vorratsgefäß
	Sorptionsfalle
	Drosselstelle

## Behälter

	Behälter mit gewölbten Böden, allgemein Vakuumbehälter
	Vakuumglocke

## Vakumzubehör

	Abscheider, allgemein
	Abscheider mit Wärmeaustausch (z.B. gekühlt)
	Gasfilter, allgemein

	Absperrorgan, allgemein
	Absperrventil, Durchgangsventil

	Eckventil
	Durchgangshahn
	Dreiwegehahn
	Eckhahn
	Absperrschieber
	Absperrklappe
	Rückschlagklappe
	Absperrorgan mit Sicherheitsfunktion

### Antriebe für Absperrorgane

	Antrieb von Hand
	Dosierventil
	Antrieb durch Elektromagnet
	Fluidantrieb (hydraulisch oder pneumatisch)
	Antrieb durch Elektromotor
	gewichtsbetätigt

### Verbindungen und Leitungen

	Flanschverbindung, allgemein
	Flanschverbindung, geschraubt
	Kleinflanschverbindung
	Klammerflanschverbindung
	Rohrschraubverbindung
	Kugelschliffverbindung
	Muffenverbindung
	Kegelschliffverbindung
	Kreuzung zweier Leitungen mit Verbindungsstelle
	Kreuzung zweier Leitungen ohne Verbindungsstelle
	Abzweigstelle
	Zusammenfassung von Leitungen
	Bewegliche Leitung (z.B. Kompensator, Verbindungsschlauch)
	Schiebedurchführung mit Flansch

	Schiebedurchführung ohne Flansch
	Drehschiebedurchführung
	Drehdurchführung
	Elektrische Leitungsdurchführung

### Messung und Meßgeräte

	Vakuum (zur Kennzeichnung von Vakuum) (***)
	Vakuummessung, Vakuum-Meßzelle (***)
	Vakuummeßgerät, Betriebs- u. Anzeigegerät für Meßzelle (***)
	Vakuummeßgerät, registrierend (schreibend) (***)
	Vakuummeßgerät mit Analog-Meßwertanzeiger (***)
	Vakuummeßgerät mit Digital-Meßwertanzeiger (***)
	Durchflußmessung

	Kelvin	Celsius	Réaumur	Fahrenheit	Rankine
Siedepunkt H <sub>2</sub> O	373	100	80	212	672
Körpertemperatur 37°C	310	37	30	99	559
Raumtemperatur	293	20	16	68	527
Eispunkt H <sub>2</sub> O	273	0	0	32	492
NaCl/H <sub>2</sub> O 50:50	255	-18	-14	0	460
Eispunkt Hg	34	-39	-31	-39	422
CO <sub>2</sub> (Trockeneis)	195	-78	-63	-109	352
Siedepunkt LN <sub>2</sub>	77	-196	-157	-321	170
Absoluter Nullpunkt	0	-273	-219	-460	0

Umrechnung in					
	K Kelvin	°C Celsius	°R Réaumur	°F Fahrenheit	°R Rankine
K Kelvin	1	K - 273	$\frac{4}{5} (K - 273)$	$\frac{9}{5} (K - 273) + 32$	$\frac{9}{5} K = 1,8 K$
°C Celsius	$^{\circ}C + 273$	1	$\frac{4}{5} \cdot ^{\circ}C$	$\frac{9}{5} \cdot ^{\circ}C + 32$	$\frac{9}{5} (^{\circ}C + 273)$
°R Réaumur	$\frac{5}{4} \cdot ^{\circ}R + 273$	$\frac{5}{4} \cdot ^{\circ}R$	1	$\frac{9}{4} \cdot ^{\circ}R + 32$	$\frac{5}{9} \frac{5}{4} (^{\circ}R + 273)$
°F Fahrenheit	$\frac{5}{9} (^{\circ}F - 32) + 273$	$\frac{5}{9} (^{\circ}F - 32)$	$\frac{4}{9} (^{\circ}F - 32)$	1	°F + 460
°R Rankine	$\frac{5}{9} (^{\circ}R)$	$\frac{5}{9} (^{\circ}R - 273)$	$\frac{4}{5} \frac{5}{9} (^{\circ}R - 273)$	°R - 460	1

Tabelle XVII:  
Temperaturvergleichs- und Umrechnungstabelle (auf ganze Grad gerundet)

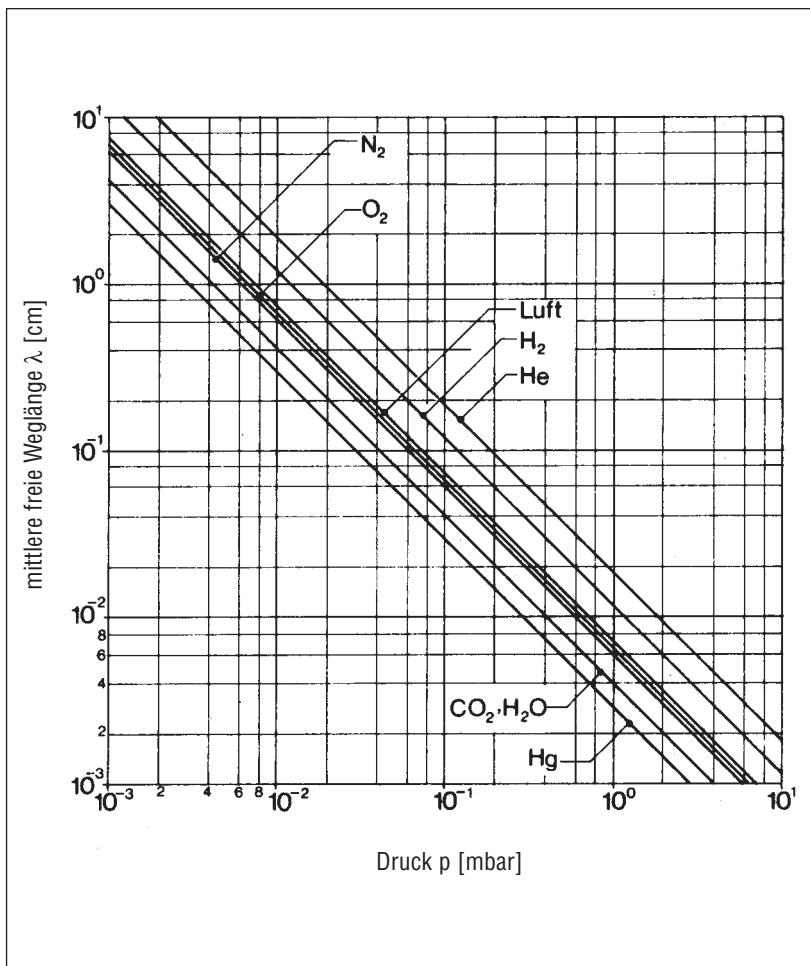


Abb. 9.1:  
Abhängigkeit der mittleren freien Weglänge  $\lambda$  vom Druck, für verschiedene Gase bei 20°C.

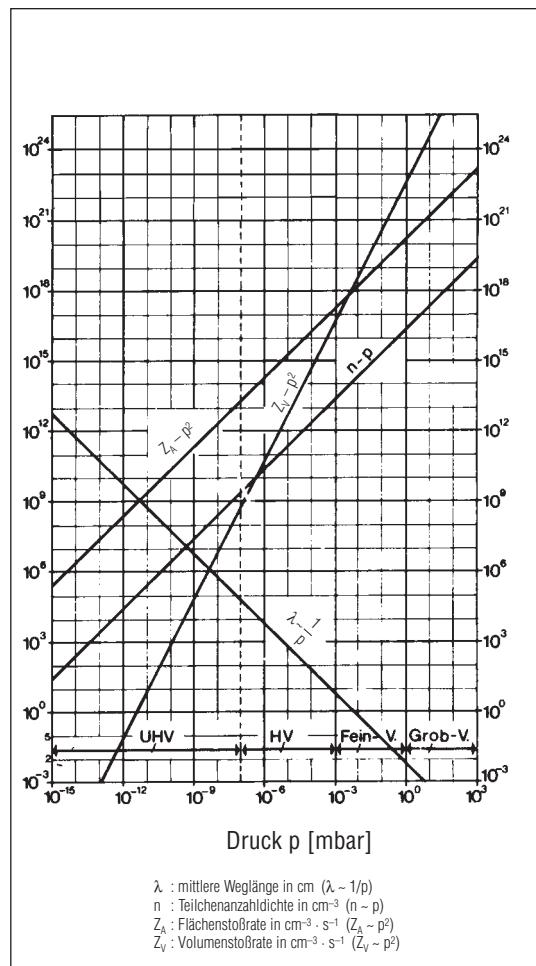


Abb. 9.2:  
Gaskinetisches Diagramm für Luft bei 20°C

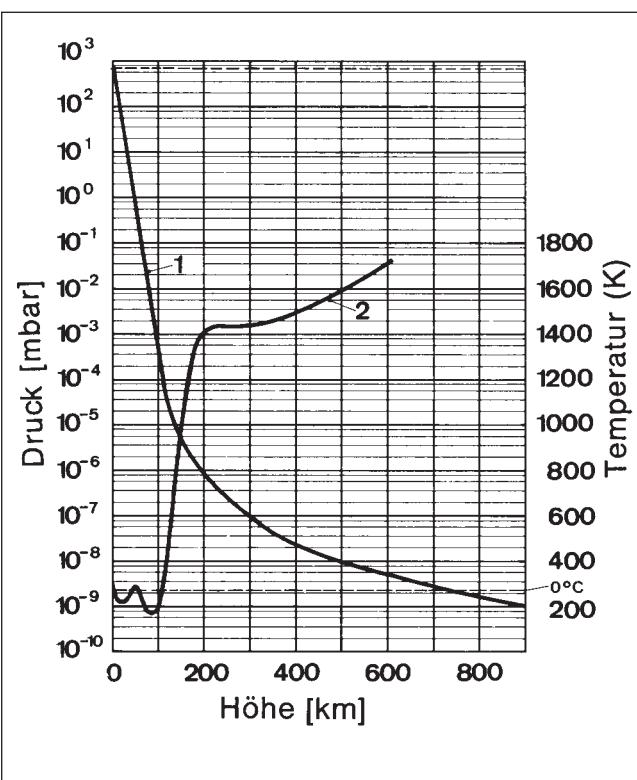


Abb. 9.3:  
Abnahme des Luftdrucks (1) und Änderung der Temperatur (2) mit der Entfernung von der Erde

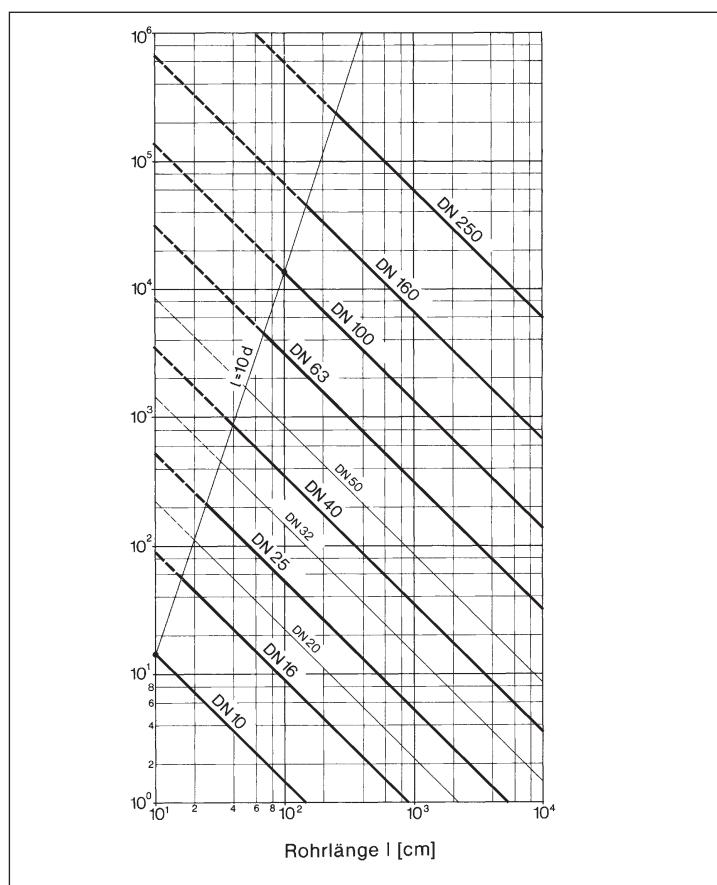


Abb. 9.5:  
Leitwerte von Rohren üblicher Nennweiten mit Kreisquerschnitt für Laminarströmung ( $p = 1$  mbar) nach Gleichung 53a. (Dicke Linien gehören zu bevorzugten DN.) Strömungsmedium: Luft ( $d, l$  in cm!)

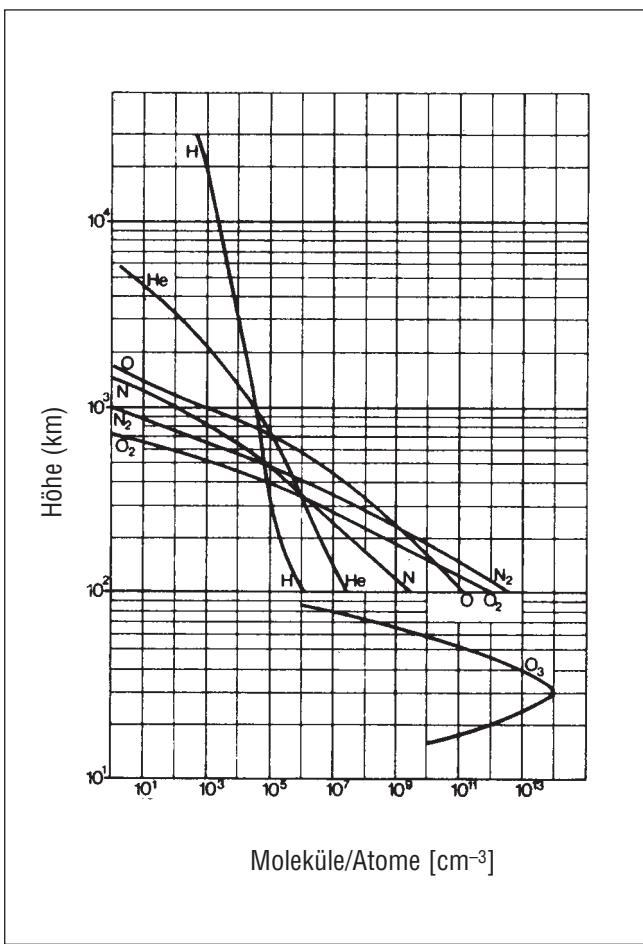


Abb. 9.4:  
Änderung der Gaszusammensetzung der Atmosphäre mit der Entfernung von der Erde

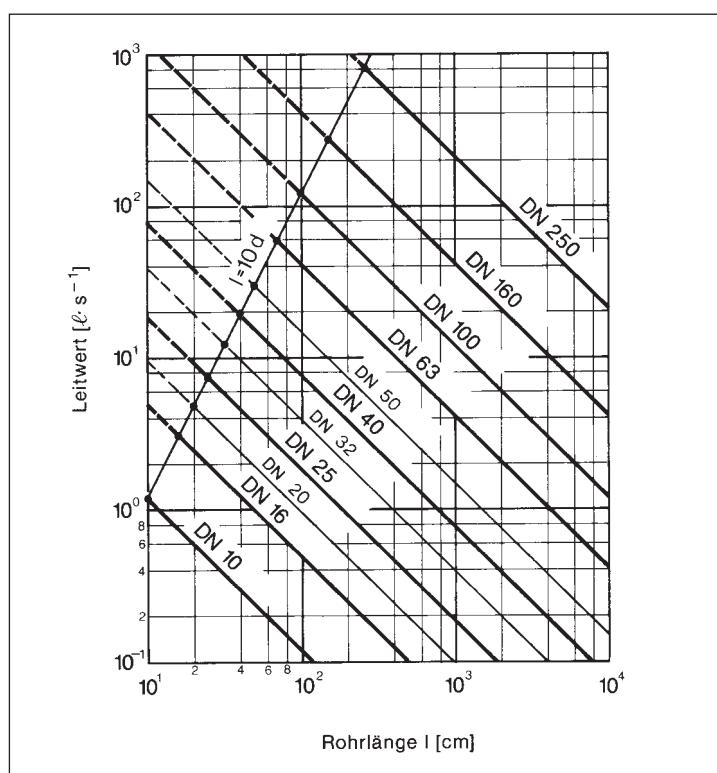
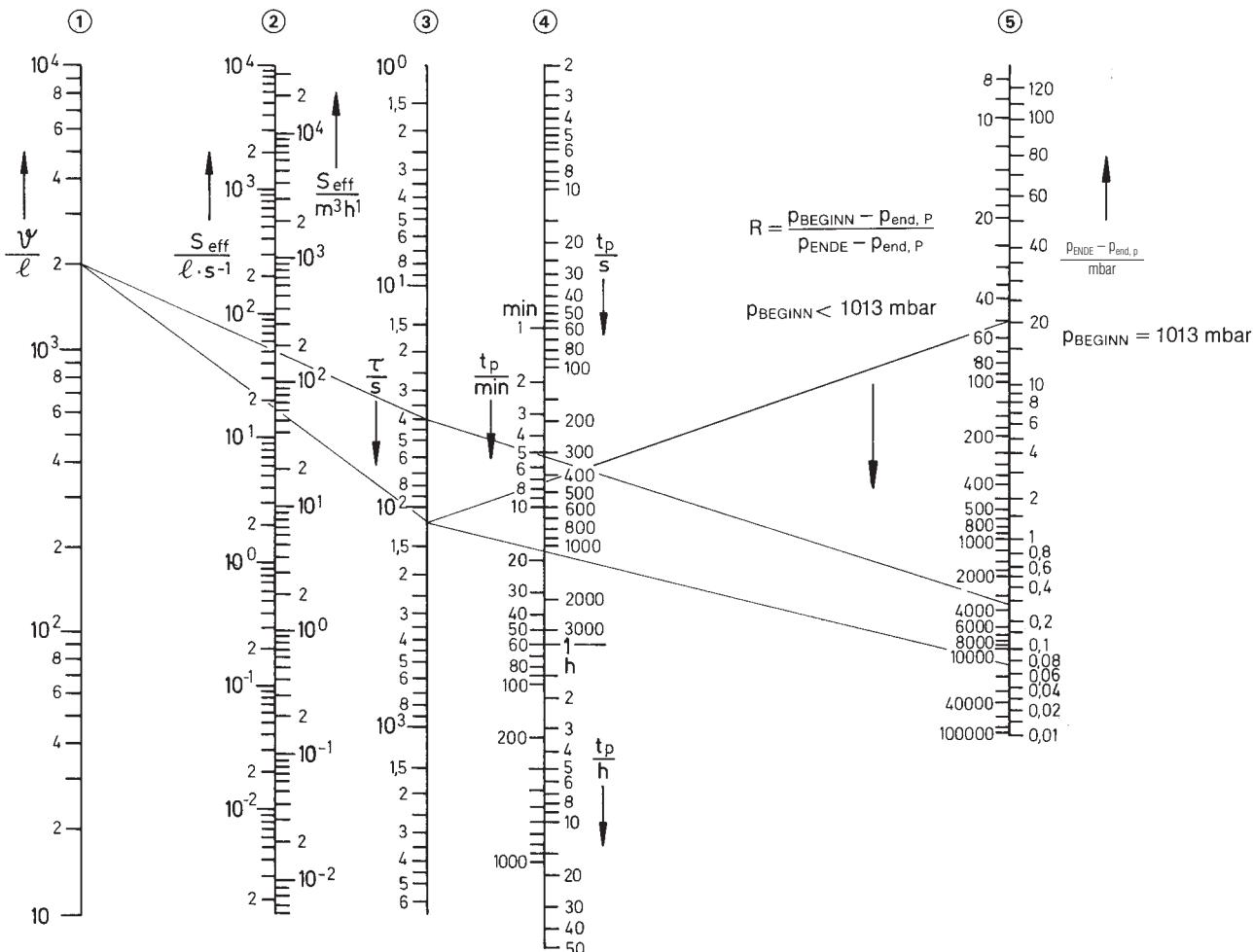


Abb. 9.6:  
Leitwerte von Rohren üblicher Nennweiten mit Kreisquerschnitt für Molekularströmung nach Gleichung 53b. (Dicke Linien gehören zu bevorzugten DN.) Strömungsmedium: Luft ( $d, l$  in cm!)



Leiter ①: Kesselvolumen  $V$  in Litern.

Leiter ②: Maximum des effektiven Saugvermögens  $S_{\text{eff}, \max}$  am Kessel in (links) Liter pro Sekunde bzw. (rechts) Kubikmeter pro Stunde.

Leiter ③: Auspumpzeit  $t_p$  in (rechts oben) Sekunden bzw. (links Mitte) Minuten bzw. (rechts unten) Stunden.

Leiter ④: Rechts:

Druck  $p_{\text{ENDE}}$  in Millibar am ENDE der Auspumpzeit, wenn zu BEGINN der Auspumpzeit der Atmosphärendruck  $p_{\text{BEGINN}} \approx p_n = 1013$  mbar geherrscht hat. Der gewünschte Druck  $p_{\text{ENDE}}$  ist um den Enddruck der Pumpe  $p_{\text{end}, p}$  zu vermindern, mit dem Differenzwert ist in die Leiter einzugehen. Falls Einströmung  $q_{\text{PV}, \text{ein}}$  vorhanden ist, ist in die Leiter mit dem Wert  $p_{\text{ENDE}} - p_{\text{end}, p} - q_{\text{PV}, \text{ein}}/S_{\text{eff}, \max}$  einzugehen.

Links:

Druckminderungsverhältnis  $R = (p_{\text{BEGINN}} - p_{\text{end}, p} - q_{\text{PV}, \text{ein}}/S_{\text{eff}, \max}) / (p_{\text{ENDE}} - p_{\text{end}, p} - q_{\text{PV}, \text{ein}}/S_{\text{eff}, \max})$ , wenn zu Beginn des Pumpvorgangs der Druck  $p_{\text{BEGINN}}$  herrscht und auf den Druck  $p_{\text{ENDE}}$  ausgepumpt werden soll.

Die Druckabhängigkeit des Saugvermögens geht in das Nomogramm ein und kommt durch  $p_{\text{end}, p}$  in Leiter ⑤ zum Ausdruck. Ist der Pumpendruck  $p_{\text{end}, p}$  klein gegen den Druck  $p_{\text{ENDE}}$ , den man am Ende des Auspumpvorganges zu erreichen wünscht, so entspricht das einem konstanten Saugvermögen  $S$  bzw.  $S_{\text{eff}}$  während des ganzen Pumpprozesses.

#### Beispiel 1 zum Nomogramm 9.7:

Ein Kessel mit dem Volumen  $V = 2000 \text{ l}$  soll durch eine Sperrschieberpumpe mit dem am Kessel wirkenden Saugvermögen  $S_{\text{eff}, \max} = 60 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1} = 16,7 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$  vom Druck  $p_{\text{BEGINN}} = 1000 \text{ mbar}$  (Atmosphärendruck) auf den Druck  $p_{\text{ENDE}} = 10^{-2} \text{ mbar}$  ausgepumpt werden. Die Auspumpzeit gewinnt man aus dem Nomogramm in zwei Schritten:

1) Bestimmung von  $\tau$ : Man legt durch  $V = 2000 \text{ l}$  (Leiter ①) und  $S_{\text{eff}} = 60 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1} = 16,7 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$  (Leiter ②) eine Gerade und liest am Schnittpunkt dieser Geraden mit Leiter ③ den Wert  $\tau = 120 \text{ s} = 2 \text{ min}$  ab (man beachte, daß die Unsicherheit dieses Verfahrens etwa  $\Delta \tau = \pm 10 \text{ s}$  beträgt, die relative Unsicherheit also etwa 10% ist).

2) Bestimmung von  $t_p$ : Der Enddruck der Rotationspumpe sei nach Angabe des Herstellers  $p_{\text{end}, p} = 3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$ , die Apparatur sauber und die Lecke vernachlässigbar ( $q_{\text{PV}, \text{ein}} = 0$  zu setzen); das ist  $p_{\text{ENDE}} - p_{\text{end}, p} = 10^{-1} \text{ mbar} - 3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar} = 7 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$ . Man legt nun eine Gerade durch den unter 1) gefundenen Punkt  $\tau = 120 \text{ s}$  (Leiter ③) und den Punkt  $p_{\text{ENDE}} - p_{\text{end}, p} = 7 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$  (Leiter ⑤) und liest den Schnittpunkt dieser Geraden mit Leiter ④  $t_p = 1100 \text{ s} = 18,5 \text{ min}$  ab. (Wieder beträgt die relative Unsicherheit des Verfahrens etwa 10%, so daß die relative Unsicherheit von  $t_p$  etwa 15% betragen wird). Mit einem Sicherheitszuschlag von 20% wird man mit der Pumpzeit  $t_p = 18,5 \text{ min} \cdot (1 + 15\% + 20\%) = 18,5 \text{ min} \cdot 1,35 = 25 \text{ min}$  rechnen.

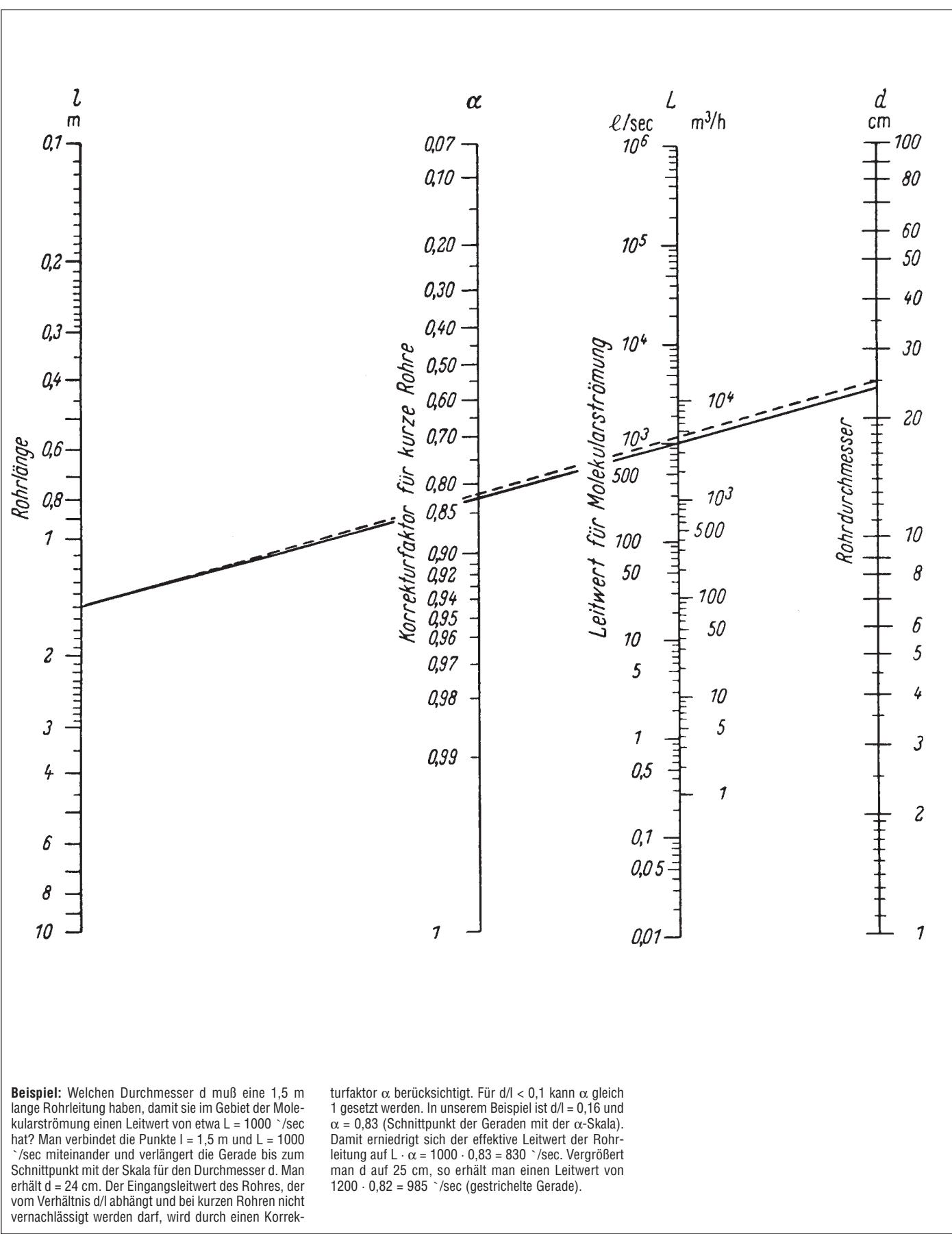
#### Beispiel 2 zum Nomogramm 9.7:

Die saubere und trockene Vakuumanlage ( $q_{\text{PV}, \text{ein}} = 0$ ) mit  $V = 2000 \text{ l}$  (wie in Beispiel 1) soll auf den Druck  $p_{\text{ENDE}} = 10^{-2} \text{ mbar}$  ausgepumpt werden. Da dieser Druck kleiner als der Enddruck der Sperrschieberpumpe ( $S_{\text{eff}, \max} = 60 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1} = 16,7 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $p_{\text{end}, p} = 3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$ ) ist, muß die Hintereinanderschaltung ei-ner Sperrschieberpumpe und einer Wälzkolbenpumpe verwendet werden. Letztere hat einen „Einschaltdruck“  $p_1 = 20 \text{ mbar}$ , das Saugvermögen  $S_{\text{eff}, \max} = 200 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1} = 55 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$  sowie  $p_{\text{end}, p} = 4 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$ . Man wird also von  $p_{\text{BEGINN}} = 1000 \text{ mbar}$  bis  $p = 20 \text{ mbar}$  mit der Sperrschieberpumpe arbeiten und von  $p_1 = 20 \text{ mbar}$  bis  $p_{\text{ENDE}} = 10^{-2} \text{ mbar}$  die Wälzkolbenpumpe zuschalten, wobei die Sperrschieberpumpe als Vorpumpe wirkt. Für den ersten Pumpschritt findet man aus dem Nomogramm wie in Beispiel 1 (Gerade durch  $V = 2000 \text{ l}$ ,  $S_{\text{eff}} = 16,7 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$ ) die Zeitkonstante  $\tau = 120 \text{ s} = 2 \text{ min}$ . Verbindet man diesen Punkt der Leiter ③ mit dem Punkt  $p_1 - p_{\text{end}, p} = 20 \text{ mbar} - 3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar} = 20 \text{ mbar}$  ( $p_{\text{end}, p}$  ist hier vernachlässigt, d.h. die Sperrschieberpumpe hat im ganzen Bereich 1000 mbar ... 20 mbar konstantes Saugvermögen der Leiter ⑤), so findet man  $t_{p,1} = 7,7 \text{ min}$ . Die Wälzkolbenpumpe muß den Druck von  $p_1 = 20 \text{ mbar}$  auf  $p_{\text{ENDE}} = 10^{-2} \text{ mbar}$  mindern, also ist das Druckminderungsverhältnis  $R = (20 \text{ mbar} - 4 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}) / (10^{-2} \text{ mbar} - 4 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}) = 20/6 \cdot 10^{-3} = 3300$ .

Die Zeitkonstante findet man (Gerade  $V = 2000 \text{ l}$  auf ①,  $S_{\text{eff}} = 55 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$  auf ②) zu  $= 37 \text{ s}$  (auf ③). Verbindet man diesen Punkt auf ③ mit  $R = 3300$  auf ⑤, dann liest man ④  $t_{p,2} = 290 \text{ s} = 4,8 \text{ min}$  ab. Setzt man für die Umschaltzeit noch  $t_u = 1 \text{ min}$  in Rechnung, so ergibt sich die Auspumpzeit  $t_p = t_{p,1} + t_u + t_{p,2} = 7,7 \text{ min} + 1 \text{ min} + 4,8 \text{ min} = 13,5 \text{ min}$ .

Abb. 9.7:

Nomogramm zur Ermittlung der Auspumpzeit  $t_p$  eines Behälters im Grobvakuumbereich

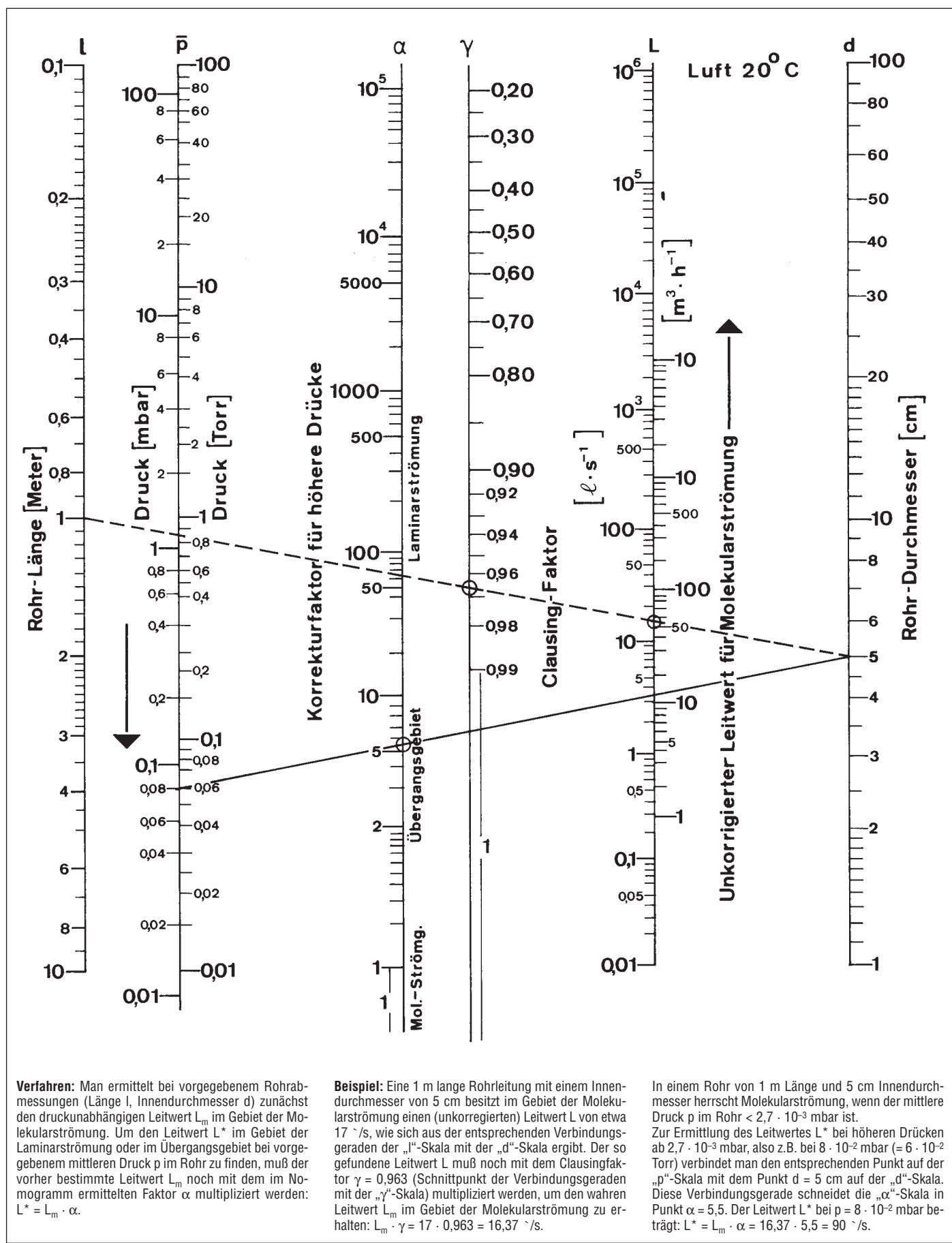


**Beispiel:** Welchen Durchmesser  $d$  muß eine 1,5 m lange Rohrleitung haben, damit sie im Gebiet der Molekularströmung einen Leitwert von etwa  $L = 1000 \text{ } \cdot/\text{sec}$  hat? Man verbindet die Punkte  $l = 1,5 \text{ m}$  und  $L = 1000 \text{ } \cdot/\text{sec}$  miteinander und verlängert die Gerade bis zum Schnittpunkt mit der Skala für den Durchmesser  $d$ . Man erhält  $d = 24 \text{ cm}$ . Der Eingangsleitwert des Rohres, der vom Verhältnis  $d/l$  abhängt und bei kurzen Rohren nicht vernachlässigt werden darf, wird durch einen Korrek-

turfaktor  $\alpha$  berücksichtigt. Für  $d/l < 0,1$  kann  $\alpha$  gleich 1 gesetzt werden. In unserem Beispiel ist  $d/l = 0,16$  und  $\alpha = 0,83$  (Schnittpunkt der Geraden mit der  $\alpha$ -Skala). Damit erniedrigt sich der effektive Leitwert der Rohrleitung auf  $L \cdot \alpha = 1000 \cdot 0,83 = 830 \text{ } \cdot/\text{sec}$ . Vergrößert man  $d$  auf 25 cm, so erhält man einen Leitwert von  $1200 \cdot 0,82 = 985 \text{ } \cdot/\text{sec}$  (gestrichelte Gerade).

Abb. 9.8:

Nomogramm zur Ermittlung der Leitwerte von Rohren mit kreisförmigem Querschnitt für Luft bei 20°C im Gebiet der Molekularströmung (nach J. DELAFOSSE und G. MONGODIN: Les calculs de la Technique du Vide, Sondernummer „Le Vide“, 1961).



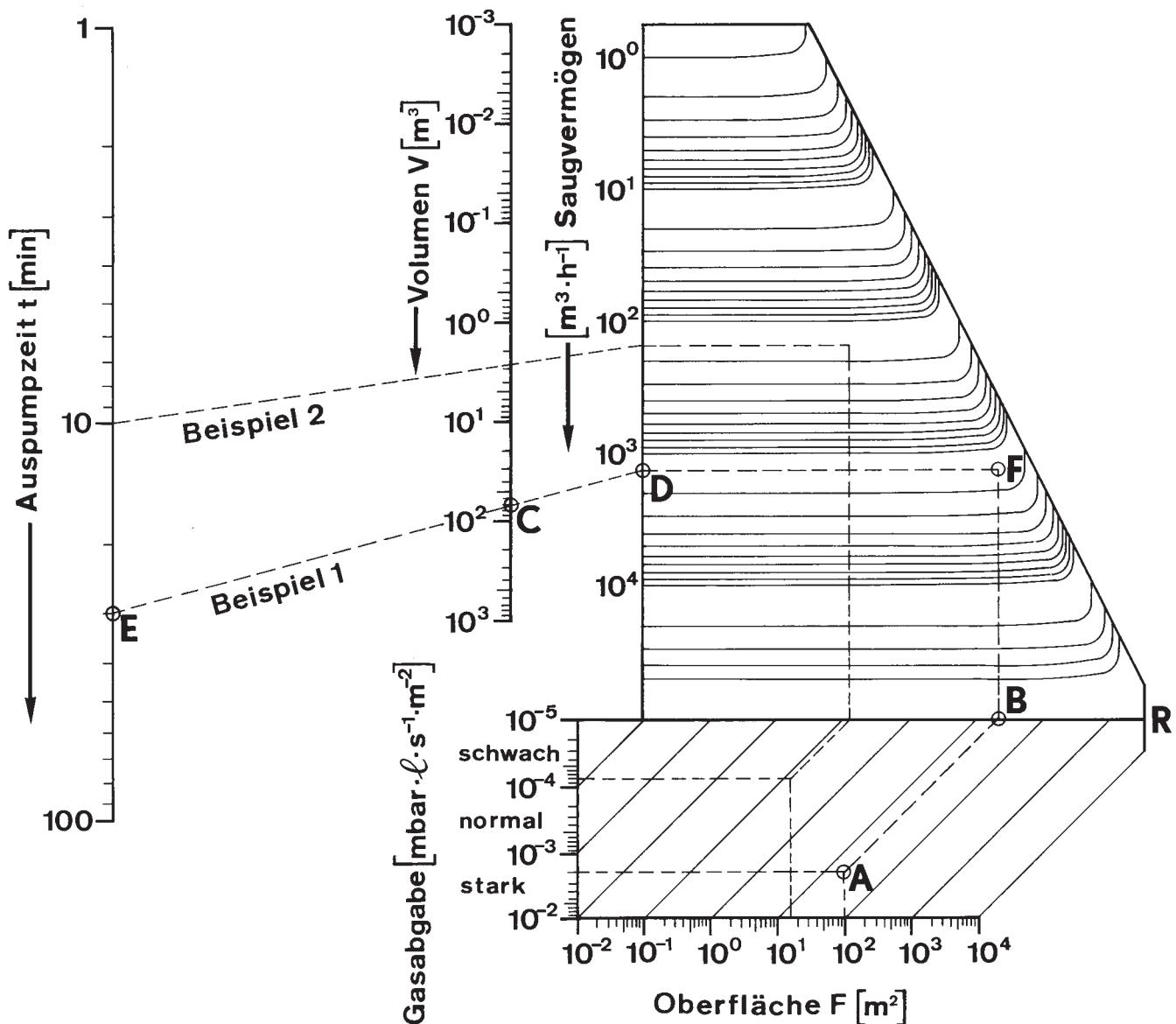
**Verfahren:** Man ermittelt bei vorgegebenem Rohrabmessungen (Länge  $L$ , Innendurchmesser  $d$ ) zunächst den druckunabhängigen Leitwert  $L_m$  im Gebiet der Molekularströmung. Um den Leitwert  $L^*$  im Gebiet der Laminarströmung oder im Übergangsgebiet bei vorgegebenem mittleren Druck  $p$  im Rohr zu finden, muß der vorher bestimmte Leitwert  $L_m$  noch mit dem im Nomogramm ermittelten Faktor  $\alpha$  multipliziert werden:  $L^* = L_m \cdot \alpha$ .

**Beispiel:** Eine 1 m lange Rohrleitung mit einem Innendurchmesser von 5 cm besitzt im Gebiet der Molekularströmung einen (unkorrekierten) Leitwert  $L$  von etwa 17  $\text{s}/\text{m}$ , wie sich aus der entsprechenden Verbindungsgeraden der „ $L$ “-Skala mit der „ $d$ “-Skala ergibt. Der so gefundene Leitwert  $L$  muß noch mit dem Clauisingfaktor  $\gamma = 0,963$  (Schnittpunkt der Verbindungsgeraden mit der „ $\gamma$ “-Skala) multipliziert werden, um den wahren Leitwert  $L_m$  im Gebiet der Molekularströmung zu erhalten:  $L_m \cdot \gamma = 17 \cdot 0,963 = 16,37 \text{ s}/\text{m}$ .

In einem Rohr von 1 m Länge und 5 cm Innendurchmesser herrscht Molekularströmung, wenn der mittlere Druck  $p$  im Rohr  $< 2,7 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$  ist.

Zur Ermittlung des Leitwertes  $L^*$  bei höheren Drücken ab  $2,7 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ , also z.B. bei  $8 \cdot 10^{-2} \text{ mbar} (= 6 \cdot 10^{-2} \text{ Torr})$  verbindet man den entsprechenden Punkt auf der „ $p$ “-Skala mit dem Punkt  $d = 5 \text{ cm}$  auf der „ $d$ “-Skala. Diese Verbindungsgerade schneidet die „ $\alpha$ “-Skala in Punkt  $\alpha = 5,5$ . Der Leitwert  $L^*$  bei  $p = 8 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$  beträgt:  $L^* = L_m \cdot \alpha = 16,37 \cdot 5,5 = 90 \text{ s}/\text{m}$ .

Abb. 9.9:  
Nomogramm zur Ermittlung der Leitwerte von Rohrleitungen (Luft, 20°C) im gesamten Druckgebiet.



Das Nomogramm gibt den Zusammenhang zwischen Nennsaugvermögen der Pumpe, Behältervolumen, Größe und Beschaffenheit der inneren Oberfläche und der Zeit, die erforderlich ist, um den Druck von  $10 \text{ mbar}$  auf  $10^{-3} \text{ mbar}$  zu senken, wieder.

**Beispiel 1:** Gegeben sei ein Behälter mit einem Volumen von  $70 \text{ m}^3$  und einer inneren Oberfläche von  $100 \text{ m}^2$ ; man rechne mit einer starken Gasabgabe von  $2 \cdot 10^{-3} \text{ mbar} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ . Es ist zunächst die Frage zu entscheiden, ob die Pumpe mit einem Nennsaugvermögen von  $1300 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  hierfür überhaupt geeignet ist. Die Linien für die betreffende Oberfläche von  $100 \text{ m}^2$  und Gasabgabe von  $2 \cdot 10^{-3} \text{ mbar} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$  ergeben einen Schnittpunkt A, der schräg nach oben

auf die Linie B und dann senkrecht weiter oben auf die Kurve, die von dem Saugvermögen der Pumpe  $1300 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  (D) ausgeht, zu projizieren ist. Fällt die Projektion auf die Kurve innerhalb des umrandeten Kurvenfeldes (F), so ist das Saugvermögen der Pumpe ausreichend für die Gasabgabe. Die zugehörige Auspumpzeit (Erniedrigung des Drucks von  $10 \text{ mbar}$  auf  $10^{-3} \text{ mbar}$ ) ergibt sich nun zu 30 min, indem man den Punkt  $1300 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$  auf der Saugvermögensskala verbindet mit dem Punkt  $70 \text{ m}^3$  (C) auf der Volumenskala; die Verlängerung ergibt den Schnittpunkt 30 min (E) mit der Zeitskala.

Im **Beispiel 2** ist zu ermitteln, welches Saugvermögen die Pumpe haben muß, wenn der Behälter (Volumen

Abb. 9.10:

Ermittlung der Auspumpzeit im Feinvakuumgebiet unter Berücksichtigung der Gasabgabe von den Wänden.

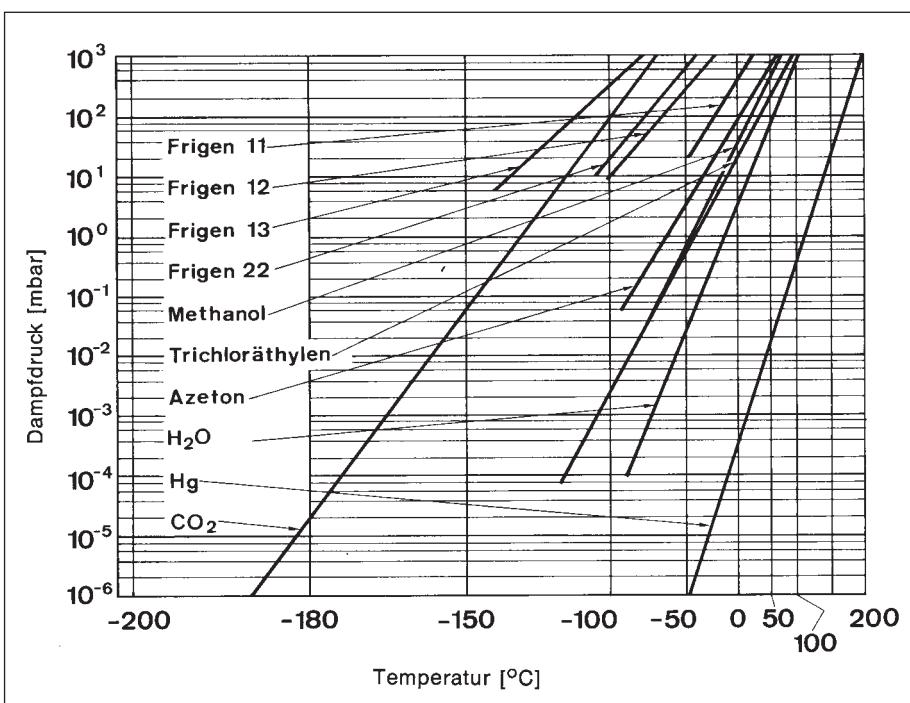


Abb. 9.11:  
Sättigungsdampfdruck verschiedener Stoffe

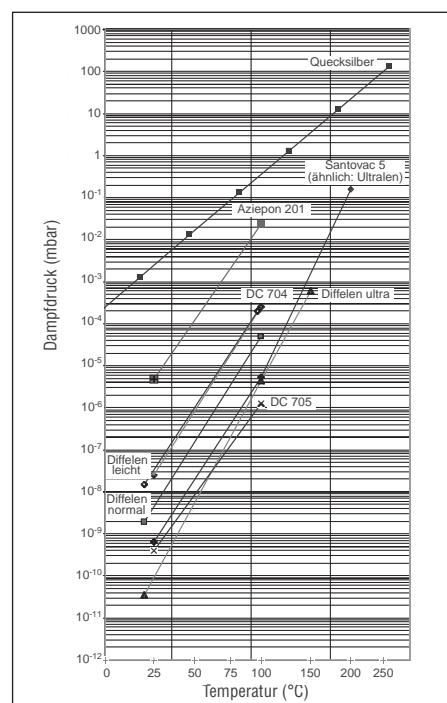


Abb. 9.12:  
Sättigungsdampfdruck von Treibmitteln für Öl- und Quecksilber-Treibmittelpumpen

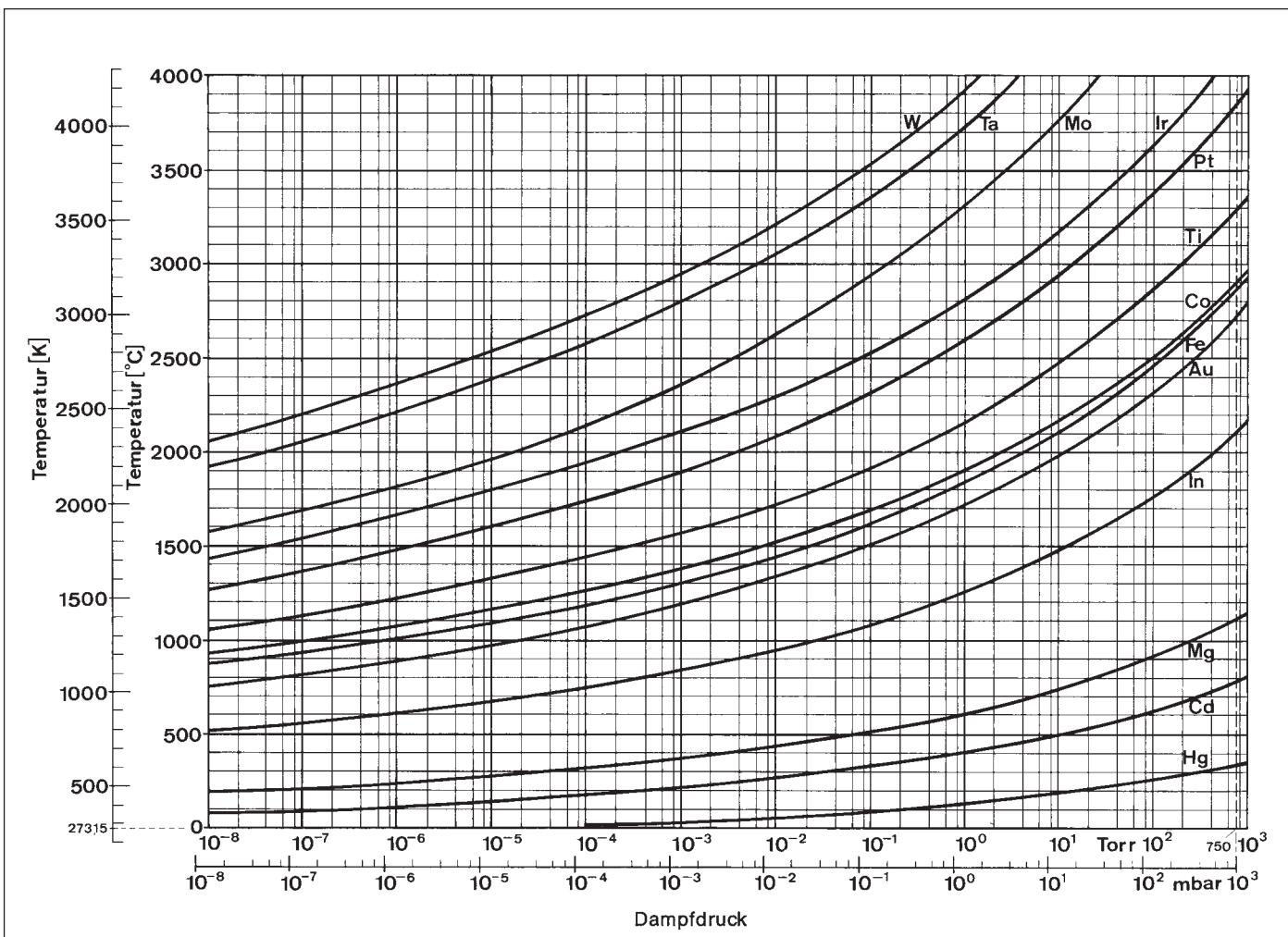


Abb. 9.13:  
Sättigungsdampfdruck vakuumtechnisch wichtiger Metalle

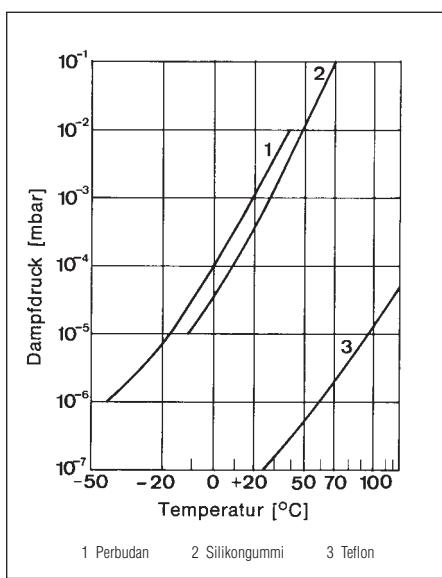


Abb. 9.14:  
Dampfdruck von nichtmetallischen Dichtungsmitteln (die Dampfdruckkurve für Viton liegt zwischen den Kurven für Silikongummi und Teflon).

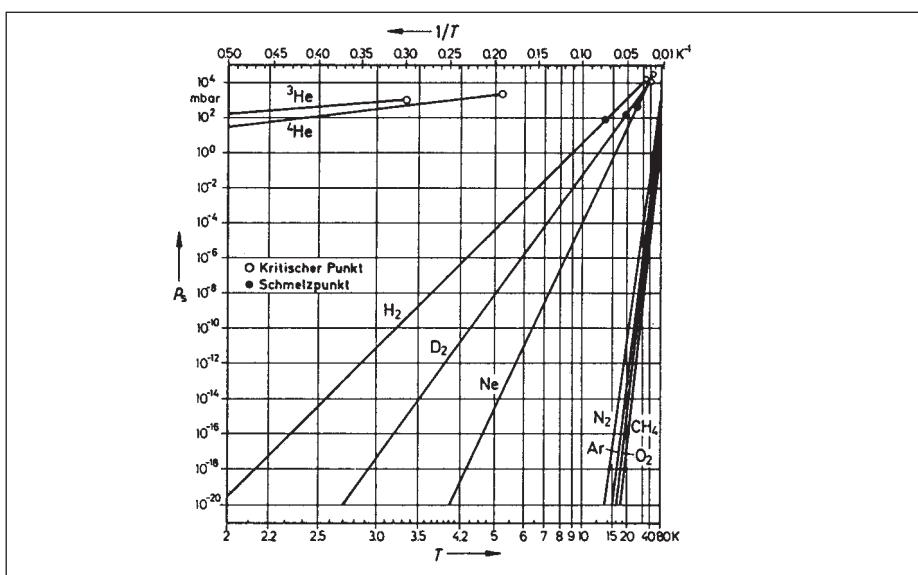


Abb. 9.15:  
Sättigungsdampfdrücke  $p_s$  verschiedener kryotechnisch wichtiger Stoffe im Temperaturbereich  $T = 2 \dots 80 \text{ K}$ .

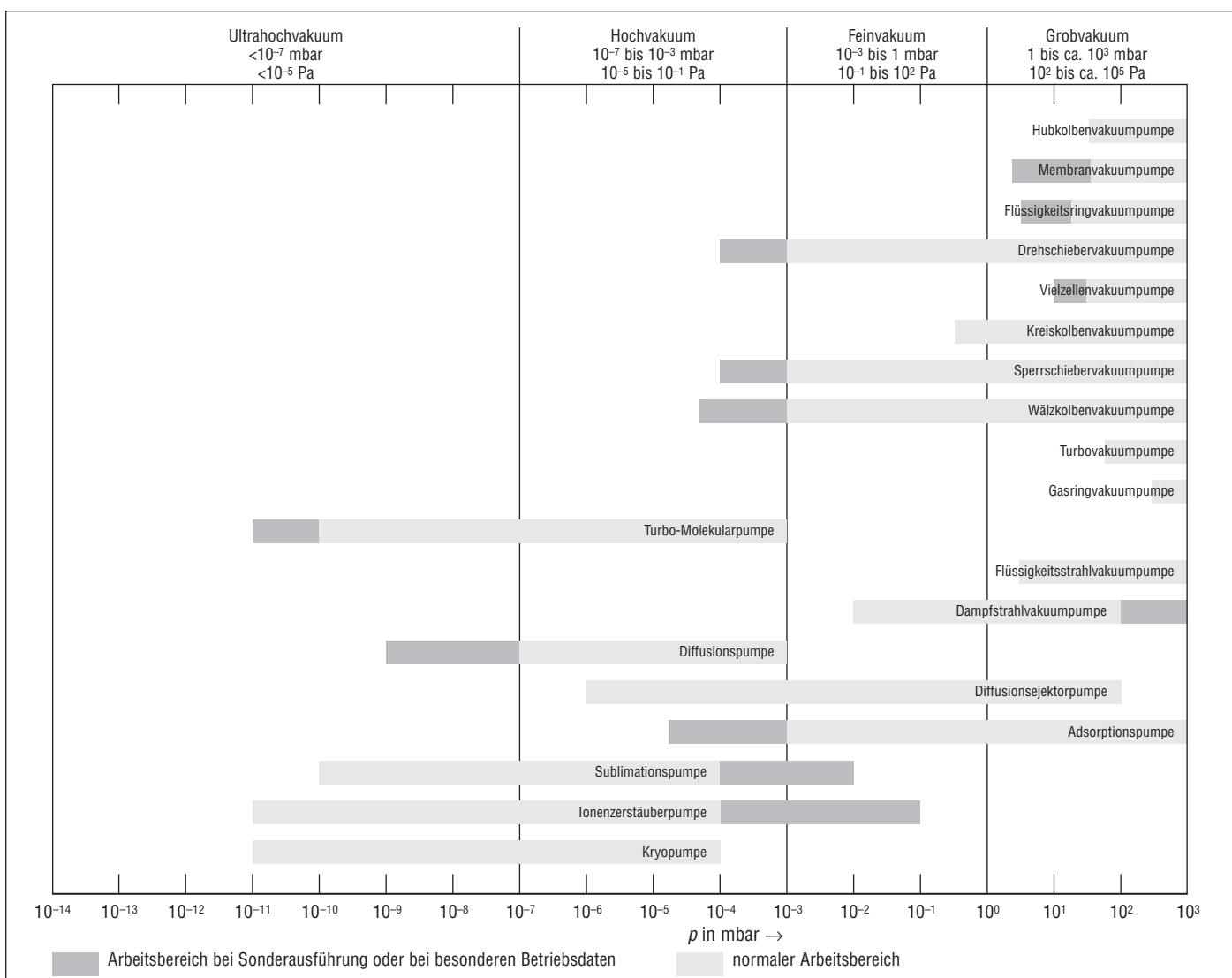


Abb. 9.16:  
Gebräuchliche Arbeitsbereiche von Vakuumpumpen

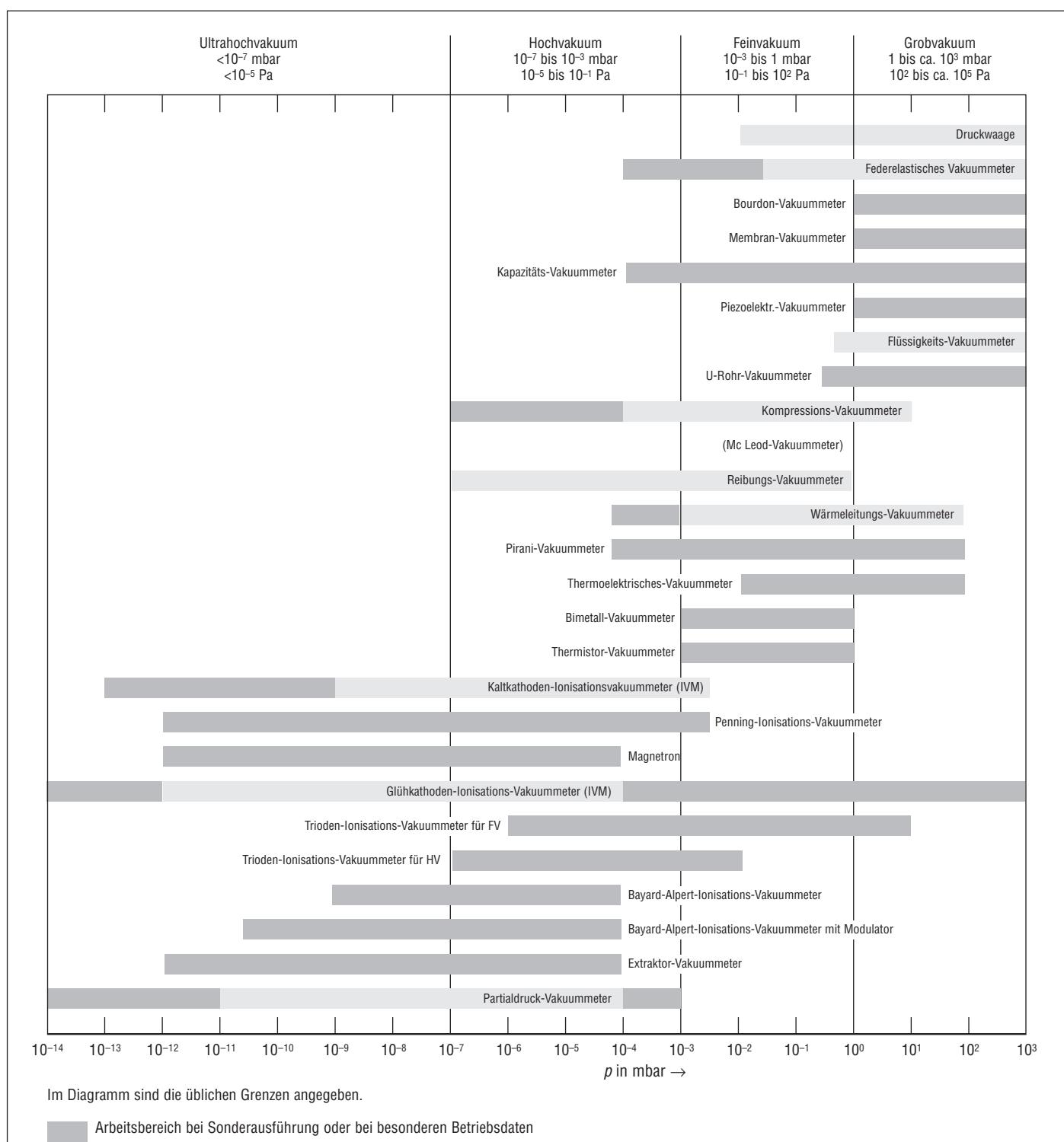


Abb. 9.16a:  
Meßbereiche gebräuchlicher Vakuummeter (VM) nach DIN 28400, Teil 3, 1992

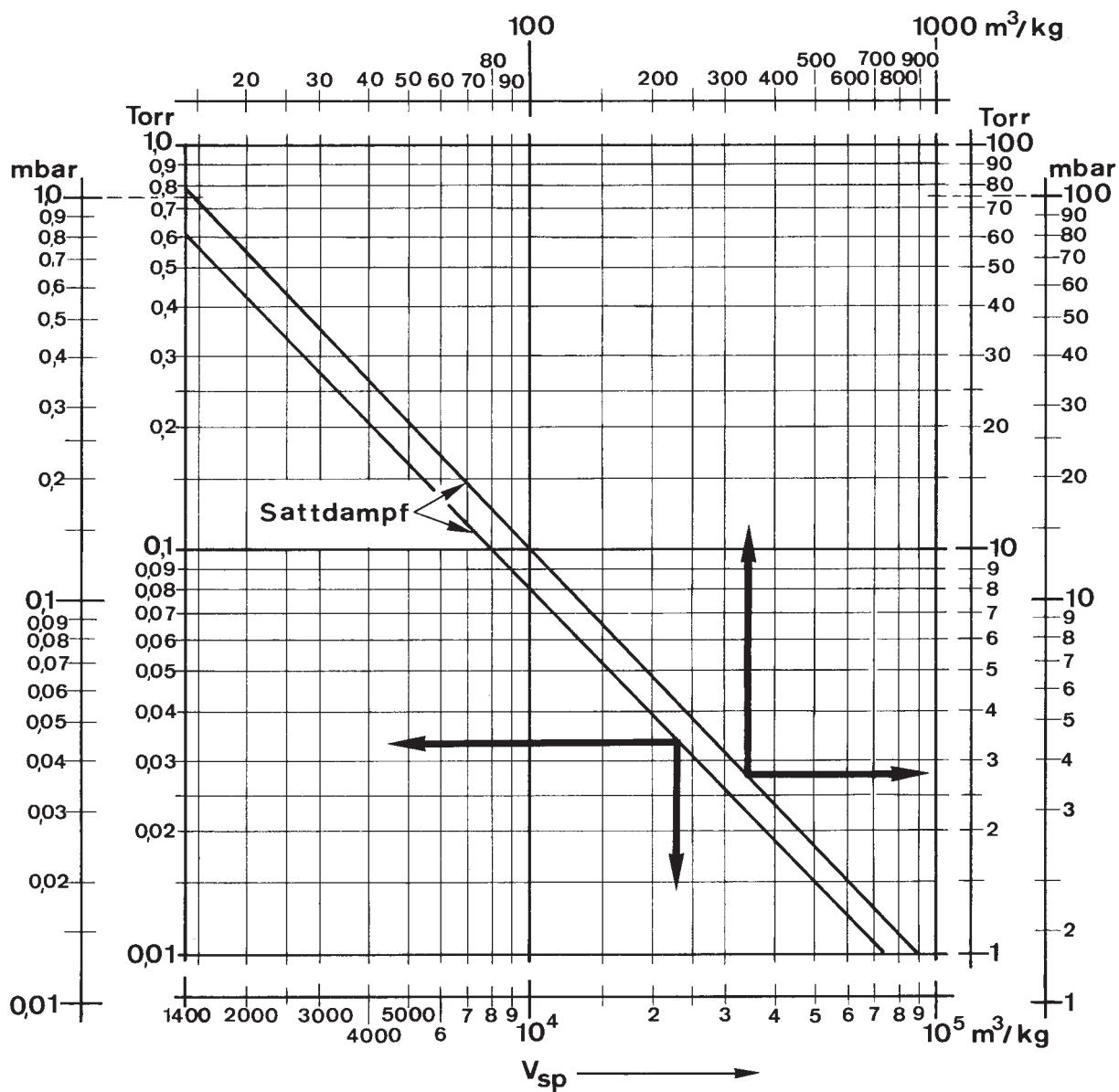


Abb. 9.17:  
Spezifischer Rauminhalt  $V_{sp}$  von Wasserdampf in  $\text{m}^3/\text{kg}$  bei 0,013 bis 133 mbar (Sattdampf).

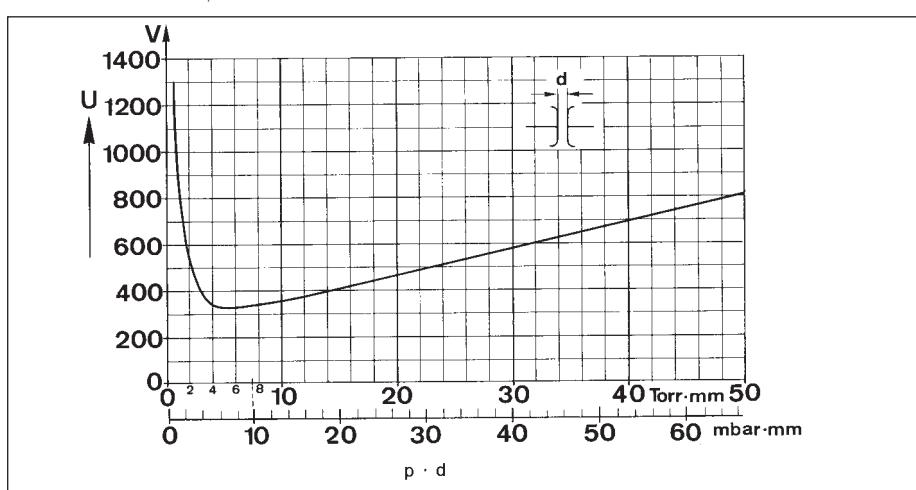


Abb. 9.18:  
Durchbruchsspannung  $U$  zwischen parallelen Platten und bei homogenem elektrischem Feld in Abhängigkeit vom Produkt Gasdruck  $p$  · Plattenabstand  $d$  (in mm) (Paschen-Kurve). Gültig für Luft.

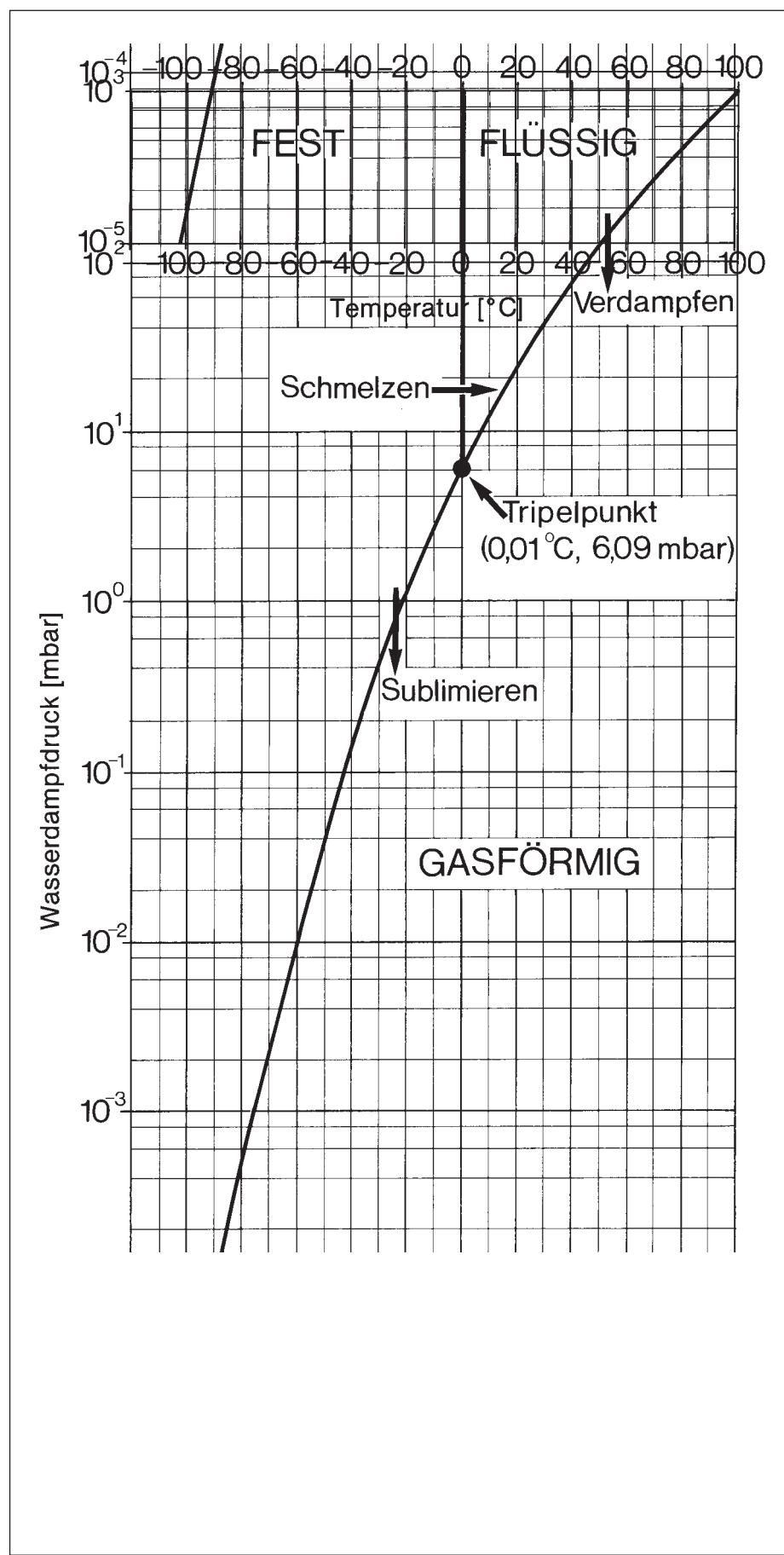


Abb. 9.19:  
Phasendiagramm von Wasser

## 10. Die gesetzlichen Einheiten in der Vakuumtechnik

### 10.1 Einführung

Zwei bundesdeutsche Gesetze und die dazu gehörigen Ausführungsbestimmungen legen fest, welche Einheiten im Meßwesen heute (generell seit 1.1.1978) im geschäftlichen und amtlichen Verkehr zu verwenden sind. Die Bestimmungen hatten eine Reihe z.T. grundlegender Änderungen zur Folge, die auch in der Vakuumtechnik zu beachten sind. Viele früher übliche Einheiten wie z.B. Torr, Gauß, Normkubikmeter, Atmosphäre, Poise, Kilokalorie, Kilopond etc. sind nicht mehr zugelassen. Dafür sind andere Einheiten zu nehmen, die teils neu sind, teils früher in

anderen Sachgebieten verwendet wurden. In der alphabetischen Liste des Abschnittes 10.2 sind die für die Vakuumtechnik wichtigen Größen, deren Formelzeichen, sowie die nunmehr zu verwendenden Einheiten zusammengestellt, wobei die SI-Einheiten (siehe unten) und daraus abgeleitete gesetzlich zulässige Einheiten angegeben sind. Der Liste ist in Abschnitt 10.3 eine Reihe von Anmerkungen angeschlossen; diese sollen einerseits – wo dies erforderlich ist – den Zusammenhang mit dem bisher Üblichen herstellen und andererseits Erläuterungen zur praktischen Verwendung des Inhaltes der alphabetischen Liste geben.

Den gesetzlichen Einheiten im Meßwesen liegen die sieben SI-Basis-Einheiten des „Internationalen Einheitensystems“ (SI) zu Grunde.

Gesetzliche Einheiten sind:

- Die Basis SI-Einheiten (Tabelle 10.4.1)
- Aus den Basis-SI-Einheiten abgeleitete Einheiten, z.T. mit besonderen Namen und Einheitenzeichen (Tabellen 10.4.2 und 10.4.4)
- Atomphysikalische Einheiten (Tabelle 10.4.3)
- Dezimale Vielfache und dezimale Teile von Einheiten, einige mit besonderen Namen

Beispiele:  $10^5 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2} = 1 \text{ bar}$  (Bar);  
 $1 \text{ dm}^3 = 1 \text{ l}$  (Liter);  
 $10^3 \text{ kg} = 1 \text{ t}$  (Tonne).

Ausführliche Darstellungen sind die Publikationen von W. Haeder und E. Gärtnner (DIN), von IUPAP 1987 und von S. German, P. Draht (PTB). Diese sollten immer zu Rate gezogen werden, wenn die vorliegende, auf die Vakuumtechnik zugeschnittene Zusammenstellung noch Fragen offen lässt.

### 10.2 Alphabetische Liste<sup>1</sup> von Größen, Formelzeichen und Einheiten, die in der Vakuumtechnik und ihren Anwendungen häufig vorkommen (siehe auch DIN 28402).

<sup>1</sup> Der Liste liegen Ausarbeitungen von Prof. Dr. I. Lückert zugrunde, worauf hier mit Dank hingewiesen wird.

Nr.	Größe	Formelzeichen	SI-Einheit	Bevorzugte gesetzliche Einheiten	Nr. der Anm. in Abschnitt 10.3	Hinweis
1	Aktivität (einer radioaktiven Substanz)	A	$\text{s}^{-1}$ ( $B_q$ )	$\text{s}^{-1}$	3/1	
2	(Allgemeine Gaskonstante)				-	s. Nr. 73
3	Arbeit	W	J	J, kJ, kWh, Ws		
4	Atomare Masseneinheit	$m_u$	kg	kg, $\mu\text{g}$		s. Tab. V in Abschnitt 9
5	Avogadro-Konstante	$N_A$	$\text{mol}^{-1}$	$\text{mol}^{-1}$		
6	Beschleunigung	a	$\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$	$\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$ , $\text{cm} \cdot \text{s}^{-2}$		
7	Boltzmann-Konstante	k	$\text{J} \cdot \text{K}^{-1}$	$\text{j} \cdot \text{K}^{-1}$ , mbar $\cdot \text{l} \cdot \text{K}^{-1}$		
8	Celsius-Temperatur	$\vartheta$ (sprich: Teta)	–	$^{\circ}\text{C}$	3/2	
9	Dampfdruck	$p_d$	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ , Pa	mbar, bar	3/3	
10	Dauer (Zeit-)	t	s	s, min, h		
11	Dichte (Gasdichte)	$\rho$ (sprich: Ro)	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ , g $\cdot \text{cm}^{-3}$	3/6	
12	Dielektrizitätskonstante	$\epsilon$ (sprich: Epsilon)	$\text{F} \cdot \text{m}^{-1}$	$\text{F} \cdot \text{m}^{-1}$ , As $\cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$		
13	Diffusionskoeffizient	D	$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ , $\text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$		
14	Drehimpuls	L	$\text{N} \cdot \text{s} \cdot \text{m}$	$\text{N} \cdot \text{s} \cdot \text{m}$		
15	Drehmoment	M	$\text{N} \cdot \text{m}$	$\text{N} \cdot \text{m}$ , $\text{kN} \cdot \text{m}$		
16	Drehzahl, Drehfrequenz	n, f	$\text{s}^{-1}$	$\text{s}^{-1}$ , min $^{-1}$		
17	Druck in Fluiden	p	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ , Pa	bar, mbar	3/3	
18	Druck als mechanische Spannung	p	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ , Pa	$\text{N} \cdot \text{mm}^{-2}$	3/4	Pa = Pascal
19	Durchmesser	d	m	cm, mm		s. Tab. 10.4.4
20	Dynamische Viskosität	$\eta$ (sprich: Eta)	Pa $\cdot$ s	$\text{mPa} \cdot \text{s}$	3/5	
21	Effektivdruck	$p_e$	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ , Pa	mbar	3/3	F = Farad
22	Elektrische Feldstärke	E	$\text{V} \cdot \text{m}^{-1}$	$\text{V} \cdot \text{m}^{-1}$		
23	Elektrische Kapazität	C	F	F, $\mu\text{F}$ , pF		
24	Elektrische Leitfähigkeit	$\sigma$ (sprich: Sigma)	$\text{S} \cdot \text{m}^{-1}$	$\text{S} \cdot \text{m}^{-1}$		
25	Elektrischer Leitwert	G	S	S		
26	Elektrische Spannung	U	V	V, mV, kV		
27	Elektrische Stromdichte	S	$\text{A} \cdot \text{m}^{-2}$	$\text{a} \cdot \text{m}^{-2}$ , $\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$		
28	Elektrische Stromstärke	I	A	A, mA, $\mu\text{A}$		
29	Elektrischer Widerstand	R	$\Omega$ (sprich: Ohm)	$\Omega$ , k $\Omega$ , M $\Omega$		
30	Elektrizitätsmenge (Elektrische Ladung)	Q	C	C, As		
31	Elektronenruhmasse	$m_e$	kg	kg, g		
32	Elementarladung	e	C	C, As		
33	Enddruck	$p_{end}$	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ , Pa	mbar		
34	Energie	E	J	J, kJ, kWh, eV		
35	Energiedosis	D	$\text{J} \cdot \text{k}^{-1}$		3/5 a	J = Joule

Nr.	Größe	Formelzeichen	SI-Einheit	Bevorzugte gesetzliche Einheiten	Nr. der Anm. in Abschnitt 10.3	Hinweis
36	Fallbeschleunigung	$g$	$\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$	$\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$		s. Tab. V in Abschnitt 9
37	Fläche	$A$	$\text{m}^2$	$\text{m}^2, \text{cm}^2$		
38	Flächenbezogene Stoßrate	$Z_A$	$\text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$	$\text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}; \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$		
39	Frequenz	$f$	$\text{Hz}$	$\text{Hz}, \text{kHz}, \text{MHz}$		
40	Gasdurchlässigkeit	$Q_{\text{perm}}$	$\frac{\text{m}^3 (\text{NTP})}{\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa}}$	$\frac{\text{cm}^3 (\text{NTP})}{\text{m}^2 \cdot \text{d} \cdot \text{bar}}$	3/19	$d = \text{Tag}$ (s. Tab. 10.4.4 s. Nr. 73 u. Nr. 103)
41	Gaskonstante	$R$				
42	Geschwindigkeit	$v$	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}, \text{mm} \cdot \text{s}^{-1}, \text{km} \cdot \text{h}^{-1}$		
43	Gewicht (Masse)	$m$	$\text{kg}$	$\text{kg}, \text{g}, \text{mg}$	3/6	
44	Gewichtskraft	$G$	$\text{N}$	$\text{N}, \text{KN}$	3/7	
45	Höhe	$h$	$\text{m}$	$\text{m}, \text{cm}, \text{mm}$		
46	Hub	$s$	$\text{m}$	$\text{cm}$		
47	Ionenendosis	$J$	$\text{C} \cdot \text{kg}^{-1}$	$\text{c} \cdot \text{kg}^{-1}, \text{C} \cdot \text{g}^{-1}$	3/8	
48	Impuls	$\hat{p} (\text{b})$	$\text{N} \cdot \text{s}$	$\text{N} \cdot \text{s}$		
49	Induktivität	$L$	$\text{H}$	$\text{H}, \text{mH}$		
50	Isentropenexponent	$\kappa$ (sprich: Kappa)	—	—		
51	Isobare molare Wärmekapazität	$C_{\text{mp}}$	$\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	$\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$		
52	Isobare spezifische Wärmekapazität	$C_p$	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$		
53	Isochore molare Wärmekapazität	$C_v$	$\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$		
54	Isochore spezifische Wärmekapazität	$C_v$	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$		
55	Kinematische Viskosität	$\nu$ (sprich: Nü)	$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}, \text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	3/9	
56	Kinetische Energie	$E_k$	$\text{J}$	$\text{J}$		
57	Kraft	$F$	$\text{N}$	$\text{N}, \text{kN}, \text{mN}$	3/10	
58	Länge	$l$	$\text{m}$	$\text{m}, \text{cm}, \text{mm}$	3/11	
59	Längenausdehnungskoeffizient	$\alpha$ (sprich: Alpha)	$\frac{\text{m}}{\text{m} \cdot \text{K}}$	$\frac{\text{m}}{\text{m} \cdot \text{K}}; \text{K}^{-1}$		
60	Leckrate	$q_L$	$\frac{\text{N} \cdot \text{m} \cdot \text{s}^{-1}}{\text{s}}$	$\frac{\text{mbar} \cdot \text{l}}{\text{s}}; \frac{\text{cm}^3}{\text{s}} (\text{NTP})$	3/12	
61	Leistung	$P$	$\text{W}$	$\text{W}, \text{kW}, \text{mW}$		
62	Magnetische Feldstärke	$H$	$\text{A} \cdot \text{m}^{-1}$	$\text{A} \cdot \text{m}^{-1}$	3/13	
63	Magnetische Flussdichte	$B$	$\text{T}$	$\text{T}$	3/14	
64	Magnetischer Fluss	$\Phi$ (sprich: Phi)	$\text{Wb}, \text{V} \cdot \text{s}$	$\text{V} \cdot \text{s}$	3/15	
65	Magnetische Induktion	$B$	$T$	$T$		
66	Masse	$m$	$\text{kg}$	$\text{kg}, \text{g}, \text{mg}$	3/6	
67	Massendurchfluß (Massenstrom)	$q_m$	$\text{kg} \cdot \text{s}^{-1}$	$\text{kg} \cdot \text{s}^{-1}, \text{kg} \cdot \text{h}^{-1}, \text{g} \cdot \text{s}^{-1}$		
68	Massengehalt	$W_i$	$\text{kg} \cdot \text{kg}^{-1}$	$\%, \%, \text{ppm}$		
69	Massenkonzentration	$p_i$ (sprich: Ro-i)	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}, \text{g} \cdot \text{m}^{-3}, \text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$		
70	Massenträgheitsmoment	$J$	$\text{kg} \cdot \text{m}^2$	$\text{kg} \cdot \text{m}^2$		
71	Mittlere freie Weglänge	$\lambda$	$\text{m}$	$\text{m}, \text{cm}$		
72	Molalität	$b_i$	$\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$	$\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$		
73	Molare Gaskonstante	$R$	$\frac{\text{J}}{\text{mol} \cdot \text{K}}$	$\frac{\text{mbar} \cdot \text{l}}{\text{mol} \cdot \text{K}}$		s. Tab. V in Abschnitt 9
74	Molare Masse (Stoffmengenbez. Masse)	$M$	$\text{kg mol}^{-1}$	$\text{kg} \cdot \text{kmol}^{-1}, \text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$		
75	Molares Volumen	$V_m$	$\text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$	$\text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1}, \text{l} \cdot \text{mol}^{-1}$		s. Tab. V in Abschnitt 9
76	Molares Normvolumen	$V_{mn}$	$\text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$	$\text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1} (\text{NTP})$		
77	Molekülmasse	$m$	$\text{kg}$	$\text{g}$		
78	Normalspannung (mech.)	$\sigma$ (sprich: Sigma)	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$	$\text{N} \cdot \text{mm}^{-2}$		
79	Normdichte eines Gases	$p_n$ (sprich: Ro-en)	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}, \text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$		
80	Normdruck	$p_n$	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}, \text{Pa}$	$\text{mbar}$		
81	Normvolumen	$V_n$	$\text{m}^3$	$\text{m}^3 (\text{NTP}), \text{cm}^3 (\text{NTP})$	3/16	
82	Partialdruck	$p_i$	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}, \text{Pa}$	$\text{mbar}$	3/17	
83	Periodendauer	$T$	$\text{s}$	$\text{s}, \text{ms}, \mu\text{s}$		
84	Permeationskoeffizient	$P$	$\frac{\text{m}^3 \cdot \text{m}}{\text{s} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{bar}}$	$\frac{\text{cm}^2}{\text{s} \cdot \text{mbar}}$	3/18	
85	Planck-Konstante	$h$	$\text{J} \cdot \text{s}$	$\text{J} \cdot \text{s}$		
86	pV-Durchfluß	$q_{pV}$	$\text{N} \cdot \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$	$\text{mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$	3/19	
87	pV-Wert	$pV$	$\text{N} \cdot \text{m}$	$\text{mbar} \cdot \text{l}$	3/19	
88	Radius (auch Molekülradius)	$r$	$\text{m}$	$\text{cm}, \text{mm}, \mu\text{m}$		
89	Raumladungsdichte	$\rho$ (sprich: Ro)	$\text{C} \cdot \text{m}^{-3}$	$\text{C} \cdot \text{m}^{-3}, \text{As} \cdot \text{m}^{-3}$		
90	Raumwinkel	$\Omega$ (sprich: Omega)	$\text{sr}$	$\text{sr}$		
91	Relative Atommasse	$A_T$	—	—	3/20	
92	Relative Molekülmasse	$M_r$	—	—	3/21	
93	Relative Teilchenmasse	$M_f$	—	—		
94	Restdampfdruck	$p_{rd}$	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}, \text{Pa}$	$\text{mbar}$		
95	Restgasdruck	$p_{rg}$	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}, \text{Pa}$	$\text{mbar}$		
96	Resttotaldruck (Restdruck)	$p_r$	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}, \text{Pa}$	$\text{mbar}$		
97	Reynoldszahl	$Re$	—	—		
98	Sättigungsdampfdruck	$p_s$	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}, \text{Pa}$	$\text{mbar}$		
99	Saugleistung	$q_{pV}, Q$	$\text{N} \cdot \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$	$\text{mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$		
100	Saugvermögen	$S$	$\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$	$\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}, \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$		
101	Spannung (mech.)	$\rho, \sigma, \tau$ (sprich: Ro, Sigma, Tau)	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}, \text{N} \cdot \text{mm}^{-2}$	3/4	s. Nr. 132 s. Nr. 18
102	Spezifische Elektronenladung	$-e \cdot m_e^{-1}$	$\text{C} \cdot \text{kg}^{-1}$	$\text{C} \cdot \text{kg}^{-1}, \text{As} \cdot \text{kg}^{-1}$		
103	Spezifische Gaskonstante	$R_i$	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	$\frac{\text{mbar} \cdot \text{l}}{\text{kg} \cdot \text{K}}$	3/22	
104	Spezifische Ionenladung	$e \cdot m^{-1}$	$\text{C} \cdot \text{kg}^{-1}$	$\text{C} \cdot \text{kg}^{-1}, \text{As} \cdot \text{kg}^{-1}$		

Nr.	Größe	Formelzeichen	SI-Einheit	Bevorzugte gesetzliche Einheiten	Nr. der Anm. in Abschnitt 10.3	Hinweis
105	Spezifischer elektrischer Widerstand	$\rho$ (sprich: Ro)	$\Omega \cdot m$	$\Omega \cdot cm, \Omega \cdot mm^2 \cdot m^{-1}$		
106	Spezifisches Volumen	$v$	$m^3 \cdot kg^{-1}$	$m^3 \cdot kg^{-1}, cm^3 \cdot g^{-1}$		
107	Spezifische Wärmekapazität	$c$	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}, J \cdot g^{-1} \cdot K^{-1}$		
108	Stefan-Boltzmann-Konstante	$\sigma$ (sprich: Sigma)	$\frac{W}{m^2 \cdot K^4}$	$\frac{W}{m^2 \cdot K^4}$		
109	Stoffmenge	$n$ (sprich: Nü)	mol	mol, kmol		
110	Stoffmengendurchfluß	$q_v$	$mol \cdot s^{-1}$	$mol \cdot s^{-1}$		
111	Stoffmengenkonzentration	$c_i$	$mol \cdot m^{-3}$	$mol \cdot m^{-3}, mol \cdot l^{-1}$		
112	Stoßrate	$Z$	$s^{-1}$	$s^{-1}$		für Stoff „i“
113	Strömungswert	$C, L$	$m^3 \cdot s^{-1}$	$m^3 \cdot s^{-1}, \cdot s^{-1}$		
114	Strömungswiderstand	$R$	$s \cdot m^{-3}$	$s \cdot m^{-3}, s \cdot \cdot s^{-1}$		
115	Teilchenanzahl	$N$	—	—		reine Zahl
116	Teilchenanzahldichte (volumenbezogen)	$n$	$m^{-3}$	$cm^{-3}$		
117	Teilchendurchfluß (-rate) (zeitbezogen)	$q_N$	$s^{-1}$	$s^{-1}$		s. Nr. 120
118	Teilchendurchflußdichte	$j_N$	$m^{-2} \cdot s^{-1}$	$m^{-2} \cdot s^{-1}, cm^{-2} \cdot s^{-1}$		s. Nr. 121
119	Teilchenmasse	$m$	kg	kg, g		
120	Teilchenstrom	$q_N$	$s^{-1}$	$s^{-1}$		s. Nr. 117
121	Teilchenstromdichte	$j_N$	$m^{-2} \cdot s^{-1}$	$m^{-2} \cdot s^{-1}, cm^{-2} \cdot s^{-1}$		s. Nr. 118
122	Thermodyn. Temperatur	$T$	K	K, mK		
123	Temperaturdifferenz	$\Delta T, \Delta \vartheta$	K	K, °C	3/24	
124	Temperaturleitfähigkeit	$a$	$m^2 \cdot s^{-1}$	$a = \lambda \cdot \rho^{-1} \cdot c_p$		
125	Totaldruck	$p_t$	$N \cdot m^{-2}, Pa$	mbar	3/3	
126	Überdruck	$p_e$	$N \cdot m^{-2}, Pa$	mbar	3/3	
127	Umgebungsdruck	$P_{amb}$	$N \cdot m^{-2}, Pa$	mbar, bar	3/3	
128	Vakuum-Lichtgeschwindigkeit	$c$	$m \cdot s^{-1}$	$m \cdot s^{-1}, km \cdot s^{-1}$		s. Tab. V in Abschnitt 9
129	Verdampfungswärme	$L_d$	J	kJ		
130	Viskosität, dynamische	$\eta$ (sprich: Eta)	$Pa \cdot s$	$mpa \cdot s$		s. Nr. 20
131	Volumen	$V$	$m^3$	$m^3, \cdot, cm^3$		
132	Volumendurchfluß (Volumenstrom)	$q_v$	$m^3 \cdot s^{-1}$	$m^3 \cdot h^{-1}, \cdot s^{-1}$		
133	Volumenkonzentration	$\sigma_i$ (sprich: Sigma-i)	$m^3 \cdot m^{-3}$	$\cdot, \cdot, \%, \%, ppm$		ppm = parts per million
134	Volumenstoßrate	$Z_v$	$s^{-1} \cdot m^{-3}$	$s^{-1} \cdot m^{-3}, s^{-1} \cdot cm^{-3}$		
135	Wärmemenge	$Q$	J	$J, kJ, kWh, Ws$		
136	Wärmekapazität	$C$	$J \cdot K^{-1}$	$J \cdot K^{-1}, kJ \cdot K^{-1}$		
137	Wärmeleitfähigkeit	$\lambda$ (sprich: Lambda)	$\frac{W}{K \cdot m}$	$\frac{W}{K \cdot m}$		
138	Wärmeübergangskoeffizient	$\alpha$ (sprich: Alpha)	$\frac{W}{K \cdot m^2}$			
139	Weglänge	$s$	m	m, cm		
140	Wellenlänge	$\lambda$ (sprich: Lambda)	m	nm	3/11	
141	Winkel (ebener)	$\alpha, \beta, \gamma$ rad (sprich: Alpha, Beta, Gamma)	rad	rad, °, ′, ″	3/26	rad = Radian
142	Winkelbeschleunigung	$\alpha$ (sprich: Alpha)	$rad \cdot s^{-2}$	$rad \cdot s^{-2}$		
143	Winkelgeschwindigkeit	$\omega$ (sprich: Omega)	$rad \cdot s^{-1}$	$rad \cdot s^{-1}$		
144	Wirkungsgrad	$\eta$ (sprich: Eta)	—	—		reine Zahl
145	Zeit	$t$	s	s, min, h, nn, mn		s. Tab. 10.44
146	Zeitspanne	$t, \Delta t$	s	s, min, h		s. Tab. 10.44

## 10.3 Anmerkungen zur alphabetischen Liste des Abschnitts 10.2

### 3/1: Aktivität

Bisherige Einheit Curie (Ci).

$$1 \text{ Ci} = 3,7 \cdot 10^{10} \cdot \text{s}^{-1} = 37 \text{ ns}^{-1}.$$

### 3/2: (°C) Celsius-Temperatur

Grad Celsius (°C) ist ein besonderer Name für die SI-Einheit Kelvin (K) [s. Nr. 122] bei Angabe von Celsius-Temperaturen. Grad Celsius ist gesetzlich zugelassen.

### 3/3: Druck

Hier ist die Neufassung von DIN 1314 zu beachten. Die Festlegungen dieser Norm beziehen sich in erster Linie auf Fluide (Flüssigkeiten, Gase, Dämpfe). In DIN 1314 wird neben der (abgeleiteten) SI-Einheit  $1 \text{ Pa} = 1 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$  als besonderer Name für den zehnten Teil des Megapascal (MPa) das Bar (bar) angegeben:  $1 \text{ bar} = 0,1 \text{ MPa} = 10^5 \text{ Pa}$ . Dies ist in Übereinstimmung mit ISO/1000 (11/92), S. 7. Demgemäß ist auch die für die Vakuumtechnik sehr zweckmäßige Einheit Millibar (mbar) zulässig: **1 mbar =  $10^2 \text{ Pa} = 0,75 \text{ Torr}$** . Die Einheit „Torr“ ist nicht mehr zugelassen.

### Zur besonderen Beachtung!

In der Vakuumtechnik werden ausschließlich Absolutdrücke gemessen und mit diesen wird auch gerechnet.

In der Druck- und Hochdrucktechnik wird vielfach mit Drücken gearbeitet, die auf den jeweiligen Atmosphärendruck (Umgebungsdruck)  $p_{\text{amb}}$  bezogen werden. Nach DIN 1314 wird die Differenz zwischen einem Druck  $p$  und dem jeweiligen Atmosphärendruck (Umgebungsdruck)  $p_{\text{amb}}$  als Überdruck  $p_e$  bezeichnet:  $p_e = p - p_{\text{amb}}$ . Der Überdruck kann positive und negative Werte annehmen.

### Umrechnungen

$$1 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2} = 980,665 \text{ mbar} = \mathbf{981 \text{ mbar}}$$

$$1 \text{ at} (\text{technische Atmosphäre}) = 980,665 \text{ mbar} = \mathbf{981 \text{ mbar}}$$

$$1 \text{ atm} (\text{physikalische Atmosphäre}) = 1013,25 \text{ mbar} = 1013 \text{ mbar}$$

$$1 \text{ atü} (\text{Atmosphäre Überdruck}) = 2026,50 \text{ mbar} = 2 \text{ bar}$$

$$1 \text{ Torr} = 1 \text{ mm Hg} = \frac{1 \text{ atm}}{760} = 133,322 \text{ Pa} \\ = 1,333 \text{ mbar}$$

$$1 \text{ mWS (Meter-Wassersäule)} = 9806,65 \text{ Pa} \\ = 98 \text{ mbar}$$

$$1 \text{ mm Hg} = 133,322 \text{ Pa} = 1,333 \text{ mbar} = \\ 4/3 \text{ mbar}$$

Der Druck als mechanische Spannung (Festigkeit) wird generell in Pascal (Pa) und in  $\text{N} \cdot \text{nm}^{-2}$  angegeben.

### Umrechnungen:

$$1 \text{ Pa} = 1 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2} = 10^{-6} \text{ N} \cdot \text{mm}^{-2}$$

$$1 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2} = 98100 \text{ Pa} = 0,981 \text{ N} \cdot \text{mm}^{-2} \\ = 0,1 \text{ N mm}^{-2}$$

$$1 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2} = 9.810.000 \text{ Pa} = 9,81 \text{ N} \cdot \text{mm}^{-2} = 10 \text{ N} \cdot \text{mm}^{-2}$$

### 3/5: Dynamische Viskosität

Bisherige Einheit Poise (P)

$$1 \text{ P} = 0,1 \text{ Pa} \cdot \text{s} = 1 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$$

### 3/5a: Energiedosis

Rad (rd) ist nicht mehr zulässig.

$$1 \text{ rd} = \frac{1}{100} \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1}$$

### 3/6: Gewicht

Hier ist DIN 1305 zu beachten. Das Wort Gewicht soll (wegen seiner bisherigen Mehrdeutigkeit) **nur** noch als Benennung einer Größe von der Art einer Masse im Sinne eines Wägeergebnisses zur Angabe von Warenmengen verwendet werden.

Die Bezeichnungen „spezifisches Gewicht“ und „Wichte“ sollen nicht mehr verwendet werden. Dafür soll **Dichte** gesagt werden.

### 3/7: Gewichtskraft

Siehe DIN 1305. Die bisherigen Einheiten Pond (p) und Kilopond (kp) sowie weitere dezimale Vielfache von p werden nicht mehr verwendet.

$$1 \text{ kp} = \mathbf{9,81 \text{ N}}$$

### 3/8: Ionendosis

Bisher verwendete Einheit war das Röntgen (R).  $1 \text{ R} = 2,58 \cdot 10^{-4} \text{ C} \cdot \text{kg}^{-1}$

### 3/9: Kinematische Viskosität

Bisher verwendete Einheit Stokes (St)

$$1 \text{ St} = 1 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}; 1 \text{ cSt} = 1 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$$

### 3/10: Kraft

Die CGS-Einheit Dyn (dyn) für die Kraft entfällt.

$$1 \text{ dyn} = 10^{-5} \text{ N}$$

### 3/11: Länge/Wellenlänge

Die Einheit Ångström (Å) (z.B. für Wellenlänge) soll in Zukunft entfallen (s. Tab. 4.6.).  $1 \text{ \AA} = 10^{-8} \text{ cm} = 0,1 \text{ nm}$ .

### 3/12: Leckrate

In DIN 40.046 Blatt 102 (Entw. Ausgabe August 1973) wird für die Leckrate die Einheit  $\text{mbar} \cdot \text{dm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  ( $= \text{mbar} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ ) verwendet. Es sei bemerkt, daß die der Einheit  $1 \text{ mbar} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  bei  $20^\circ\text{C}$  entsprechende Leckrate praktisch gleich der Leckrate  $1 \text{ cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  (NTP) ist. (S. auch 3/17).

### 3/13: Magnetische Feldstärke

Bisherige Einheit Oersted (Oe)

$$1 \text{ Oe} = 79,577 \text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$$

### 3/14: Magnetische Flußdichte

Bisherige Einheit Gauß (G).

$$1 \text{ G} = 10^{-4} \text{ Vs} \cdot \text{m}^{-2} = 10^{-4} \text{ T} (\text{T} = \text{Tesla})$$

### 3/15: Magnetischer Fluß

Bisherige Einheit Maxwell (M)

$$1 \text{ M} = 10^{-8} \text{ Wb} (\text{Weber})$$

### 3/16: Normvolumen

DIN 1343 ist zu beachten.

Es wird die Bezeichnung  $\text{m}^3$  (NTP) oder  $(p_n, T_n)$  vorgeschlagen, wobei der Klammerausdruck nicht zu dem Einheitenzeichen  $\text{m}^3$  gehört, sondern als ein Hinweis darauf zu verstehen ist, daß es sich um das Volumen eines Gases im Normzustand ( $T_n = 273 \text{ K}$ ,  $p_n = 1013 \text{ mbar}$ ) handelt.

### 3/17: Partialdruck

Der Index „i“ soll darauf hindeuten, daß es sich um den Teildruck des „i“-ten Gases handelt, das in einer Gasmischung enthalten ist.

### 3/18: Gasdurchlässigkeit

Der **Permeationskoeffizient** ist definiert als der Gasstrom  $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  (Volumenstrom  $p_V$ ), der bei gegebener Druckdifferenz (bar) durch eine feste Probe gegebener Fläche ( $\text{m}^2$ ) und Dicke ( $\text{m}$ ) hindurchgeht.

Die **Gasdurchlässigkeit** (s. Nr. 40) ist nach DIN 53.380 und DIN 7740, Blatt 1, Beiblatt, „gekennzeichnet durch das auf 0°C und 760 Torr umgerechnete Volumen eines Gases, das während eines Tages (= 24 Stunden) bei einer bestimmten Temperatur und einem bestimmten Druckgefälle durch 1  $\text{m}^2$  des zu prüfenden Erzeugnisses hindurchgeht“.

### 3/19: pV-Durchfluß/pV-Wert

Hier ist DIN 28.400, Blatt 1 zu berücksichtigen. Nr. 86 und Nr. 87 haben quantitativ nur dann einen physikalischen Sinn, wenn jeweils die Temperatur angegeben wird.

### 3/20: Relative Atommasse

Bisher mißverstehbar „Atomgewicht“ genannt!

### 3/21: Relative Molekülmasse

Bisher mißverstehbar „Molekulargewicht“ genannt!

### 3/22: Spezifische Gaskonstante

Als massenbezogene Gaskonstante des Stoffes „i“.  $R_i = R_m \cdot M_i^{-1}$ ;  $M_i$  Molare Masse (Nr. 74) des Stoffes „i“. Siehe auch DIN 1345.

### 3/23: Spezifische Wärmekapazität

Auch spezifische Wärme genannt:

Spezifische Wärme(-Kapazität) bei konstantem Druck:  $c_p$ .

Spezifische Wärme(-Kapazität) bei konstantem Volumen:  $c_v$ .

### 3/24: Temperaturdifferenz

Temperaturdifferenzen werden in K angegeben, können aber auch in °C ausgedrückt werden. Die Bezeichnung Grad (grd) ist nicht mehr zulässig.

### 3/25: Wärmemenge

Die Einheiten Kalorie (cal) und Kilokalorie (kcal) entfallen in Zukunft.

1 kcal = 4,2 kJ.

### 3/26: Winkel

1 Radian (rad) ist gleich dem ebenen Winkel, der als Zentriwinkel eines Kreises mit dem Halbmesser 1 m aus dem Kreis einen Bogen von der Länge 1 m ausschneidet. Siehe auch DIN 1315 (8/82).

$$1^\circ = \frac{\pi}{180} \text{ rad}; 1' = 1^\circ/60; 1'' = 1'/60.$$

$$1 \text{ rad} = \frac{360^\circ}{2\pi} \cdot 60^\circ$$

## 10.4 Tabellen

### 10.4.1: SI-Basiseinheiten

Basiseinheit	Einheitenzeichen	Basisgrößen
Meter	m	Länge
Kilogramm	kg	Masse
Sekunde	s	Zeit, Zeitspanne; Dauer
Ampere	A	Elektr. Stromstärke
Kelvin	K	Thermodyn. Temperatur
Mol	mol	Stoffmenge
Candela	cd	Lichtstärke

### 10.4.3: Atomphysikalische Einheiten

Basiseinheit	Einheitenzeichen	Basisgrößen
Atomare Masseneinheit	$m_u$	Masse für Angabe von Teilchenmasse; $1 m_u = \frac{1}{12}$ Masse von $^{12}\text{C}$ auch amu (atomic mass unit).
Elektronenvolt	eV	Energie

### 10.4.2: Abgeleitete kohärente<sup>1</sup> SI-Einheiten mit besonderen Namen und Einheitenzeichen (alphabetisch)

Name der Einheit	Einheitenzeichen	Größe	Beziehung
Coulomb	C	Elektrizitätsmenge oder elektrische Ladung	$1 \text{ C} = 1 \text{ A} \cdot \text{s}$
Farad	F	Elektrische Kapazität	$1 \text{ F} = 1 \text{ A} \cdot \text{s} \cdot \text{V}^{-1}$
Henry	H	Induktivität	$1 \text{ H} = 1 \text{ V} \cdot \text{s} \cdot \text{A}^{-1}$
Hertz	Hz	Frequenz, Periodenfrequenz	$1 \text{ Hz} = 1 \cdot \text{s}^{-1}$
Joule	J	Energie, Arbeit, Wärmemenge	$1 \text{ J} = 1 \text{ N} \cdot \text{m} = \text{Ws}$
Lumen	lm	Lichtstrom	$1 \text{ lm} = \text{cd} \cdot \text{sr}$
Lux	lx	Beleuchtungsstärke	$1 \text{ lx} = 1 \text{ lm} \cdot \text{m}^{-2}$
Newton	N	Kraft	$1 \text{ N} = 1 \text{ kgm} \cdot \text{s}^{-2}$
Ohm	$\Omega$	Elektrischer Widerstand	$1 \text{ } \Omega = 1 \text{ V} \cdot \text{A}^{-1}$
Pascal	Pa	Druck, Mechanische Spannung	$1 \text{ Pa} = 1 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$
Radian	$\text{rad}^2$	Winkel, Ebener Winkel	$1 \text{ rad} = 1 \text{ m} \cdot \text{m}^{-1}$
Siemens	S	Elektrischer Leitwert	$1 \text{ S} = 1 \cdot \text{ } \Omega^{-1}$
Steradian	$\text{sr}^2$	Räumlicher Winkel, Raumwinkel	$1 \text{ sr} = 1 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-2}$
Tesla	T	Magnetische Flußdichte oder Induktion	$1 \text{ T} = 1 \text{ Wb} \cdot \text{m}^{-2}$
Volt	V	Elektrische Spannung oder Elektrische Potentialdifferenz	$1 \text{ V} = 1 \text{ W} \cdot \text{A}^{-1}$
Watt	W	Leistung, Energiestrom, Wärmestrom	$1 \text{ W} = 1 \text{ J} \cdot \text{s}^{-1}$
Weber	Wb	Magnetischer Fluß	$1 \text{ Wb} = 1 \text{ V} \cdot \text{s}$

<sup>1</sup> Mit dem Zahlenfaktor 1 gebildet; z.B.  $1 \text{ C} = 1 \text{ As}$ ,  $1 \text{ Pa} = 1 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$

<sup>2</sup> Zusätzliche SI-Einheit

### 10.4.4: Abgeleitete, nicht kohärente SI-Einheiten mit besonderen Namen und Einheitenzeichen

Name der Einheit	Einheitenzeichen	Faktor zu SI-Einheit
Tag	d	$1 \text{ d} = 86.400 \text{ s}$
Stunde	h	$1 \text{ h} = 3.600 \text{ s}$
Minute	min	$1 \text{ min} = 60 \text{ s}$
Vollwinkel	–	$2 \pi \text{ rad}$
Grad	(°)	$\frac{\pi}{180} \text{ rad}$
Minute	(°)	$\frac{\pi}{10.800} \text{ rad} (= \frac{1}{60} \text{ grad})$
Sekunde	(o)	$\frac{\pi}{648.000} \text{ rad} (= \frac{1}{60} \text{ Minute})$

## 11. Vakuumtechnisch wichtige, nationale und internationale Normen und Empfehlungen

Seit etwa 20 Jahren werden sowohl auf nationaler als auch auf internationaler Ebene zahlreiche Normen und Empfehlungen erarbeitet und – wo erforderlich – entsprechend dem neuesten Stand der Technik überarbeitet, die bei der Verwendung vakuumtechnischer Geräte (Pumpen, Meßgeräte, Ventile etc.) und beim Zusammenbau von Vakuum-Apparaturen, -Systemen und -Anlagen zu beachten sind. Dabei handelt es sich nicht nur um Festlegungen, die speziell die Vakuumtechnik betreffen, sondern auch um solche, die dieses spezielle Teilgebiet übergreifen und damit einschließen (z.B. physikalische Einheiten,

Formelzeichen, Lärmschutzbestimmungen u.a.)

Nationale Normen sind vor allem DIN-Normen, insbesondere die des Fachbereiches Vakuumtechnik im DIN-Normenausschuß Maschinenbau (NAM). Internationale Normen und Empfehlungen werden erarbeitet und herausgegeben.

- a) von der Internationalen Standard Organisation (ISO), insbesondere vom ISO-Komitee TC 112 (Vakuumtechnik)
- b) von dem Europäischen Komitee der Hersteller von Verdichtern, Vakuumpumpen und Druckluftwerkzeugen (PNEUROP), insbesondere von dem PNEUROP-Unterausschuß C5 (Vakuumtechnik)
- c) von dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), insbesondere von dem Technischen Komitee TC 138 (Zer-

störungsfreie Prüfung) und dem Technischen Komitee TC 318.

Die von den internationalen Organisationen a) bis c) unter deutscher Beteiligung (auch von Leybold!) erstellten Dokumente sind inhaltlich von DIN weitgehend übernommen worden, was beispielsweise in Bezeichnungen wie DIN / ISO oder DIN / EN zum Ausdruck kommt.

In der nachstehenden Tabelle 11.1 sind die wichtigsten zu beachtenden Normen zusammengestellt.

Verwendete Abkürzungen:

E = Entwurf

CD = (Committee Draft)  
Unverbindliche Vorlage

### 11.1 In der Vakuumtechnik besonders zu beachtende nationale und internationale Normen und Empfehlungen

A) Nationale Vereinbarungen, Teil 1: DIN		
DIN	Titel	Ausgabe
1301	Einheiten Teil 1 – Einheitennamen, Einheitenzeichen Teil 2 – Allgemein angewandte Teile und Vielfache Teil 3 – Umrechnungen für nicht mehr anzuwendende Einheiten	1993 2/78 6/79
1304	Allgemeine Formelzeichen Teil 1 – Allgemeine Formelzeichen Teil 2 – Formelzeichen für Meterologie und Geophysik Teil 3 – Formelzeichen für elektrische Energieversorgung Teil 5 – Formelzeichen für Strömungsmechanik Teil 6 – Formelzeichen für elektrische Nachrichtentechnik Teil 7 – Formelzeichen für elektrische Maschinen	3/94 9/89 3/89 9/89 5/92 1/91
1305	Masse; Wägewert, Kraft, Gewichtskraft, Gewicht Last; Begriffe	1/88
1306	Dichte; Begriffe	6/84
1313	Physikal. Größen und Gleichungen, Begriffe, Schreibweisen	4/78
1314	Druck; Grundbegriffe, Einheiten	2/77
1319	Grundbegriffe der Meßtechnik Teil 1 – Grundbegriffe Teil 2 – Begriffe für die Anwendung von Meßgeräten Teil 3 – Begriffe für die Meßunsicherheit und für die Beurteilung von Meßgeräten und Meßeinrichtungen Teil 4 – Behandlung von Unsicherheiten bei der Anwendung von Messungen	1/95 1/80 8/83 12/85

A) Nationale Vereinbarungen, Teil 1: DIN (Fortsetzung)		
DIN	Titel	Ausgabe
1343	Normzustand, Referenzzustand	1/90
1345	Thermodynamik; Grundbegriffe	12/93
1952	Durchflußmessung mit Blenden, Düsen etc.	7/82
2402	Rohrleitungen; Nettweiten, Begriffe, Stufung	2/76
3535	Dichtungen für die Gasversorgung – Teil 6	4/94
8964	Kreislaufteile für Kälteanlagen mit hermetischen und halbhermetischen Verdichtern Teil 1: Prüfungen Teil 2: Anforderungen	3/96 9/86 (E 12/95)
16005	Überdruckmeßgeräte mit elastischem Meßglied für die allgemeine Anwendung Anforderungen und Prüfung	2/87
16006	Überdruckmeßgeräte mit Rohrfeder Sicherheitstechnische Anforderung und Prüfung	2/87
19226	– 1 Leittechnik; Regelungstechnik und Steuerungstechnik; Begriffe – Allgemeine Grundlagen – 4 Leittechnik; Regelungstechnik und Steuerungstechnik; Begriffe für Regelungs- und Steuerungssysteme – 5 Leittechnik; Regelungstechnik und Steuerungstechnik; Funktionelle Begriffe	2/94 2/94 2/94
25436	Integrale Leckratenprüfung des Sicherheitsbehälter mit der Absolutdruckmethode	7/80
28090	Statische Dichtungen für Flanschverbindungen Teil 1: Dichtungskennwerte und Prüfverfahren Teil 2: Dichtungen aus Dichtungsplatte; Spezielle Prüfverfahren zur Qualitäts sicherung	9/95 9/95
28400	Vakuumtechnik; Benennungen und Definitionen Teil 1 – Grundbegriffe, Einheiten, Bereiche, Kenngrößen und Grundlagen Teil 2 – Vakuumpumpen Teil 3 – Vakuumanlagen; Charakteristische Größen und Meßgeräte Teil 4 – Vakuumbeschichtungstechnik Teil 5 – Vakuumtrocknung und Vakuumgefriertrocknung Teil 6 – Analysentechnik für Oberflächentechnik Teil 7 – Vakuummetallurgie Teil 8 – Vakuumsysteme, Komponenten und Zubehör	5/90 10/80 6/92 3/76 3/81 10/80 7/78 10/80 (E 7/91)
28401	Vakuumtechnik; Bildzeichen – Übersicht	11/76
28402	Vakuumtechnik; Größen, Formelzeichen, Einheiten – Übersicht	12/76
28403	Vakuumtechnik; Schnellverbindungen, Kleinflanschverbindungen	9/86
28404	Vakuumtechnik; Flansche, Maße	10/86
28410	Vakuumtechnik; Massenspektrometrische Partialdruck-Meßgeräte, Begriffe, Kenngrößen, Betriebsbedingungen	11/86
28411	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Massenspektrometer-Lecksuchgeräte, Begriffe	3/76
28416	Vakuumtechnik; Kalibrieren von Vakuummetern im Bereich von $10^{-3}$ bis $10^{-7}$ mbar. Allgemeines Verfahren; Druckerniedrigung durch beständige Strömung	3/76
28417	Vakuumtechnik; Messen des pV-Durchflusses nach dem volumetrischen Verfahren bei konstantem Druck	3/76

A) Nationale Vereinbarungen, Teil 1: DIN (Fortsetzung)		
DIN	Titel	Ausgabe
28418	Vakuumtechnik; Standardverfahren zum Kalibrieren von Vakuummetern durch direkten Vergleich mit einem Bezugsgerät Teil 1 – Allgemeine Grundlagen Teil 2 – Ionisations-Vakuummeter Teil 3 – Wärmeleitungsvakuummeter	5/76 9/78 8/80
28426	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Drehkolbenvakuumpumpen Teil 1 – Sperr- und Drehschiebervakuumpumpen im Grob- und Feinvakumbereich Teil 2 – Wälzkolbenvakuumpumpen im Feinvakumbereich	8/83 3/76
28427	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Diffusionspumpen und Dampfstrahlvakuumpumpen für Treibmitteldampfdrücke kleiner 1 mbar.	2/83
28428	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Turbo-Molekularpumpen	11/78
28429	Vakuumtechnik; Abnahmeregeln für Ionengetterpumpen	8/85
28430	Vakuumtechnik; Meßregeln für Dampfstrahlvakuumpumpen und Dampfstrahlkompressoren. Treibmittel: Wasserdampf	11/84
28431	Abnahmeregeln für Flüssigkeitsringvakuumpumpen	1/87
28432	Abnahmeregeln für Membranvakuumpumpen	E 5/95
53380	Prüfung von Kunststoff-Folien, Bestimmung der Gasdurchlässigkeit	6/69 (E 10/83)
45635	Geräuschmessung an Maschinen; Luftschallmessung, Hüllflächenverfahren. Teil 13 – Verdichter einschließlich Vakuumpumpen, Verdränger-, Turbo- und Strahlverdichter	2/77
55350	Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik Teil 11 – Grundbegriffe der Qualitätssicherung Teil 18 – Begriffe zur Bescheinigung über die Ergebnisse von Qualitätsprüfungen/Qualitätsprüf-Zertifikate	8/95 7/87
66038	Torr – Millibar; Millibar – Torr Umrechnungstabellen	4/71
–	Thesaurus Vacui (Begriffs-Ordnung)	1969

A) Europäische/Nationale Vereinbarungen, EN, DIN/EN, CEN		
DIN/EN	Titel	Ausgabe
EN 473	Qualifizierung und Zertifizierung von Personal der zerstörungsfreien Prüfung (einschließlich Dichtheitsprüfung)	7/93
837-1	Druckmeßgeräte, Teil 1: Druckmeßgeräte mit Rohrfern, Maße, Meßtechnik, Anforderungen und Prüfung	2/97
837-2	Druckmeßgeräte, Teil 2: Auswahl und Einbauempfehlungen für Druckmeßgeräte	1/95
837-3	Druckmeßgeräte, Teil 3: Druckmeßgeräte mit Platten- und Kapselfedern, Maße, Meßtechnik, Anforderungen und Prüfung	2/97
1330-8 E	Zerstörungsfreie Prüfung – Begriffe für die Dichtheitsprüfung – Terminologie	6/94
1779 E	Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung. Anleitung zur Auswahl eines Prüfverfahrens	3/95
1338-8 E	Zerstörungsfreie Prüfung – Dichtheitsprüfung. Terminologie zur Dichtheitsprüfung	1994
1518 E	Zerstörungsfreie Prüfung – Kenngrößenbestimmung v. massenspektrometrischen Leckdetektoren	10/94
1593 E	Zerstörungsfreie Prüfung – Blasenprüfverfahren	12/94
NMP 826 Nr. 09–95	Calibration of Gaseous Reference Leaks, CD	9/95

B) Internationale Vereinbarungen, ISO, EN/ISO		
ISO	Titel	Ausgabe
1000	SI units and recommendations for the use of their multiples and of certain other units	11/92
1607 / 1	Positive-displacement vacuum pumps. Measurement of performance characteristics. Part 1: Measurement of volume rate of flow (pumping speed)	12/93
1607 / 2	Positive-displacement vacuum pumps. Measurement of performance characteristics. Part 2: Measurement of ultimate pressure	11/89
1608 / 1	Vapour vacuum pumps. Part 1: Measurement of volume rate of flow	12/93
1608 / 2	Vapour vacuum pumps. Part 2: Measurement of critical backing pressure	12/89
1609	Vacuum technology. Flange dimensions	3/86
DIN/ISO 2533	Standard-Atmosphere/Normatmosphäre	12/79
2861 / 1	Quick release couplings. Dimensions Part 1: Clamped Type	8/74
2861 / 2	Quick release couplings. Dimensions Part 2: Screwed type	8/80
3529 / 1	Vacuum Technology Vocabulary Part 1: General Terms	12/81
3529 / 2	Vacuum Technology Vocabulary Part 2: Vacuum Pumps and related terms	12/81
3529 / 3	Vacuum Technology Vocabulary Part 3: Vacuum gauges	12/81
3556 / 1	Measurement of performance characteristics. Part 1: Sputter ion pumps (E)	1992
3567	Vacuum gauges. Calibration by direct comparison with a reference gauge (CD)	2/91
3568	Ionisation vacuum gauge. Calibration by direct comparison with a reference gauge (CD)	2/91
3570 / 1	Vacuum gauges – standard methods for calibration Part 1: Pressure reduction by continuous flow in the pressure range $10^{-1} \dots 10^{-5}$ Pa.	2/91
3669	Vacuum Technology. Bakable flanges, dimensions. Part 1: Clamped Type	2/86
EN/ISO 4080	Gummi- und Kunststoffschläuche und Schlauchleitungen – Bestimmung der Gasdurchlässigkeit	4/95
5167	Measurement of fluid flow by means of orifice plates, nozzles etc.	1980
5300	Vacuum gauges of the thermal conductivity type. Calibration by direct comparison with a reference gauge (CD)	2/91
9803	Pipeline Fittings-Mounting, Dimensions (E)	2/93
DIN/ISO 10012	Forderungen an die Qualitätssicherung für Meßmittel Teil 1 – Bestätigungssystem für Meßmittel	8/92

C) PNEUROP/C5 (6.93)			
Nummer	Titel/Bemerkung	identisch mit DIN	Ausgabe
5607	Vakuumpumpen; Abnahmeregeln Teil II: (Treibmittelpumpen)	28427	1972
5608	Vakuumpumpen; Abnahmeregeln Teil III: (Turbo-Molekularpumpen)	28428	1973
5615	Vakuumpumpen; Abnahmeregeln Teil IV: (Getter-Ionen-Pumpen)	28429	1976
6601	Leistungsmessung von Dampfstrahl-Vakuumpumpen und Dampfstrahlverdichtern	28430	5/78
6602	Vakuumpumpen; Abnahmeregeln Teil I: (Ölgedichtete Rotationspumpen und Wälzkolbenpumpen)	28426	1979
6606	Vakuum-Flansche und Verbindungen; Abmessungen	28403 und 28404	1985
PN5ASR CC/5	Vacuum Pumps, Acceptance Specifications Refrigerator Cooled Cryopumps		7/89

# 12. Literaturverzeichnis

## 1. Übersichten, Definitionen und Historisches

K. Diels, R. Jaekel  
Leybold-Taschenbuch, 2. Aufl. 1962,  
Springer, Berlin  
(auch in Englisch)

W. Haeder, E. Gärtner  
Die gesetzlichen Einheiten in der Technik  
5. Aufl. 1980, Beuth-Vertrieb GmbH,  
Berlin 30, Köln, Frankfurt (Main)

H. Ebert  
Vakuum-Chronik, Eine Dokumentation  
über Vakuum betreffende Arbeiten, die vor  
1928 erschienen sind  
PTB-Bericht ATWD-11, September 1977

M. Dunkel  
„Gedenken an Wolfgang Gaede“  
Physikalische Blätter Nr. 34 (1978), Heft 5,  
Seiten 228-232 sowie  
Vakuumtechnik, 27. Jahrgang, Heft 4,  
Seiten 99-101

IUPAP (SUNANCO Commission)  
Symbols, Units etc.  
Document 25, 1987

Leybold AG  
Vademekum, 93 Seiten, 1988  
(auch in Englisch)

Wutz, Adam, Walcher  
Theorie und Praxis der Vakuumtechnik  
5. Aufl., 696 Seiten, 1992, Friedrich Vie-  
weg u. Sohn, Braunschweig/Wiesbaden

A. Guthrie and R. K. Wakerling  
Vakuum Equipment and Techniques  
264 Seiten, 1949, McGraw-Hill,  
New York/London/Toronto

C. M. van Atta  
Vacuum Science and Engineering  
459 Seiten, 1965, McGraw-Hill  
New York/San Francisco/Toronto/  
London/Sydney

A. Schubert  
Normen und Empfehlungen für die Vaku-  
umtechnik  
Vakuum in der Praxis, 3. Jahrgang, 1991,  
211-217

H. Scharmann  
Vakuum – Gestern und Heute  
Vakuum in der Praxis, 2. Jahrgang, 1990,  
276-281

M. Auwärter  
Das Vakuum und W. Gaede  
Vakuum-Technik, 32. Jahrgang, 1983,  
234-247

G. Reich  
Wolfgang Gaede – Einige Gedanken zu sei-  
nem 50. Todestag aus heutiger Sicht  
Vakuum in der Praxis, 7. Jahrgang, 1995,  
136-140

S. German, P. Draht  
Handbuch SI Einheiten  
Vieweg Braunschweig/Wiesbaden, 1979,  
460 Seiten

„Gesetz über Einheiten im Meßwesen“  
vom 2. Juli 1969  
„Gesetz zur Änderung des Gesetzes über  
Einheiten im Meßwesen“ vom 6. Juli 1973  
„Ausführungsverordnungen“ vom 26. Juni  
1970

In Vakuumtechnik 35. Jahrgang, 1986:

Th. Mulder  
Otto von Guericke  
Seiten 101-110

P. Schneider  
Zur Entwicklung der Luftpumpen-  
Initiationen und erste Reife bis 1730  
Seiten 111-123

L. Fabel  
Physik in der 2. Hälfte des 19. Jahr-  
hunderts und die vakuumtechnische  
Entwicklung bis Gaede  
Seiten 128-138

H.-B. Bürger:  
G. Ch. Lichtenberg und die Vakuum-  
technik  
Seiten 124-127

G. Reich:  
Gaede und seine Zeit  
Seiten 139-145

H. Adam  
Vakuumtechnik in der Zeit nach Gaede  
(1945 bis heute);  
Seiten 146-147

G. Reich  
Die Entwicklung der Gasreibungspumpen  
von Gaede, über Holweck, Siegbahn bis zu  
Pfleiderer und Becker (mit zahlreichen Li-  
teraturangaben)  
Vakuumtechnik in der Praxis, Jahrgang 4,  
1992, Seiten 206-213

G. Reich  
Carl Hoffman (1844-1910), der Erfinder  
der Drehschieberpumpe,  
Vakuum in der Praxis, 1994, 205-208

Th. Mulder  
Blaise Pascal und der Puy de Dôme –  
Große Männer der Vakuumtechnik,  
Vakuum in der Praxis, 1994, 283-289

W. Pupp und H. K. Hartmann  
Vakuumtechnik, Grundlagen und Anwen-  
dungen  
1991, C. Hanser, München, Wien,

## 2. Vakumpumpen

### 2.1 Verdrängerpumpen; Kondensatoren

W. Gaede  
Demonstration einer rotierenden Quecksil-  
berpumpe  
Physikalische Zeitschrift, 6, 1905, 758-760

W. Gaede  
Gasballastpumpen  
Zeitschrift für Naturforschung, 2a, 1947,  
233-238

W. Armbruster und A. Lorenz  
Das maximale Kompressionsverhältnis  
und der volumetrische Wirkungsgrad von  
Vakumpumpen nach dem Rootsprinzip  
Vakuumtechnik, 7, 1958, 81-85

W. Armbruster und A. Lorenz  
Die Kombination Rootspumpe-Wasser-  
ringpumpe  
Vakuumtechnik, 7, 1958, 85-88

H. Reylander  
Über die Wasserdampfverträglichkeit von  
Gasballastpumpen  
Vakuumtechnik, 7, 1958, 78-81

F. Fauser  
Charakteristik von Pumpensystemen für  
größere Wasserdampfmengen unter Vaku-

- um und unter Anwendung von Kondensation und Kompression des Wasserdampfes 1965 Transactions of the Third International Vacuum Congress, Stuttgart, Bd. 2/II, 393-395, Pergamon Press, Oxford 1966
- M. Wutz  
Das Abpumpen von Dämpfen mit gekühlten Kondensatoren  
Vakuumtechnik, 16, 1967, 53-56
- H. Hamacher  
Kennfeldberechnung für Rootspumpen  
DLR FB 69-88, 1969
- H. Hamacher  
Beitrag zur Berechnung des Saugvermögens von Rootspumpen  
Vakuumtechnik, 19, 1970, 215-221
- H. Hamacher  
Experimentelle Untersuchungen an Nachkühlern von Rootspumpen  
Vakuumtechnik, 23, 1974, 129-135
- M. Rannow  
Ölgedichtete Vakuumpumpen in der Chemie  
Chemie-Technik, Heft 7, 1978, 39-41
- H. P. Berges et al.  
TRIVAC-B, ein neues Vakuumpumpenkonzept für universelle Anwendungen,  
Vakuumtechnik, 31, 1982, 168-171
- H. Lang  
Vakuumpumpen in der chemischen Industrie – Wälzkolbenpumpen,  
Vakuumtechnik, 1980, 72-82
- H. F. Weber  
Vakuumpumpen in der chemischen Industrie – ölgedichtete Rotationsvakuum-pumpen  
Vakuumtechnik, 1980, 98-104
- D. Bartels  
Vakuumpumpen in der chemischen Industrie Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen – A  
Vakuumtechnik, 1980, 131-140
- R. W. Adam und C. Dahmlos  
Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen – B  
Vakuumtechnik, 1980, 141-148
- U. Seegebrecht  
Förderung trockener Luft und von gesättigtem Luft-Wasserdampfgemisch mit Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen  
Vakuumtechnik, 1980, 246-252
- H.-D. Bürger  
Fortschritte beim Betrieb von Wälzkolbenpumpen  
Vakuumtechnik 1983, 140-147
- U. Seegebrecht  
Einfluß der Temperatur des Fördermittels auf das Saugvermögen von Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen bei der Förderung von trockener Luft  
Vakuumtechnik, 1985, 10-14
- P. Bachmann und H.-P. Berger  
Sicherheitsaspekte beim Einsatz von ölgedichteten Drehschiebervakuumpumpen in CVD-Anwendungen  
Vakuumtechnik, 1987, 41-47
- U. Fussel  
Trockenlaufende Vakuumpumpen in der chemischen Industrie  
Vakuum in der Praxis, 1994, 85-88
- L. Ripper  
Explosionsschutz-Maßnahmen an Vakuumpumpen (mit zahlreichen Literaturangaben)  
Vakuum in der Praxis, 1994, 91-100
- K. P. Müller  
Trockenlaufende Drehschiebervakuumpumpen in einer Vielzweck Produktionsanlage  
Vakuum in der Praxis, 1994, 109-112
- F. J. Eckle, W. Jorisch, R. Lachenmann  
Vakuumtechnik im Chemielabor  
Vakuum in der Praxis, 1991, 126-133
- P. Bachmann und M. Kuhn  
Einsatz von Vorpumpen im Al-Ätzprozeß. Erprobung trockenverdichtender Klauenpumpen und ölgedichteter Drehschieber-Vakuumpumpen im Vergleich  
Vakuum in der Praxis, 1990, 15 – 21
- U. Gottschlich  
Vakuumpumpen im Chemielabor  
Vakuum in der Praxis, 1990, 257-260
- M. H. Hablanian  
Aufbau und Eigenschaften verschiedener ölfreier Vakuumpumpen für den Grob- und Feinvakumbereich (wichtige Literaturangaben)  
Vakuum in der Praxis, 1990, 96-102
- B. W. Wenkebach und J. A. Wickhold  
Vakumerzeugung mit Flüssigkeitsring-Vakuumpumpen  
Vakuum in der Praxis, 1989, 303-310
- U. Gottschlich und W. Jorisch  
Mechanische Vakuumpumpen im Chemie-einsatz  
Vakuum in Forschung und Praxis, 1989, 113-116
- W. Jorisch  
Neue Wege bei der Vakumerzeugung in der chemischen Verfahrenstechnik  
Vakuum in der Praxis, 1995, 115-118
- D. Lamprecht  
Trockenlaufende Vakuumpumpen  
Vakuum in der Praxis, 1993, 255-259
- P. Deckert et al.  
Die Membranvakuumpumpe – Entwicklung und technischer Stand  
Vakuum in der Praxis, 1993, 165-171
- W. Jorisch und U. Gottschlich  
Frischölschmierung – Umlaufschmierung, Gegensätze oder Ergänzung ?  
Vakuum in der Praxis, 1992, 115-118
- W. Jitschin et al.  
Das Saugvermögen von Pumpen: Untersuchung verschiedener Meßverfahren im Grobvakumbereich  
Vakuum in Forschung und Praxis, 7, (1995) 183 -193
- H.P. Berges and M. Kuhn  
Handling of Particles in Forevacuum pumps  
Vacuum, Vol. 41, 1990, 1828-1832
- M. H. Hablanian  
The emerging technologies of oil-free vacuum pumps  
J. Vac. Sci. Technol. A6 (3), 1988, 1177-1182
- E. Zakrzewski, P. L. May and B. S. Emslie  
Developments in vacuum Pumping systems based on mechanical pumps with an oil free swept volume  
Vacuum, 38, 968, 757-760
- H. Wycliffe  
Mechanical high-vacuum pumps with an oil-free swept volume  
J. Vac. Sci. Technol. A5 (4) 1987, 2608-2611

- A. P. Troup and D. Turell  
Dry pumps operating under harsh conditions in the semiconductor industry  
*J. Vac. Sci. Technol.* A7 (3), 1989, 2381-2386
- P. Bachmann and M. Kuhn  
Evaluation of dry pumps vs rotary vane pumps in aluminium etching  
*Vacuum* 41, 1990, 1825-1827
- H. P. Berges and D. Götz  
Oil-free vacuum pumps of compact design  
*Vacuum*, Vol. 38, 1988, 761-763
- R. Frank, E. Usselmann  
Magnetgelagerte Turbo-Molekularpumpen des Typs TURBOVAC  
*Vakuum-Technik*, 25, 1976, 141-145
- H.-H. Henning und G. Knorr  
Neue luftgekühlte, lageunabhängige Turbo-Molekularpumpen für Industrie und Forschung  
*Vakuum-Technik*, 30, 1981, 98-101
- H.-H. Henning und H. P. Caspar  
Wälzlagerungen in Turbo-Molekularpumpen  
*Vakuum-Technik*, 1982, 109-113
- E. Kellner et al.  
Einsatz von Turbo-Molekularpumpen bei Auspumpvorgängen im Grob- und Feinvakumbereich  
*Vakuum-Technik*, 1983, 136-139
- D. E. Götz und H.-H. Henning  
Neue Turbo-Molekularpumpe für überwiegend industrielle Anwendungen  
*Vakuum-Technik*, 1988, 130-135
- J. Henning  
30 Jahre Turbo-Molekularpumpe  
*Vakuum-Technik*, 1988, 134-141
- P. Duval et. al.  
Die Spiromolekularpumpe  
*Vakuum-Technik*, 1988, 142-148
- G. Reich  
Berechnung und Messung der Abhängigkeit des Saugvermögens von Turbo-Molekularpumpen von der Gasart  
*Vakuum-Technik*, 1989, 3-8
- J. Henning  
Die Entwicklung der Turbo-Molekularpumpe  
*Vakuum in der Praxis*, 1991, 28-30
- D. Urban  
Moderne Bildröhrenfertigung mit Turbo-Molekularpumpen  
*Vakuum in der Praxis*, 1991, 196-198
- O. Ganschow et al.  
Zuverlässigkeit von Turbo-Molekularpumpen  
*Vakuum in der Praxis*, 1993, 90-96
- M. H. Hablanian  
Konstruktion und Eigenschaften von turbinenartigen Hochvakuumpumpen  
*Vakuum in der Praxis*, 1994, 20-26
- J. H. Fremerey und H.-P. Kabelitz  
Turbo-Molekularpumpe mit einer neuartigen Magnetlagerung  
*Vakuum-Technik*, 1989, 18-22
- H. P. Kabelitz and J.K. Fremerey  
Turbomolecular vacuum pumps with a new magnetic bearing concept  
*Vacuum* 38, 1988, 673-676
- E. Taziukow et al.  
Theoretical and experimental investigation of rarefied gas flow in molecular pumps  
*Vakuum in Forschung und Praxis*, 7, 1995, 53-56
- ## 2.2 Turbo-Molekularpumpen
- W. Gaede  
Die Molekularluftpumpe  
*Annalen der Physik*, 41, 1913, 337-380
- W. Becker  
Eine neue Molekularpumpe  
*Vakuum-Technik*, 7, 1958, 149-152
- W. Armbruster  
Vakuumpumpenkombinationen für Labor, Technikum und Produktion  
*Chemiker-Zeitung / Chemische Apparatur*, 88, 1964, 895-899
- W. Becker  
Die Turbo-Molekularpumpe  
*Vakuum-Technik*, 15, 1966, 211-218 und 254-260
- R. Frank et al.  
Leistungsdaten von Turbomolekularpumpen des Typs TURBOVAC mit senkrecht angeordnetem Axialkompressor  
*Vakuumtechnik*, 24, 1975, 78 -85
- W. Becker  
Eine gegenüberstellende Betrachtung von Diffusionspumpen und Molekularpumpen Ergebnisse europäischer Ultrahochvakuumforschung  
Leybold-Heraeus GmbH u. Co., 1968, Eigenverlag, 41-48
- R. Frank, E. Usselmann  
Kohlenwasserstofffreier Betrieb mit Turbo-Molekularpumpen des Typs TURBOVAC  
*Vakuumtechnik*, 25, 1976, 48-51
- ## 2.3 Treibmittelpumpen
- W. Gaede  
Die Diffusion der Gase durch Quecksilberdampf bei niederen Drücken und die Diffusionspumpe  
*Annalen der Physik*, 46, 1915, 357-392
- W. Gaede  
Die Öldiffusionspumpe  
*Z. techn. Physik*, 13, 1932, 210-212
- R. Jaeckel, H. G. Nöller und H. Kutscher  
Die physikalischen Vorgänge in Diffusions- und Dampfstrahlpumpen  
*Vakuum-Technik*, 3, 1954, 1-15
- W. Bächler und H. G. Nöller  
Fraktionierung und Entgasung in Öl-Diffusionspumpen  
*Z. angew. Physik einschl. Nukleonik*, 9, 1957, 612-616
- H. G. Nöller  
Weshalb sind systematische Fehler bei Saugvermögensmessungen besonders groß für Hochvakuumpumpen großer Leistung ?  
*Vakuum-Technik*, 12, 1963, 291-293
- W. Bächler und H.-J. Forth  
Die wichtigsten Einflußgrößen bei der Entwicklung von Diffusionspumpen  
*Vakuum-Technik*, 13, 1964, 71-75
- W. Reichelt  
Bemerkungen zur Arbeitsweise moderner Diffusionpumpen  
*Vakuum-Technik*, 13, 1964, 148-152

- H. G. Nöller  
Theory of Vacuum Diffusion Pumps  
Handbook of Physics, Vol.1, Part 6, (pp. 323...419) Ed. A. H. Beck, Pergamon Press Ltd., London, W.I. (1966)
- G. Herklotz  
Enddruckversuche mit Diffusionspumpen hohen Saugvermögens und Restgasspektren  
Vakuum-Technik, 20, 1971, 11 – 14
- H. G. Nöller  
Die Bedeutung von Knudsenzahlen und Ähnlichkeitgesetzen in Diffusions- und Dampfstrahlpumpen  
Vakuum-Technik, 26, 1977, 72-78
- R. Gösling  
Treibmittelpumpen  
Vakuum-Technik, 1980, 163-168
- M. Wutz  
Grundlagen zur Bestimmung der charakteristischen Daten von Dampfstrahl-Ejektorpumpen  
Vakuum-Technik, 1982, 146-153
- H. Bayer  
Dampfstrahlpumpen  
Vakuum-Technik, 1980, 169-178
- H. Bayer  
Vakuumerzeugung durch Dampfstrahl-Vakuumpumpen  
Vakuum in der Praxis, 1989, 127-135
- F. Hinrichs  
Aufbau, Betriebsverhalten und Regelbarkeit von Dampfstrahl-Vakuumpumpen  
Vakuum in der Praxis, 1991, 102-108
- 2.4 Sorptionspumpen**
- G. Kienel  
Zur Desorption von Gasen in Getter-Ionenpumpen in „Physik und Technik von Sorptions- und Desorptionsvorgängen bei niederen Drücken“  
Rudolf A. Lange Verlag, 1963, Esch/Taunus, 266-270
- W. Bächler  
Ionen-Zerstäuberpumpen, ihre Wirkungsweise und Anwendung  
E. Leybold's Nachfolger, Köln-Bayenthal, im Eigenverlag, 1966
- W. Espe  
Zur Adsorption von Gasen und Dämpfen an Molekularsieben  
Feinwerktechnik, 70, 1966, 269-273
- G. Kienel  
Vakuumerzeugung durch Kondensation und durch Sorption  
Chemikerzeitung / Chem. Apparatur 91, 1967, 83-89 und 155-161
- H. Hoch  
Erzeugung von kohlenwasserstofffreiem Ultrahochvakuum  
Vakuum-Technik, 16, 1967, 156-158
- W. Bächler und H. Henning  
Neuere Untersuchungen über den Edelgas-Pumpmechanismus von Ionizerstäuberpumpen des Diodentyps  
Proc. of the Forth Intern. Vacuum Congress 1968, I. 365-368,  
Inst. of Physics, Conference Series Nr. 5, London
- H. Henning  
Der Erinnerungseffekt für Argon bei Trioden-Ionizerstäuberpumpen  
Vakuum-Technik, 24, 1975, 37-43
- 2.5 Kryopumpen und Kryotechnik**
- R. A. Haefer  
Kryo-Vakuumtechnik, 313 Seiten, Springer, Berlin / Heidelberg / New York, 1981
- H. Frey und R-A. Haefer  
Tieftemperaturtechnologie, 560 Seiten, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1981
- G. Klipping und W. Mascher  
Vakuumerzeugung durch Kondensation an tiefgekühlten Flächen, I. Kryopumpen  
Vakuum-Technik, 11, 1962, 81-85
- W. Bächler, G. Klipping und W. Mascher  
Cryopump System operating down to 2,5 K, 1962 Trans. Ninth National Vacuum Symposium, American Vacuum Society, 216-219, The Macmillan Company, New York
- G. Klipping  
Kryotechnik – Experimentieren bei tiefen Temperaturen  
Chemie-Ingenieur-Technik, 36, 1964, 430-441
- M. Schinkmann  
Messsen und Regeln tiefer Temperaturen, Teil I: Thermodynamische Verfahren  
Meßtechnik, 81, 1973, 175-181
- G. Schäfer, M. Schinkmann  
Messsen und Regeln tiefer Temperaturen, Teil II: Elektrische Verfahren, Meßtechnik, 82, 1974, 31-38
- R. Frank et al.  
Entwicklung von Refrigeratoren für den Einbau in Kryopumpen  
Vakuum-Technik, 30, 1981, 134-137
- J. J. Scheer und J. Visser  
Anwendungen von Kryopumpen in der industriellen Vakuumtechnik  
Vakuumtechnik, 31, 1982, 34-45
- P. Duval  
Diffusionspumpen, Turbo-Molekularpumpen oder Kryopumpen ? – Auswahlkriterien für Hochvakuumpumpen  
Vakuumtechnik, 31, 1982, 99-105
- H. Henning und H.-H. Klein  
Pumpen von Helium mit Refrigerator-Kryopumpen  
Vakuum-Technik, 34, 1985, 181-184
- H.-H. Klein et al.  
Einsatz von Kryopumpen in Produktionsanlagen  
Vakuum-Technik, 34, 1986, 203-211
- D. Müller und M. Sydow  
Kryopumpen im Vergleich mit anderen Hochvakuumpumpen  
Vakuum in der Praxis, 2, 1990, 270-274
- G. Kiese und G. Voß  
Kryopumpen mit neuartiger Regenerationstechnik  
Vakuum in der Praxis, 4, 1992, 189-192
- 2.6 Ölrückströmung**
- G. Levin  
A quantitativ appraisal of the backstreaming of forepump oil vapor  
J. Vac. Sci. Technol. A 3 (6), 2212-2213, 1985

- M. A. Baker and L. Laurenson  
A quartz crystal microbalance holder for low Temperature use in vacuum  
Vacuum Vol. 17, (12), 647-648, 1967  
(Letters to the Editor)
- M. A. Baker and W. Steckelmacher  
The Measurement of Contamination in Vacuum Systems  
Vuoto, scienza e tecnologia, Bd.3 , (1/2), 3-17, 1970
- J. P. Deville, L. Holland and L. Laurenson  
Measurement of the rate of evaporation of Pump oils using a crystal vibrator  
3rd. Internat. Vac. Congr Stuttgart 153-160, Pergamon Press, Oxford, 1965
- L. Laurenson, S. Hickman and R. G. Livesey  
Rotary pump backstreaming: An analytical appriusal of practical results and the factors affecting them  
J. Vac. Sci. Technol. A 6 (2), 238-242, 1988
- B. D. Power, A. M. I. Mech, E. Crawley and D. J. Crawley  
Sources, Measurement and Control of Backstreaming in Oil Vapour Vacuum Pumps  
Vacuum, Bd.4 (4), 415-437, 1957
- M. A. Baker  
A cooled quartz crystal microbalance methode for measuring diffusion pump backstreaming  
Journal of Scientific Instruments (Journal of Physics E), Series 2, Volume 1, 774-776, 1968
- N. S. Harris  
Diffusion pump back-streaming  
Vacuum, Vol. 27 (9), 519-530, 1977
- M. A. Baker  
Vapour and Gas Measurements in Vacuum with the Quartz Crystal Microbalance in Vol.1, Proceedings of the ninth Conference on Vacuum Microbalance Techniques, „Progress in Vacuum Microbalance Techniques“
- Th. Gast and E. Robens ed., Heyden & Son Ltd., London, New York, Rheine, 1970
- M. A. Baker and L. Laurenson  
The use of a quartz crystal microbalance for measuring vapour backstreaming from mechanical pumps  
Vacuum, Volume 16 (11), 633-637, 1966
- R. D. Oswald and D. J. Crawley  
A method of measuring back migration of oil through a baffle  
Vacuum, Vol. 16 (11), 623-624, 1966
- M. H. Hablanian  
Backstreaming Measurements above Liquid-Nitrogen Traps  
Vac. Sci. Tech., Vol. 6, 265-268, 1969
- Z. Hulek, Z. Cespiro, R. Salomonovic, M. Setvak and J. Voltre  
Measurement of oil deposit resulting from backstreaming in a diffusion pump system by proton elastic scattering  
Vacuum, Vol. 41 (7-9), 1853-1855, 1990
- M. H. Hablanian  
Elimination of backstreaming from mechanical vacuum pumps  
J. Vac. Sci. Technol. A5 (4), 1987, 2612-2615
- G. Kienel  
Probleme und neuere Entwicklungen auf dem Ultrahochvakuum-Gebiet  
VDI-Zeitschrift, 106, 1964, 777-786
- G. Kienel und E. Wanetzky  
Eine mehrmals verwendbare Metalldichtung für ausheizbare Ultrahochvakuum-Ventile und Flanschdichtungen  
Vakuum-Technik, 15, 1966, 59-61
- H. G. Nöller  
Physikalische und technische Voraussetzungen für die Herstellung und Anwendung von UHV-Geräten.  
„Ergebnisse europäischer Ultrahochvakuum Forschung“  
LEYBOLD-HERAEUS GmbH u. Co., im Eigenverlag, Köln 1968, 49-58
- W. Bächler  
Probleme bei der Erzeugung von Ultrahochvakuum mit modernen Vakuumpumpen. „Ergebnisse europäischer Ultrahochvakuum Forschung“
- LEYBOLD-HERAEUS GmbH u. Co., im Eigenverlag, Köln 1968, 139-148
- P. Readhead, J. P. Hobson und E. V. Kornelsen  
The Physical Basis of Ultrahigh Vacuum  
Chapman and Hall, London, 1968
- E. Bergandt und H. Henning  
Methoden zur Erzeugung von Ultrahochvakuum  
Vakuum-Technik, 25, 1970, 131-140
- H. Wahl  
Das Hochvakuumssystem der CERN am 450 GeV Supersynchrotron und Speicher (SPS)  
Vakuum in der Praxis, 1989, 43-51
- F. Grotelüschen  
Das UHV-System bei DESY. 1. Teil  
Vakuum in der Praxis, 4, 1991, 266-273
- D. Trines  
Das Strahlrohrvakuumssystem des Hera-Protonenringes  
Vakuum in der Praxis, 2, 1992, 91-99
- G. Schröder et al.  
COSV- eine neue Forschungsanlage mit UHV-Technologie  
Vakuum in der Praxis, 5, 1993, 229-235
- W. Jacobi  
Das Vakuumssystem der GSI-Beschleunigeranlage  
Vakuum in der Praxis, 6, 1994, 273-281
4. Leitwerte, Flansche, Ventile etc.
- M. Knudsen  
Gesetze der Molekularströmung und der inneren Reibungsströmung der Gase durch Röhren  
Annalen der Physik, 4. Folge, 28, 1909, 75-130
- P. Clausing  
Über die Strömung sehr verdünnter Gase durch Röhren von beliebiger Länge  
Annalen der Physik, 5. Folge, 12, 1932, 961-989

- W. Röllinger  
Die Verwendung von Klammerflanschen in der Vakuumtechnik  
Vakuum-Technik, 13, 1964, 42-45
- H. Hoch  
Ausheizbare Verbindungen an Hochvakuum-Apparaturen  
Vakuum-Technik, 10, 1961, 235-238
- W. Bächler und I. Wikberg  
Dual Seal Bakable Section Valves of the CERN Intersection Storage Ring  
Vacuum, 21, 1971, 457-459
- K. Teutenberg  
UHV-Ganzmetallventile großer Nennweite  
Vakuum-Technik, 21, 1972, 169-174
- H. Henning  
The approximate calculation of transmission probabilities  
Vacuum, 28, 1978, Nr.3, Seite 151
- G. Kühn  
Gasströme durch Spalte im Grobvakuum  
Vakuum-Technik, 33, 1984, 171-175
- R. Haberland und B. Vogt  
UHV-Ventil für extrem viele Schließzyklen  
Vakuum-Technik, 34, 1985, 184-185
- A. Sele  
Vakuum-Ventile (VAT)  
Vakuum in der Praxis, 1, 1989, 206-212
- L. Fikes  
Berechnung von Auspumpkurven mit Hilfe der Analogie von Gasstrom und elektrischem Strom  
Vakuum in der Praxis, 4, 1992, 265-268
- W. Herz  
Zuverlässige Flanschverbindung im Anwendungsbereich der Tieftemperatur- und Vakuumtechnik  
Vakuum-Technik, 29, 1980, 67-68
- P. A. Readhead und J. P. Hobson  
Total Pressure Measurem. below  $10^{-10}$  Torr with Nonmagnetic Ionisation Gauge  
Brit. J. Appl. Phys., 16, 1965, 1555-1556
- C. Meinke und G. Reich  
Comparison of Static and Dymanic Calibration Methods for Ionisation Gauges  
J. Vac. Sci. Techn., 4, 1967, 356-359
- G. Reich und W. Schulz  
Probleme bei der Verwendung von Ionisations-Vakuummetern im Druckbereich oberhalb  $10^{-2}$  Torr  
Proc. of the Fourth Intern. Vacuum Congress, 1968,  
II. Inst. of Physics Conference Series Nr. 6, London, 661-665
- G. Reich  
Probleme bei der Messung sehr niedriger Total- und Partialdrücke  
„Ergebnisse europäischer Ultrahochvakuum Forschung“  
LEYBOL-HERAEUS GmbH u. Co., im Eigenverlag, Köln 1968, 99-106
- A. Barz und P. Kocian  
Extractor Gauge as a Nude System  
J. Vac. Sci. Techn. 7, 1970, 1, 200-203
- U. Beeck und G. Reich  
Comparison of the Pressure Indication of a Bayard-Alpert and an Extractor Gauge  
J. Vac. Sci. and Techn. 9, 1972, 1, 126-128
- U. Beeck  
Untersuchungen über die Druckmessungen mit Glühkathoden-Ionisations-Vakuummetern im Bereich größer als  $10^{-3}$  Torr  
Vakuum-Technik, 22, 1973, 16-20
- G. Reich  
Über die Möglichkeiten der Messung sehr niedriger Drücke  
Meßtechnik, 2, 1973, 46-52
- G. Reich  
Spinning rotor viscosity gauge; a transfer standard for the laboratory or an accurate gauge for vacuum process control  
J. Vac. Sci. Technol., 20 (4), 1982, 1148-1152
- G. Reich  
Das Gasreibungs-Vakuummeter VISCO-VAC VM 210  
Vakuum-Technik, 31, 1982, 172-178
- G. Grosse und G. Messer  
Calibration of Vacuum Gauges at Pressures below  $10^{-9}$  mbar with a molecular beam method  
Vakuum-Technik, 30, 1981, 226-231
- Chr. Edelmann et al.: Möglichkeiten der Meßbereichserweiterung bei Glühkathoden-Ionisationsmanometern (zahlreiche Literaturhinweise)  
Vakuum-Technik, 31, 1982, 2-10
- Chr. Edelmann  
Stand und Entwicklungstendenzen der Totaldruckmessung in der Vakuum-Technik  
Vakuum-Technik, 33, 1984, 162-180
- J. K. Fremerey  
Das Gasreibungsvakuummeter  
Vakuum-Technik, 36, 1987, 205-209
- G. Messer  
Kalibrierung von Vakuummetern  
Vakuum-Technik, 36, 1987, 185-192
- G. Messer und W. Grosse  
Entwicklung der Vakuum-Metrologie in der PTB (zahlreiche Literaturhinweise)  
Vakuum-Technik, 36, 1987, 173-184
- G. Reich  
Industrielle Vakuummeßtechnik  
Vakuum-Technik, 36, 1987, 193-197
- L. Schmidt und E. Eichler  
Die Praxis einer DKD-Kalibrierstelle  
Vakuum-Technik, 36, 1987, 78-82
- C. Kündig  
Vakuummeßgeräte für Totaldruck  
Vakuum in der Praxis, 2, 1990, 167-176
- Chr. Edelmann  
Glühkathoden-Ionisationsmanometer für hohe Drücke im Vakumbereich  
Vakuum in der Praxis, 3, 1991, 290-296
- M. Ruschitzka und W. Jitschin  
Physikalische Grundlagen des Wärmeleitungsvakuummeters  
Vakuum in der Praxis, 4, 1992, 37-43
- T. Koopmann  
Neue Trends in der Vakuum-Meßtechnik  
Vakuum in der Praxis, 5, 1993, 249-254

## 5. Messen niedriger Drücke

- C. Meinke und G. Reich  
Vermeidung von Fehlmessungen mit dem System McLeod-Kühlfalle  
Vakuum-Technik, 12, 1963, 79-82

Chr. Edelmann  
Die Entwicklung der Totaldruckmessung  
im UHV- und Extremvakuumbereich  
Vakuum in der Praxis, 6, 1994, 213-219

W. Jitschin  
Kalibrierung, Abnahme und Zertifizierung  
(mit zahlreichen Literaturhinweisen)  
Vakuum in der Praxis, 6, 1994, 193-204

W. Jitschin  
Obere Meßbereichsgrenze von Glühkaten-  
den-Ionisationsvakuummetern  
Vakuum in Forschung und Praxis, 7, 1995,  
47-48

F. Mertens et al.  
Einfluß von Gasadsorbaten auf die Eigen-  
schaften eines Glühkatoden-Ionisationsva-  
kuummeters mit axialer Emission nach  
Chen und Suen  
Vakuum in der Praxis, 7, 1995, 145-149

## 6. Drucküberwachung, -steuerung, -regelung

K. G. Müller  
Betriebsüberwachung, Steuerung und Au-  
tomatisierung von Vakuumanlagen  
Chemie-Ingenieur-Technik, 35, 1963, 73-77

G. Kienel  
Elektrische Schaltgeräte der Vakuumtechnik  
Elektro-Technik, 50, 1968, 5-6

A. Bolz, H. Dohmen und H.-J. Schubert  
Prozeßdruckregelung in der Vakuumtechnik  
Leybold Firmendruckschrift 179.54.01

H. Dohmen  
Vakuumdruckmessung und -Regelung in  
der chemischen Verfahrenstechnik  
Vakuum in der Praxis, 6, 1994, 113-115

N. Pöchheim  
Druckregelung in Vakuumsystemen  
Vakuum in Forschung und Praxis, 7, 1995,  
39-46

R. Heinen und W. Schwarz  
Druckregelung bei Vakuumprozessen  
durch umrichtergespeiste Rootselpumpen  
Vakuum-Technik, 35, 1986, 231-236

## 7. Massenspekrometrische Gasanalyse bei niederen Drücken

H. Hoch  
Total- und Partialdruckmessungen bei Drük-  
ken zwischen  $2 \cdot 10^{-10}$  und  $2 \cdot 10^{-2}$  Torr  
Vakuum-Technik, 16, 1967, 8-13

H. Junge  
Partialdruckmessung und Partialdruck-  
meßgeräte  
G-I-T Mai 1967, 389-394 und Juni 1967,  
533-538

A. Kluge  
Ein neues Quadrupolmassenspektrometer  
mit massenunabhängiger Empfindlichkeit  
Vakuum-Technik, 23, 1974, 168-171

S. Burzynski  
Microprocessor controlled quadrupole  
mass spectrometer  
Vacuum, 32, 1982, 163-168

W. Große Bley  
Quantitative Gasanalyse mit dem Quadru-  
pol Massenspektrometer  
Vakuum-Technik, 38, 1989, 9-17

A. J. B. Robertson  
Mass Spectrometry  
Methian & Co, Ltd., London, 1954

C. Brunee und H. Voshage  
Massenspektrometrie  
Karl Thiemic Verlag, München, 1964

A. Cornu and R. Massot  
Compilation of Mass Spectral Data  
Heyden and Son Ltd., London, 1966

P. Dawson  
Quadrupole Mass Spectroscopy  
Elsevier, Amsterdam, 1976

J. Backus  
Chap. 11 in „Characteristics of Electrical  
Discharges in Magnetic Fields“  
National Nuclear Energy Series, Div. I, Vol.  
5, McGraw-Hill Book Company Inc., New  
York, 1949

J. Backus  
University of California Radiation Labora-  
tory Report, RL 20.6.36, Mar. 1945.

## 8. Lecks und Lecksuche

### 8.1 Massenspektrometrische Lecksuche

G. Kienel  
Lecksuche an Vakuumanlagen auf elektri-  
schem Wege  
Elektrotechnik, 49, 1967, 592-594

U. Beeck  
Möglichkeiten und Grenzen der automati-  
schen Lecksuche im Bereich unter  $10^{-8}$   
Torr. /s  
Vakuum-Technik, 23, 1974, 77-80  
Lecksuche an Chemieanlagen  
Dechema Monographien (Herausgeber H.  
E. Bühl und K. Steiger), Bd. 89, Verlag  
Chemie, Weinheim / New York

W. Jansen  
Grundlagen der Dichtheitsprüfung mit Hilfe  
von Testgasen  
Vakuum-Technik, 29, 1980, 105-113

K. Paasche  
Lecksuche an Chemieanlagen  
Vakuum-Technik, 29, 1980, 227-231

H. B. Bürger  
Lecksuche an Chemieanlagen mit He-Mas-  
senspektrometer-Lecksuchern  
Vakuum-Technik, 29, 1980, 232-245

Chr. Falland  
Ein neuer Universal-Lecksucher mit luft-  
gekühlter Turbo-Molekularpumpe  
Vakuum-Technik, 29, 1980, 205-208

W. Jansen  
Grundlagen der Dichtheitsprüfung mit Hilfe  
von technischen Gasen  
Vakuum-Technik, 29, 1980, 105-113

H. Mennenga  
Dichtheitsprüfung von Kleinteilen  
Vakuum-Technik, 29, 1980, 195-200

Chr. Falland  
Entwicklung von He-Lecksuchtechniken  
für UHV-Systeme großer Beschleuniger-  
und Speicherringe  
Vakuum-Technik, 30, 1981, 41-44

W. Engelhardt et al.  
Leckschanlagen in der Industrie  
Vakuum-Technik, 33, 1984, 238-241

- G. Sänger et al.  
Über die Lecksuche bei Raumfahrzeugen  
Vakuum-Technik, 33, 1984, 42-47
- W. Jitschin et al.  
He-Diffusionslecks als sekundäre Normale für den Gasdurchfluß  
Vakuum-Technik, 36, 1987, 230-233
- W. Große Bley  
Moderne He-Leckdetektoren unterschiedlicher Prinzipien im praktischen Einsatz  
Vakuum in der Praxis, 1, 1989, 201-205
- H. D. Bürger  
Lecksucher (mit Literaturangaben)  
Vakuum in der Praxis, 2, 1990, 56-58
- W. Fuhrmann  
Einführung in die industrielle Dichtheitsprüfung  
Vakuum in der Praxis, 3, 1991, 188-195
- W. Fuhrmann  
Industrielle Dichtheitsprüfung – ohne Testgas nach dem Massenspektrometrieverfahren  
Vakuum in Forschung und Praxis, 7, 1995, 179 -182
- 8.2 Lecksuche mit Halogenleck-detectoren**
- H. Moesta und P. Schuff  
Über den thermionischen Halogendetektor  
Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie, Bd. 69, 895-900, 1965  
Verlag Chemie, GmbH, Weinheim, Bergstraße
- J. C. Leh and Chih-shun Lu  
US Patent Nr. 3,751,968  
Solid State Sensor
- 9. Beschichtungsmeß- und Regelgeräte**
- G. Z. Sauerbrey  
Phys. Verhandl. 8, 113, 1957
- G. Z. Sauerbrey  
Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung  
Zeitschrift für Physik 155, 206-222, 1959
- L. Holland, L. Laurenson and J. P. Deville  
Use of a Quartz Crystal Vibrator in Vacuum Distillation Investigations  
Nature, 206 (4987), 883-885, 1965
- R. Bechmann  
Über die Temperaturabhängigkeit der Frequenz von AT- und BT-Quarzresonatoren  
Archiv für Elektronik und Übertragungstechnik, Bd. 9, 513-518, 1955
- K. H. Behrndt and R. W. Love  
Automatic control of Film Deposition Rate with the crystal oscillator for preparation of alloy films.  
Vacuum 12 ,1-9, 1962
- P. Lostis  
Automatic Control of Film Deposition Rate with the Crystal Oscillator for Preparation fo Alloy Films.  
Rev. Opt. 38, 1 (1959)
- K. H. Behrndt  
Longterm operation of crystal oscillators in thin film deposition  
J. Vac. Sci. Technol. 8, 622 (1971)
- L. Wimmer, S. Hertl, J. Hemetsberger and E. Benes  
New method of measuring vibration amplitudes of quartz crystals.  
Rev. Sci. Instruments 55 (4) , 608, 1984
- P. J. Cumpson and M. P. Seah  
Meas. Sci. Technol., 1, 548, 1990
- J. G. Miller and D. I. Bolef  
Sensitivity Enhancement by the use of Acoustic Resonators in cw Ultrasonic Spectroscopy.  
J. Appl. Phys. 39, 4589, (1968)
- J. G. Miller and D. I. Bolef  
Acoustic Wave Analysis of the Operation of Quartz Crystal Film Thickness Monitors.  
J. Appl. Phys. 39, 5815, (1968)
- C. Lu and O. Lewis  
Investigation of Film thickness determination by oscillating quartz resonators with large mass load.  
J. Appl. Phys. 43, 4385 (1972)
- C. Lu  
Mas determination with piezoelectric quartz crystal resonators.  
J. Vac. Sci. Technol. Vol. 12 (1), 581-582, 1975
- A. Wajid  
U.S. Patent No. 505,112,642 (May 12, 1992)
- C. Hurd  
U.S. Patent No. 5,117,192 (May 26, 1992)
- E. Benes  
Improved Qartz Crystal Microbalance Technique  
J. Appl. Phys. 56, (3), 608-626 (1984)
- C. J. Wilson  
Vibration modes of AT-cut convex quartz resonators.  
J. Phys. d 7, 2449, (1974)
- H. F. Tiersten and R. C. Smythe  
An analysis of contowcd crystal resonators operating in overtones of coupled thickness shear and thickness twist.  
J. Acoustic Soc. Am. 65, (6) 1455, 1979
- R. E. Bennett, C. Rutkoesi and L. A. Taylor  
Proceedings of the Thirteenth Annual Symposium on Frequency Controll, 479, 1959
- Chih-shun Lu  
Improving the accuracy of Quartz csystal monitors  
Research / Development, Vol. 25, 45-50, 1974, Technical Publishing Company
- A. Wajid  
Improving the accuracy of a quartz crystal microbalance with automatic determinatio-  
n of acoustic impedance ratio.  
Rev. Sci. Instruments, Vol. 62 (8), 2026-2033, 1991
- D. Graham and R. C. Lanthrop  
The Synthesis fo Optimum Transient Response: Criteria and Standard Forms  
Transactions IEEE, Vol. 72 pt. II, Nov. 1953
- A. M. Lopez, J. A. Miller, C. L. Smith and P. W. Murrill  
Tuning Controllers with Error-Integral Cri-  
teria  
Instrumentation Technology, Nov. 1969

- C. L. Smith and P. W. Murril  
A More Precise Method for Tuning Controllers  
ISA Journal, May 1966
- G. H. Cohen and G. A. Coon  
Theoretical considerations of Retarded Control  
Taylor Technical Data Sheet Taylor Instrument Companies, Rochester, New York
- J. G. Ziegler and N. B. Nichols  
Optimum Settings for Automatic Controllers  
Taylor Technical Data Sheet No. TDS 10A100, Taylor Instrument Companies, Rochester, New York
- C. Lu and A. W. Czanderna  
Application of Piezoelectric Quartz Crystal Microbalances (Vol.7 of: Methodes and Phenomena, Their Applications in Science and Technology)  
Elsevier, Amsterdam, Oxford, New York, Tokio, 1984
- G. Simmons and H. Wang  
Single Crystal Elastic Constants and Calculated Aggregate Properties – A Handbook  
The MIT Press, Cambridge, Massachusetts, 1971
- C. D. Stockbridge  
in Vol. 5 „Vacuum Microbalance Techniques“ K. Behrndt, editor, Plenum Press, Inc., New York, 1966
- S. Sotier  
Schwingquarz-Schichtdickenmessung  
Vakuum in der Praxis 1992, 182-188
- 10. Werkstoffe und Werkstoffbearbeitungen**
- W. Espe  
Werkstoffkunde der Hochvakuumtechnik Bd. 1 1959, Bd. 2 1960, Bd. 3 1961, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin
- W. Espe  
Werkstoffe für trennbare metallische Verbindungen der Ultrahochvakuumtechnik Feinwerktechnik, 68, 1964, 131-140
- W. Espe  
Synthetische Zeolithe und ihre Verwendung in der Hochvakuumtechnik Experimentelle Technik der Physik, XII, 1964, 293-308
- H. Adam  
Allgemeiner Überblick über die Werkstoffe der Vakuumtechnik und deren Auswahl Haus der Technik Vortragsveröffentlichungen „Werkstoffe und Werkstoffverbindungen in der Vakuumtechnik“ H. 172, Vulkan-Verlag, Dr. W. Classen, Essen, 1968, 4 – 13
- K. Verfuß  
Bessere Oberflächenvergütung durch Elektropolieren – am Beispiel der Vakuum-Technik  
VDI-Berichte, 183, 1972, 29-34
- K. Verfuß  
Schweißen und Hartlöten  
Haus der Technik, Vortragsveröffentlichungen „Werkstoffe und Werkstoffverbindungen in der Vakuumtechnik, H. 172 Vulkan-Verlag Dr. W. Classen, Essen , 1968, Seiten 39 -49
- Chr. Edelmann  
Gasabgabe von Festkörpern im Vakuum  
Vakuum-Technik, 38, 1989, 223-243
- R. Fritsch  
Besonderheiten vakuumdichter Schweißverbindungen  
Vakuum-Technik, 38, 1989, 94-102
- H. Henning  
Vakuumgerechte Werkstoffe und Verbindungstechnik, Teil 1  
Vakuum in der Praxis, 2, 1990, 30-34
- R. Fritsch  
Vakuumgerechte Werkstoffe und Verbindungstechnik, Teil 2  
Vakuum in der Praxis, 2, 1990, 104-112
- M. Mühlhoff  
Vakuumgerechte Werkstoffe und Verbindungstechnik, Teil 3  
Vakuum in der Praxis, 2, 1990, 179-184
- 11. Wörterbücher**
- F. Weber  
Elsevier's Dictionary of High Vacuum Science and Technology (Deutsch, Englisch, Französisch, Spanisch, Italienisch, Russisch)  
Elsevier Verlag 1968
- Hurrel / Jablonski / Roth  
Technical Dictionary of Vacuum Physics and Vacuum Technology (Deutsch, Englisch, Französisch, Russisch)  
Pergamon Press Verlag, Oxford, 1972

## 13. Stichwortverzeichnis

Abgeleitete kohärente und nicht kohärente SI-Einheiten	170	Beschichtungsregelgeräte	124, 131, 183	Diffusionspumpen	39
Abpumpen von chemischen Substanzen	141	Betriebshinweise für Adsorptionspumpen	144	Dimensionierung von Anlagen	65
Abpumpen von Gasen	60	Betriebshinweise für Diffusions-/Dampfstrahlpumpen	144	Diodenpumpen	51
Abpumpen von Gasen und Dämpfen	22, 24, 38, 56, 61, 63, 141	Betriebshinweise für Dreh- und Sperrschieberpumpen	139	DI-Pumpen	40
Abscheider	36	Betriebshinweise für Ionizerständerpumpen	145	DKD (Deutscher Kalibrierdienst)	85
Absoluter Druck	9	Betriebshinweise für Titan-Verdampferpumpen	145	Drehschieberpumpen	19
Abstufung	25, 26, 142	Betriebshinweise für Turbo-Molekularpumpen	143	Drosselung des Saugvermögens bei Einsatz von Kondensatoren	37, 38
Adsorptionsfallen	36	Betriebshinweise für Vakuumapparaturen	139	Druck	9
Adsorptionsisothermen	49	Betriebshinweise für Vakuummeter, Einbau	145	Druck-Steuerung, -Regelung, -Überwachung	87, 182
Adsorptionspumpen	49, 144	Betriebshinweise für Wälzkolben-(Roots-) Pumpen	142	Druckabhängigkeit der mittleren freien Weglänge $\lambda$	149, 155
Aggressive Dämpfe	141	Bildzeichen (Piktogramme) der Vakuumtechnik	153, 154	Druckänderungsprüfung (Druckabfall, Druckanstieg)	112
AGM (aggresiv gas monitor)	98	Blasen Sprüh-, Tauch-, Vakuumprüfung	113	Druckbereiche der Vakuumtechnik	13, 59, 60, 149
Aktiver Oszillatator	127	Boltzmann Konstante	13, 148	Druckeinheiten	9, 147
ALL-ex-Pumpen	30, 33	Bombing-Test (Drucklagerung)	123	Drucklagerung (Bombing-Test)	123
Allgemeine Gasgleichung (Ideales Gasgesetz)	9, 13	Booster-Pumpe	42, 50	Druckmessung, direkte / indirekte	75, 181
Allgemeine Gaskonstante	13, 148	Boyle-Mariotte, Gesetz von	12	Druckmessung, gasartabhängige / gasartunabhängige	75
Amonton, Gesetz von	12	Bruchstückverteilung	102	Druckregelung in Grob- und Feinvakuumanlagen	89
Ankeranlage	19, 21	Bubble Test	113	Druckregelung in Hoch- und Ultrahochvakuumanlagen	92
Anschluß des Leckdetektors an Anlagen	120	CF-Flansch (Conflat-Flansch)	72	Druckregelung stetige / unstetige	89, 90
Ansprechverhalten des Leckdetektors	121	Charles, Gesetz von	12	Druckumlaufschmierung	20
APIEZON AP 201	43, 161	Chemische Beständigkeit von Dichtungswerkstoffen	152	Druckwandler	97, 98
Arbeitsbereiche von Vakuummetern	163	Chemische Dampfabscheidung (CVD)	134	DRYVAC-Pumpen	31
Arbeitsbereiche von Vakuumpumpen	162	CIS (closed ion source = geschlossene Ionenquelle)	98	D-Tek	114
Arbeitsdruck	9	Clausius-Clapeyron'sche Gleichung	13	Durchbruchspannung (Paschen-Kurve für Luft)	164
Atmosphäre	12	Cracking pattern	102	Düsenhut-Dampfsperre	43
Atmosphärendruck	9	Crossover-Wert	57	Dynamische Expansionsmethode	87
Atmosphärische Luft, Zusammensetzung	149	Crystal Six	124	ECOTEC 500	118
Atomphysikalische Einheiten	170	CVD (chemical vapor deposition)	132, 134	Edelgasstabilität von IZ-Pumpen	51, 52
Ausheizen	65, 72, 145	Dalton, Gesetz von	12	Effektives Saugvermögen	36, 66
Auspufffilter	36	Dampfdruck	9, 42, 161, 162, 165	Eichen	85
Auspumpzeiten	66 – 70, 83, 86	Dampfsperren	39, 43	Einbaumeßsystem	76
Auspumpzeiten, Ermittlung aus Nomogrammen	69	Dampfstrahlpumpen	39, 41, 44, 144	Einfluß von elektrischen / magnetischen Feldern	146
Auswechseln des Molekularsiebes	144	Das Torr und Umrechnung	147	Einheiten, Formelzeichen	166 – 170
Auswertung von Spektren	101	Datenspeicherbeschichtung	137	Elektrische Durchbruchspannung (Paschenkurve)	164
Auto Control Tune	131	DC 704, DC 705 (Silikonöle)	42, 43	Elektronenstoßverdampfer (Elektronenkanonen)	133
Auto-Z Match Technik	128	DIAVAC-Membranvakuummeter	76	Empfindlichkeit von Quadrupol-Sensoren	100
Avogadro, Gesetz von	12	Dichtheitsprüfung	108	Empfindlichkeit von Vakuummetern	83
Avogadrokonstante (Loschmidttsche Zahl)	13, 148	Dichtheitsprüfung (Farbeindringprüfung, chemische Reaktionen)	114	Enddruck	9
Bad-Kryopumpen	53	Dichtheitsprüfung mit gasart-abhängigen Vakuummetern	113	Entgasung des Treibmittels	40
Baffle	39	Dichtungen	72, 152	Evakuieren im Grob-, Fein-, Hochvakumbereich	66, 67
Bandbeschichtung	135	DIFFELEN, leicht, normal, ultra	42, 161	Evakuieren von Gasen und Dämpfen	70
Bayard-Alpert Meßsystem	85	Differenzdruckschmierung	20	Expansion, statische/dynamische	86, 87
Bedeckungszeit	12, 15			Explosionsklassen von Fluiden	151
Begriffe/Definitionen (Lecksuche)	110				
Beschichtungsmessgeräte	124, 131, 183				
Beschichtungsquellen	132				

Extraktor-Ionisations-Vakuummeter	85	Heliumsprücheinrichtung	122	Kritische Druckdifferenz (Verblockung)	14
Fast Regeneration (partielles Regenerieren)	58	HLD 4000	114	Kryokondensation	56
Fehlerursachen bei Nickerreichen des Enddruckes	139	Hochdruck-Ionisationsvakuummeter bis 1 mbar	84	Kryopumpen	53, 179
Feinvakuumadsorptionsfallen	36	Hochfrequenzvakuumprüfer	113	Kryosorption	56
Federvakuummeter	76	HO-Faktor (Diffusionspumpen)	40	Kryotrapping	56
Finger print	102	Hüllentest	122, 123	Krypton 85 Prüfung	113
Flächenstoßrate	12	Hüllentest (Konzentrationsmessung)	123	Kugeltiefkühlfallen	43
Flansche und ihre Abdichtung	72, 180	HY.CONE-Pumpen	48	Kühlfallen	43
Flüssigkeitsgedichtete Rotationsverdrängerpumpen	19	Hybridlager (Keramiklager)	45, 46	Laminare Strömung	14
Flüssigkeitsringvakumpumpen	19	IC 5	131	Langmuir-Taylor-Effekt	115
Flüssigkeitsvakuummeter	78	Ideales Gasgesetz	9, 13	Lavaldüse	41
Formelzeichen und Einheiten, alphabetische Liste	166 – 170	Industrielle Dichtheitsprüfung	123	Leckarten	108
Fraktionierung des Treibmittels	40	Innere Rückströmung (Rootspumpen)	26	Leckdetektoren mit 180°-Sektorfeld-MS	118
Fundamentale Druckmessmethoden	86	Innere Verdichtung bei Klauenpumpen	30	Leckdetektoren mit Massenspektrometern	115, 182
Gasabgabe von Werkstoffen	149	Integrale Leckrate	111	Leckdetektoren mit Quadrupol-MS	118
Gasabgabe, Gasabgaberate, (flächenbezogene)	11, 65	Ionendesorptionseffekt	84	Leckdetektoren, Arbeitsweise von	114
Gasanalyse	94, 104, 105, 182	Ionizerstäuberpumpen (IZ-Pumpen)	49, 50	Leckrate, Leckgröße, Umrechnung	11, 108, 109, 110
Gasartabhängige Anzeige, Vakuummeter mit	79	Ionisationsvakuummeter	82	Lecksuche	108, 182
Gasartunabhängige Anzeige, Vakuummeter mit	76	Ionisierung, spezifische (Gasanalyse)	102	Lecksuche ohne Lecksuchgerät	111
Gasaufzehrung von Vakuummeterröhren	82, 83	Isotope	101	Lecksuchtechniken mit Helium-Leckdetektoren	122
Gasballast	22, 23, 116	IZ-Pumpen (Ionizerstäuberpumpen)	49, 50	Leitwert von Öffnungen	16, 180
Gasdichte	9	Justieren und Kalibrieren von Leckdetektoren	117	Leitwert von Rohrleitungen	15, 156, 180
Gasentladung	50, 82	Justieren und Kalibrieren von Vakuummetern	85	Leitwert, nomographische Bestimmung	16
Gasgesetze	12	Kaltflächen, Bindung an	56	LEYBODIFF-Pumpen	40
Gaskinetische Formeln	147	Kaltkathoden-Ionisations-Vakuummeter	82	LEYBOLD-INFICON Schwingquarzgeräte	131
Gaskinetisches Diagramm	155	Kaltkopf	54	Linearitätsbereich von Quadrupol-Sensoren	100
Gaskonstante, allgemeine	9, 13, 148	Kammerer-Kompessions-Vakuummeter	78	Linienbreite	98
Gasmenge (pV-Wert)	10	Kapazitive Vakuummeter	77	Literaturverzeichnis	176 – 184
Gasschleuse	74	Kapselfedervakuummeter	76	Lokale Leckrate	111
Gasspeicherung im Drehschieberpumpenöl	116	Kathodenerstörung (Sputtern)	133	Loschmidt'sche Zahl (Avogadrokonstante)	13, 148
Gaszusammensetzung bei Entfernung von der Erde	156	Keramiklager (Hybridlager)	45, 46	Lösungsmittel	149
Gay-Lussac, Gesetz von	12	Kinetische Gastheorie	13	Luft, atmosphärische	12
Gebräuchliche Lösungsmittel	149	Klammerflansch	72	Luftdruck und Temperatur bei Entfernung von der Erde	156
Gegenstromleckdetektor	119	Klauenpumpen	29	Magnetisches Streufeld	52
Geschlossene Ionenquelle (CIS = closed ion source)	98	Kleinflansch (KF)	72	Magnetlager	45, 46
Gesetzliche Druckeinheiten	147	Kleinste nachweisbare Konzentration	100	Massenbereich	98
Getterpumpen	49	Kleinster nachweisbarer Partialdruck	100	Massendurchfluß (Massenstrom)	10, 108
Glasbeschichten	136	Kleinstes nachweisbares Partialdruckverhältnis	100	Massenspektrometer, allgemein, geschichtlich	94, 182
Gleitende Nullpunktunterdrückung	116	Knudsenströmung	14	Massenstrom (Lecksuche)	108
Glühkathoden-Ionisations-Vakuummeter	83	Kohlenwasserstofffreies Vakuum	43, 64	Massive Hülle	123
Halogen Leckdetektoren	114, 183	Kompression	46, 47	Massivgetterpumpen (NEG-Pumpen)	49, 52
Hauptstrom-Leckdetektor	119	Kompressionsvakuummeter	78	McLeod-Vakuummeter	78
Helium Standard-Leckrate	110	Kondensatoren	36, 176	MEMBRANOVAC	77
Helium-Leckdetektoren (180° Sektorfeldspektrometer)	118	Kontinuumsströmung	13	Membranpumpen	17
		Kontinuumstheorie	12	Membranregler, Anwendungsbeispiele mit	91, 92
		Korrekturkurven für THERMOVAC Geräte	81		
		Korrosionsschutz	141		
		Kriechbarriere	43		

Membranvakuummeter	76	Photonen	84	Sättigungsdampfdrücke (Metalle)	161
Meßbereich, günstiger	75	PIEZOVAC	77	Sättigungsdampfdrücke (nicht-metallische Dichtungen)	162
Meßbereiche von Vakuummetern	163	Pirani-Vakuummeter	80	Sättigungsdampfdrücke (Treibmittel)	161
Mittlere freie Weglänge	11, 147, 155	Plastikzelt	123	Saugleistung	11
Mode-Lock Oszillator	128	Platten-Dampfsperre	43	Saugstutzenventil	20
Molare Masse (Molekulargewicht)	9, 12, 13	PNEUROP	171, 175	Saugvermögen	10
Molekularsieb	49, 145	Poiseuille'sche Strömung	14	Saugvermögenseinheiten und ihre Umrechnung	148
Molekularströmung	14	Poisson, Gesetz von	12	Schalen-Dampfsperre	43
Monomolekulare Schicht	12	Präzisions-Membranvakuummeter	77	Schichtdickenmessung	124
Nachweisgrenze von Leckdetektoren	116	Prüflecks (Testlecks)	117	Schichtdickenregelung	129
Nasse Prozesse	61	PTB (Physikalisch Technische Bundesanstalt)	85	Schiffchen (thermische Verdampfer)	132
Nationale Standards, Rückführung auf	85	Puffervolumen	68	Schnüffeltechnik	122
NEG-Pumpen		Pumpen von Vakuumterröhren	82, 83	Schöpfraum	17
(Massiv-Getterpumpen)	49, 52	Pumpendimensionierung bei Trocknungsprozessen	70	Schwingquarzkristalle, Form der	125
Nennweite und Innendurchmesser von Rohren	149	Pumpengröße, Bestimmung von Pumpenöl, Wahl bei aggressiven Dämpfen	65	Schwingquarz-Schichtdickenmessung	
Nomogramm:		Pumpenstammbaum	18	SI-Basis единиц	170
Auspumpzeit im Feinvakuum (Berücksichtigung der Gasabgabe)	160	Pumpverfahren, Auswahl von PVD (physical vapor deposition)	59	Sicherung, Überwachung und Steuerung von Anlagen	88
Nomogramm: Auspumpzeit im Grobvakuum	157	pV-Durchfluß (pV-Strom)	10	Silikonöle, DC 704, DC 705	42, 161
Nomogramm: Leitwert / gesamtes Druckgebiet	159	pV-Wert (Gasmenge)	10	Software für Quadrupol-Massen-	
Nomogramm:		Quadrupol, Druckanpassung / Gaseinlaß	97	spektrometer	106
Leitwert / Molekularströmung	156, 158	Quadrupol, Nachweissystem (Detektor)	97	SOGEVAC-Pumpen	19
Nomogramm: Rohrleitwerte bei Laminarströmung	156	Quadrupol, Sensoraufbau	95	Sorptionspumpen	49, 179
Nomogramme	69	Quadrupol, Spezifikation	98	Sperrgasbetrieb	48
Normdruck	9	Quadrupol, Trennsystem	96	Sperrschieberpumpen	21
Normen in der Vakuumtechnik	171 – 175	Quadrupolmassenspektrometer	94	Spezifischer Rauminhalt von Wasserdampf	150, 164
Offene Ionenquelle	95	Qualitative Gasanalyse	104	Spinning Rotor Gauge	80
Öl-Dampstrahlpumpen	41	Quantitative Gasanalyse	105	Sprühtechnik	122
Öl-Diffusionspumpen	39	Quecksilber (Treibmittel)	39, 43, 161	Spülgas	32
Öle (Treibmittel)	42	Quecksilbervakuummeter	78	Sputtern (Kathodenerstäubung)	133
Ölfreies (kohlenwasserstofffreies) Vakuum	43, 64	Rate Watcher	124	SRG (spinning rotor gauge), VISCOVAC	
Ölgedichtete Rotations-verdrängerpumpen	19	Refrigerator-Kryopumpe	53, 55	Startdruck	48, 59
Ölrückströmung	43, 179	Regenerierzeit	57	Statische Expansionsmethode	86, 87
Ölverbrauch	139, 140, 142	Reibungs-Vakuummeter	80	Staubabscheider (Staubfilter)	36
Ölverschmutzung	139	Relative Ionisierungs-wahrscheinlichkeit RIW	102	Streufeld von IZ-Pumpen	52
Ölwechsel	139	Restgas- Zusammensetzung, -Spektrum	48	Stickstoffäquivalent	75, 82
Optische Schichten	136	Reynoldszahl	14	Stoßrate	11
Oszillationsverdrängerpumpen	17	Röntgeneffekt	84	Strömungsarten	13
Oszillator, (aktiv, mode-lock)	127, 128	Rootspumpen	25	Strömungsleitwert	11, 13
Oxydkathoden	83, 95	Rotationsverdrängerpumpen	19	Strömungsleitwerte, Berechnung von	15
Papiertrocknen	71	Salztrocknen	71	Teilchenanzahldichte	9
Partialdruck	9	Sättigungsdampfdruck	9, 24	Teilebeschichtung	134
Partialdruckmessung	103	Sättigungsdampfdruck und Dampfdichte von Wasser	150, 165	Teilstrombetrieb	120
Partialdruckregelung	106	Sättigungsdampfdrücke (Kryotechnik)	162	Teilstromverhältnis	120
Partial-Enddruck	78	Sättigungsdampfdrücke (Lösungsmittel)	161	Temperaturartur in der Atmosphäre	156
Paschenkurve	164			Temperaturvergleichs-/Umrechnungstabelle	155
Penning-Vakuummeter	82			Testgasanreicherung	123
Perbunan	72, 152, 162			Testlecks (Prüflecks)	117
Periodenmessung	126			Thermische Verdampfer (Schiffchen)	132
Phasendiagramm von Wasser	165			Thermocouple-Vakuummeter	80
				THERMOVAC	80

Titanverdampferpumpen	50	Umrechnung von Leckrateneinheiten	148	Vitilan, Viton	72, 152, 162
Totaldruck	9	Umrechnung von pV-Durchfluß- einheiten (Leckraten)	148	Volumen	10
Transferstandard	86	Umrechnungsformeln (Lecksuche)	110	Volumendurchfluß (Volumenstrom)	10
Transmitter	80	Undichtheit	108	Volumenstoßrate	12
TRANSPECTOR	94	U-Rohr-Vakuummeter	78	Volumetrischer Wirkungsgrad (Roots- pumpen)	26
Treibmittel	42	Vakuumbereiche	15, 59,	Voreinlaßkühlung bei Rootspumpen	29
Treibmittelpumpen	38, 178	(Druckbereiche)	60, 149, 162, 163	Vorpumpe, Wahl der	68
Treibmittelrückströmung	43	Vakuumbeschichtungstechnik	132	Vorvakumbeständigkeit	39
Treibmittelwechsel / Reinigung von Diffusionspumpen	144	Vakuumbeschichtungsverfahren	134	Wälzkolbenpumpen	25
Trennsystem, von Massen- spektrometern	96, 115	Vakuummessung, Vakuummeter	74, 181	Wärmeleitungsvakuummeter, geregelt / ungeregelt	80
Triodenpumpen	51	Vakuummeterkonstante	83	Wasser dampf strahlpumpen	44
TRIVAC-Pumpen	19	Vakuumphysik	9	Wasser dampf verträglichkeit	24
Trochoidenpumpen	22	Vakuumpumpen, Literatur	176	Wasserringpumpen	19
Trockene Prozesse	60	Vakuumpumpen, Übersicht	17, 18	Wasserstrahlpumpen	44
Trockenlaufende Rotationsverdränger- pumpen	25	Vakuumregelung	74	Weglänge, mittlere freie	11
Trocknungsprozesse	63	Vakuumsteuerung	74	Wiederbedeckungszeit, Bedeckungszeit	12, 65
Trocknungsprozesse, Pumpen- dimensionierung bei	70	Van der Waals-Gleichung	13	XTC, XTM	131
Turbomolekularpumpen	45, 178	Ventile	72, 180	Zahlenwerte physikalischer Konstanten	
TURBOVAC-Pumpen	48	Venturidüse	41	Zeitkonstante	66, 121
Turbulente Strömung	14	Verblockung (Kritische Druckdifferenz)	14	Zeolith	49
Überdruck	9	Verdampfer-Kryopumpen	53	Zerstäuberpumpen	49
Überdruckmethode	111	Verdampferpumpen	49, 50	Z-Match Technik	126
UL 200 dry, UL 500 dry	117	Verdrängerpumpen	18, 176	Zubehör zu Rotations- verdrängerpumpen	36
UL 200, UL 400, UL 500	118	Verringerung der Adsorptionskapazität	144	Zusammensetzung der Atmosphäre	148
Ultrahochvakuum	13, 15, 65, 180	Verschmutzung von Vakuumbehältern	139	Zustandsgleichung (Allgemeine Gasgleichung)	9, 13
ULTRALEN	43, 161	Verschmutzung von Vakuum- meter-Meßsystemen	145		
Umgebungsdruck	9	VISCOVAC-Vakuummeter	80		
Umrechnung von Druckeinheiten	147	Viskose Strömung	13		